

## PEMANFAATAN KATALIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK GORENG SISA PAKAI

### UTILIZATION OF SILICA ALUMINA CATALYST FROM SUGAR CANE BAGASSE ON BIODIESEL SYNTHESIS FROM THE USED COOKING OIL

Sriatun\*, Taslimah, dan Linda Suyati

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro  
Jl. Prof. H. Soedarto, SH Tembalang, Semarang, Jawa Tengah, Indonesia, 50275  
e-mail: sriatun71@gmail.com

Makalah: Diterima 24 September 2014; Diperbaiki 15 Januari 2015; Disetujui 5 Februari 2015

#### ABSTRACT

*It was synthesized biodiesel from the used cooking oil using silica alumina catalyst. The aim of this research was to establish the catalytic performance in the form of silica alumina. The silica in sugarcane bagasse was extracted by 6 M sodium hydroxide until sodium silicate was obtained. Synthesis of silica alumina catalyst was conducted by reacting sodium silicate with sodium aluminate, whereas the ratio was 1:1 (v/v), then the mixture was hydrothermally heated at 100°C for 3 days. Catalytic ability was tested on transesterification reaction of used cooking oil and methanol. This catalytic test was to measure the performance of 1% silica alumina in converting used cooking oil into biodiesel. The variables were examined including ratios of methanol:used cooking oil (1:3, 1:6 and 6:1) and contact times (60 and 120 minutes). Catalyst characteristics were determined by XRD, FTIR, SEM-EDX and surface analyzer, meanwhile biodiesel as the product of transesterification was determined by GC-MS. The result showed that the silica alumina catalyst was Na-sodalite that had composition of Na 17.96%, Al 18.97% and Si 17.04%. Na-sodalite had homogenized shapes and sizes which the pore diameter of 4.55 Å, pore volume of 5.73.10<sup>-3</sup> cc/g and surface area of 1.457.10<sup>5</sup> cm<sup>2</sup>/g. The biodiesel obtained at methanol:used cooking oil of 1:3 for 60 minutes was 13.83% consisting of methyl caprylate, methyl caprate, methyl laurate, methyl myristate, methyl palmitate, methyl linoleat and methyl stearate. Whilst at methanol:used cooking oil of 6:1 yielded 85.51% biodiesel with methyl caprate as main component.*

*Keywords: silica alumina, sugar cane bagasse, used cooking oil, biodiesel*

#### ABSTRAK

Telah dilakukan pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai menggunakan katalis silika alumina. Silika diperoleh dari bagasse yang diekstraksi dengan NaOH 6 M sehingga diperoleh natrium silikat. Katalis silika alumina dibuat dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat dengan rasio 1:1 (v/v), kemudian dipanaskan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 3 hari. Selanjutnya biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara minyak goreng sisa pakai dan metanol yang dikatalisis oleh 1% silika alumina. Adapun peubah yang dikaji adalah perbandingan metanol: minyak 1:3, 1:6 dan 6:1 dan waktu kontak (60 dan 120 menit). Karakter katalis ditentukan dengan XRD, FTIR, SEM-EDX dan *surface area analyzer*, sedangkan karakter biodiesel ditentukan dengan GC-MS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis silika alumina dari bagasse merupakan zeolit tipe Na-sodalit yang memiliki komposisi Na sebesar 17,96%, Al 18,97% dan Si 17,04%. Di samping itu Na-sodalit ini juga mempunyai bentuk dan ukuran yang homogen, diameter pori sebesar 4,55 Å, volume pori 5,73.10<sup>-3</sup> cc/g dan luas permukaan 1,457.10<sup>5</sup> cm<sup>2</sup>/g. Sementara itu biodiesel yang diperoleh pada perbandingan metanol:minyak 1:3 selama 60 menit hanya 13,83% yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat. Pada perbandingan metanol:minyak 6:1, biodiesel yang diperoleh sebesar 85,51% dengan komponen utama metil kaprat.

Kata kunci: silika alumina, bagasse, minyak goreng sisa pakai, biodiesel

#### PENDAHULUAN

Ampas tebu (bagasse) mengandung lignoselulosa yaitu suatu komposit yang terdiri dari selulosa (50%), hemiselulosa (25%) dan lignin (25%). Komponen lignoselulosa inilah yang membentuk dinding terluar tumbuhan. Penelitian sebelumnya ampas tebu (bagasse) digunakan untuk memproduksi bioetanol (Hermiati, 2010). Namun pada pembuatan bioetanol dari biomassa tersebut

membutuhkan proses yang panjang serta mahal karena harus menggunakan enzim yang berfungsi sebagai katalis untuk proses fermentasi.

Selain kandungan komponen organik, bagasse yang telah diabukan juga mengandung oksida-oksida anorganik yaitu SiO<sub>2</sub> 71%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1,9%, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 7,8%, CaO 3,4%, MgO 0,3%, K<sub>2</sub>O 8,2%, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 3,0% dan MnO 0,2%. Kadar SiO<sub>2</sub> pada bagasse dapat berbeda tergantung daerah tumbuh tanaman tebunya, seperti bagasse yang berasal dari

PG. Tasik Madu Karanganyar mempunyai kadar  $\text{SiO}_2$  70,97% (Aida, 2010). Menurut Hanafi dan Nandang (2010), bagasse mengandung 49,09 %  $\text{SiO}_2$ , abu bagassanya dapat digunakan sebagai campuran pada pembuatan keramik untuk meningkatkan kekuatan keramik.

Chin *et al.* (2012) telah mengembangkan bagasse sebagai katalis padat yang dibuat melalui metode sulfonasi, kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel. Penelitian tentang pemanfaatan ampas tebu sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Eksplorasi bahan alam anorganik *unrenewable* seperti zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Oleh karena itu penelitian ini mengeksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit). Zeolit sintetis seperti ZSM-5 (Kordatos *et al.*, 2007; Yoo *et al.*, 2011), zeolit Y (Faghihian dan Godazandeha, 2009; Jatuporn *et al.*, 2008) telah dikembangkan dan mempunyai ukuran pori kurang dari  $20 \text{ \AA}$ .

Sementara itu, di sisi lain biodiesel yang merupakan metil ester hasil transesterifikasi asam lemak yang terdapat pada minyak sayur, minyak goreng sisa pakai dan lemak hewan. Ketersediaan minyak goreng sisa pakai kian hari kian melimpah, seiring dengan meningkatnya produksi dan konsumsi minyak goreng (Hambali *et al.*, 2007). Penggunaan minyak goreng secara berulang akan mengakibatkan terjadinya reaksi oksidasi pada minyak karena adanya kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Akibat pemanasan yang berulang-ulang serta reaksi oksidasi yang terjadi di dalam minyak, minyak jelantah dapat mengandung senyawa-senyawa radikal seperti hidroperoksida dan peroksida. Senyawa-senyawa radikal tersebut bersifat karsinogenik, oleh karena itu pemakaian minyak goreng yang berkelanjutan dapat mengganggu kesehatan manusia.

Bila tak digunakan kembali, minyak jelantah biasanya dibuang begitu saja ke saluran pembuangan. Limbah yang terbuang ke pipa pembuangan dapat menyumbat pipa pembuangan karena pada suhu rendah minyak maupun lemak akan membeku dan mengganggu jalannya air pada saluran pembuangan. Minyak ataupun lemak yang mencemari perairan juga dapat mengganggu ekosistem perairan karena dapat menghalangi masuknya sinar matahari yang sangat dibutuhkan oleh biota perairan. Oleh karena itu diperlukan solusi untuk memanfaatkan limbah minyak goreng sisa pakai, salah satunya dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel.

Konversi asam lemak yang terdapat pada limbah minyak goreng sisa pakai menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol dapat terjadi melalui reaksi transesterifikasi. Salah satu yang memegang peranan kunci dalam proses ini adalah katalis. Berbagai

upaya telah dilakukan untuk meningkatkan selektivitas, aktivitas dan umur katalis berkaitan dengan kelayakan proses secara ekonomis. Produksi biodiesel secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH (Holser and Harry-O'Kuru, 2006) dan  $\text{CH}_3\text{ONa}$  pada soybean (Agarwal *et al.*, 2010).

Pada pengembangan produksi biodiesel terdapat alternatif untuk mengganti katalis homogen menjadi katalis heterogen sebagaimana telah dilakukan oleh beberapa peneliti seperti Muthu *et al.* (2010) yang telah membuat biodiesel dari minyak *Neem* menggunakan zirkonia sulfat. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa situs asam memberikan pengaruh yang signifikan terhadap aktivitas katalitik padatan katalis Zirkonia sulfat pada reaksi transesterifikasi minyak *Neem* dengan metanol. Arzamendi *et al.* (2007) membandingkan aktivitas dan selektivitas katalis NaOH yang diimbangkan pada alumina (NaOH/alumina) dan selanjutnya digunakan pada reaksi transesterifikasi minyak bunga matahari. Selektivitas reaksi ditentukan oleh rasio molar metanol/minyak. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa perlakuan kalsinasi katalis NaOH/alumina memberikan pengaruh negatif terhadap aktivitas katalis, sedangkan larutnya natrium pada proses reaksi transesterifikasi menunjukkan buruknya stabilitas kimia katalis ini. Penelitian Sharma *et al.* (2010) menggunakan katalis dari cangkang telur untuk mensintesis biodiesel dari minyak *Pongamia pinnata*. Pada penelitian tersebut diperoleh produk biodiesel 95% pada rasio molar alkohol/minyak 8:1, 2,5% katalis, waktu reaksi 2,5 jam dan suhu  $65 \pm 0,5^\circ\text{C}$ . Endalew *et al.* (2011) menggunakan katalis heterogen anorganik untuk menghasilkan biodiesel dari minyak nabati. Bahan lain yang digunakan sebagai katalis heterogen adalah zeolit alam dan monmorilonit terpillar (Wijaya, 2009), keduanya merupakan polimer silika alumina.

Berdasarkan penelitian-penelitian tersebut serta besarnya potensi bagasse (ampas tebu) serta melimpahnya minyak goreng sisa pakai maka penelitian bertujuan untuk membuat katalis silika alumina dari bagasse (ampas tebu) kemudian menggunakannya sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel.

## BAHAN DAN METODE

### Bahan dan Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, mortar, pH meter, oven, *furnace*, *hot plate/magnetic stirrer*, ayakan vibrator, krus Teflon. Peralatan untuk keperluan karakterisasi produk digunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), *surface area analyzer*, GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrometry*).

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bagasse/ampas tebu yang merupakan sisa penggilingan tebu dari daerah Klaten Jawa Tengah, natrium hidroksida (NaOH), aluminium hidroksida (Al(OH)<sub>3</sub>) p.a, asam klorida (HCl) p.a, metanol (CH<sub>3</sub>OH) p.a, akuades dan minyak sisa penggorengan.

## Metode

### Preparasi Natrium Silikat dari Bagasse

Sampel bagasse/ampas tebu dibakar sampai terbentuk arang, kemudian dihaluskan dengan mortar. Arang diabukan dengan cara ditempatkan pada cawan porselin lalu dipanaskan pada temperatur 700°C dalam *furnace* selama 4 jam. Untuk menyamakan ukuran partikel maka abu tersebut diayak lolos ayakan 100 mesh menggunakan ayakan vibrator. Sebanyak 100 g abu direaksikan dengan larutan 400 mL NaOH 6 M, campuran dikocok pelan menggunakan *batch shaker* selama 24 jam, kemudian disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat/Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>.

### Sintesis Katalis Silika Alumina

Katalis silika alumina disintesis dengan cara mereaksikan natrium silikat dan natrium aluminat secara hidrotermal. Natrium aluminat yang diperoleh dari 30 g NaOH p.a dilarutkan dalam 100 mL aquades dan dipanaskan, setelah mendidih ditambah 20 g Al(OH)<sub>3</sub> sedikit demi sedikit sambil diaduk. Kemudian diencerkan sampai 250 mL lalu didinginkan pada temperatur ruang. Selanjutnya sejumlah larutan natrium aluminat direaksikan dengan natrium silikat dari bagasse dengan perbandingan 1:1. Campuran diaduk selama beberapa jam, setelah terbentuk gel dipindahkan dalam krus teflon. Tahap berikutnya adalah proses hidrotermal yaitu krus teflon yang tertutup rapat dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 hari. Hasil didiamkan selama 24 jam baru kemudian disaring, dinetralkan dan dikeringkan. Padatan yang merupakan katalis silika alumina dikarakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infrared*), XRD (*X-ray Diffraction*), SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) dan *surface area analyzer*.

### Uji Katalitik Pada Reaksi Konversi Minyak Goreng Sisa Pakai menjadi Biodiesel (Reaksi Transesterifikasi)

Uji katalis silika alumina dari bagasse pada reaksi transesterifikasi minyak goreng sisa pakai dan metanol dilakukan dalam peralatan labu leher tiga. Rasio yang digunakan adalah sebagai berikut: metanol:minyak (v/v) 1:3, 1:6 dan 6:1, waktu kontak 60 dan 120 menit, sedangkan katalis silika alumina 1% (b/v). Campuran minyak, metanol dan katalis dipanaskan pada temperatur 60°C disertai pengadukan menggunakan *stirrer bar*. Setelah

mencapai waktu yang telah ditentukan ditambahkan beberapa tetes HCl untuk menetralkan produk. Selanjutnya produk dipisahkan dari katalis melalui penyaringan. Produk yang masih berupa campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pisah. Produk metil ester/biodiesel ini dikarakterisasi dengan GC-MS.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pembuatan Katalis Silika Alumina dari Bagasse

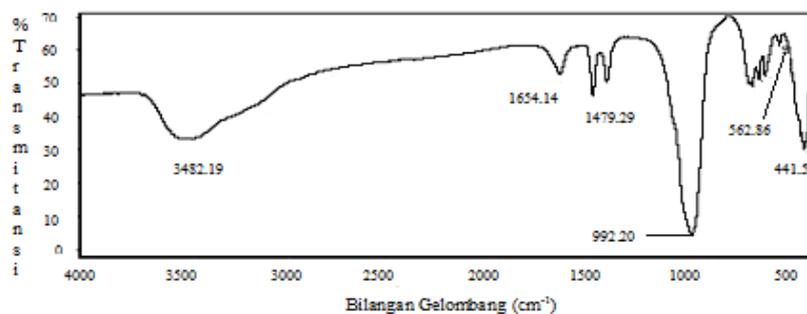
Pengabuan bagasse mengakibatkan terjadinya perubahan kimia pada komponen penyusunnya. Jika sebelumnya bagasse mengandung air, sisa gula, serat lignin dan selulosa serta mikroba, maka adanya pemanasan suhu tinggi menyebabkan komponen-komponennya terdekomposisi. Setelah diabukan pada suhu 700°C hanya tersisa komponen anorganik berupa oksida-oksida logam.

Pembentukan katalis silika alumina berbahan dasar silika hasil ekstraksi bagasse dan natrium aluminat terjadi karena adanya reaksi polimerisasi kondensasi. Natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol (Si(OH)<sub>4</sub>) (Schubert dan Husing, 2000). Selanjutnya monomer-monomer silikat (SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup>) dan aluminat (AlO<sub>4</sub><sup>5-</sup>) akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat. Variasi komposisi agen silikat dan aluminat yang berinteraksi akan menentukan karakter dan tipe produk sintesis. Dalam penelitian ini perbandingan jumlah silikat dan aluminat adalah 1:1, karena telah diketahui bahwa katalis silika alumina jenis ini mempunyai pori-pori, komposisi, dan saluran rongga optimum sehingga mempunyai nilai ekonomi tinggi karena sifat hidrofobiknya yang rendah (Hamdan, 1992).

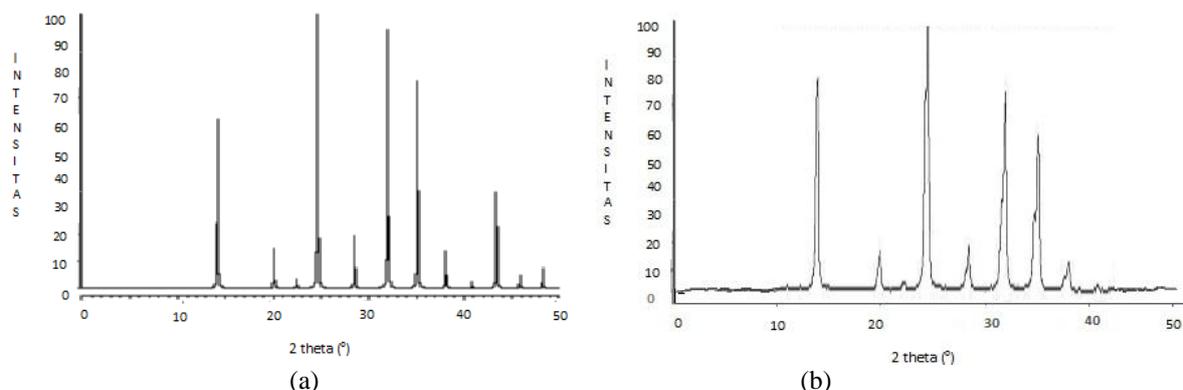
### Karakterisasi Katalis

Secara umum berdasarkan spektra FTIR pada Gambar 1, adanya gugus fungsi produk sintesis ditunjukkan oleh serapan pada bilangan gelombang 992 cm<sup>-1</sup> yang merupakan serapan akibat vibrasi ulur asimetri dari kerangka silika alumina Si-O-Al atau Si-O-Si. Selain itu pada produk juga teramati adanya vibrasi ulur simetri (694 cm<sup>-1</sup>), vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (441 cm<sup>-1</sup>), *double ring* (562 cm<sup>-1</sup>) dan kemungkinan *pore opening*. Dengan demikian dapat disimpulkan produk katalis merupakan suatu polihedral silika alumina.

Hasil analisis menggunakan X-ray difraktometer terdapat pada Gambar 2, diketahui bahwa katalis hasil sintesis dari bagasse mempunyai puncak utama pada 2θ = 24,58 ; 14,11 dan 31,91 dengan intensitas mencapai 23110 *counts*, 18470 *counts* dan 17276 *counts*. Selanjutnya pola difraktogram dibandingkan dengan data pada JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*).



Gambar 1. Spektra FTIR katalis silika alumina dari bagasse



Gambar 2. Difraktogram XRD (a) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) dengan (b) katalis hasil sintesis

Adapun perbandingan keseluruhan difraktogram produk sintesis dan referensi terdapat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data XRD sodalit produk sintesis dan referensi

Sodalit referensi		Produk sintesis	
2θ	Intensitas relatif	2θ	Intensitas relatif
14,16	61,8	14,11	79,9
24,65	100	24,52	100
28,53	19,6	28,46	15,3
31,99	94	31,94	74,7
35,13	75	35,06	59,2
43,39	15,8	43,29	26,4

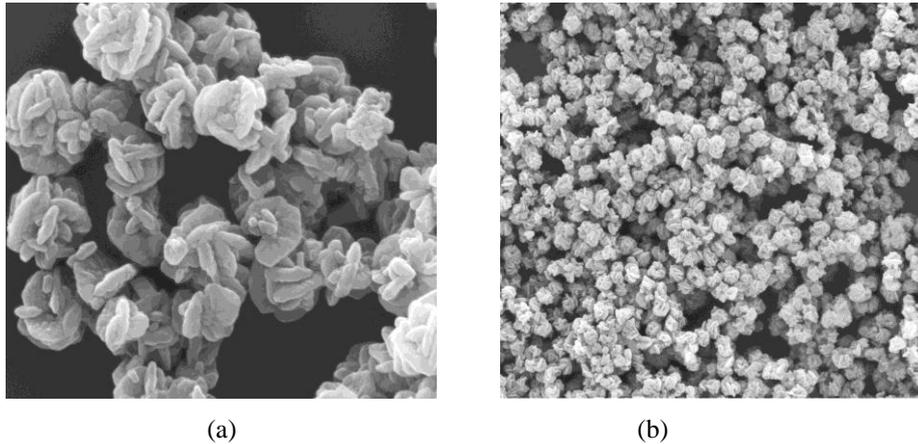
Intensitas setiap puncak khas untuk produk hasil sintesis dari bagasse dengan referensi/pembanding dapat dikatakan bersesuaian sehingga disimpulkan bahwa katalis tersebut merupakan Na-sodalit yaitu suatu polihedral silika alumina, hasil ini bersesuaian dengan data FTIR. Adapun rumus kimia Na-sodalit adalah  $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$  berstruktur ortorombik (Treacy dan Higgins, 2001). Rumus kimia Na-sodalit menunjukkan perbandingan Si dan Al adalah 6:6 atau 1:1 yang berarti produk ini telah sesuai dengan senyawa yang ditargetkan yaitu katalis dengan rasio Si/Al 1. Katalis ini memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi ditunjukkan oleh puncak-puncak difraktogram yang tajam dan berintensitas tinggi. Karakter ini sangat penting jika

katalis ini digunakan pada reaksi bersuhu tinggi karena umumnya material dengan kristalinitas yang baik mempunyai kestabilan termal tinggi.

Analisis SEM bertujuan untuk mengetahui permukaan dan tekstur (topologi), bentuk morfologi permukaan serta ukuran benda. Tampak bahwa produk memiliki bentuk yang homogen sebagaimana terlihat pada Gambar 3. Kehomogenan bentuk dan ukuran suatu katalis mempunyai peranan penting dalam berinteraksi dengan umpan (*feed*) dalam hal ini adalah minyak.

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar  $4,55 \text{ \AA}$ , volume pori  $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$  dan luas permukaan spesifik  $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$ . Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.



Gambar 3. Morfologi katalis hasil sintesis menggunakan SEM (a) perbesaran 50000x, (b) perbesaran 20000x

Berdasarkan hasil analisis EDX, katalis hasil sintesis dari bagasse mengandung Na sebesar 17,96%, sedangkan Al 18,97% dan Si 17,04% sehingga diperoleh rasio Si/Al mendekati 1. Data ini sejalan dengan informasi dari XRD yaitu katalis hasil sintesis bertipe Na-sodalit memiliki rasio Si/Al 1. Hasil pengukuran menggunakan *surface area analyzer* diketahui bahwa katalis ini mempunyai diameter pori sebesar  $4,55 \text{ \AA}$ , volume pori  $5,73 \cdot 10^{-3} \text{ cc/g}$  dan luas permukaan spesifik  $1,457 \cdot 10^5 \text{ cm}^2/\text{g}$ . Luas permukaan ini berkontribusi dalam menyediakan tempat untuk berinteraksi dengan umpan.

Untuk mengetahui kemampuan katalitik dari katalis silika alumina hasil sintesis maka dilakukan uji katalitik pada reaksi transesterifikasi. Sebagai umpan/substrat/bahan yang akan dikonversi adalah minyak goreng sisa pakai dan metanol. Proses ini akan menghasilkan biodiesel yaitu suatu metil ester yang dapat dipakai sebagai bahan bakar alternatif.

#### **Pembuatan Biodiesel dari Minyak Goreng Sisa Pakai**

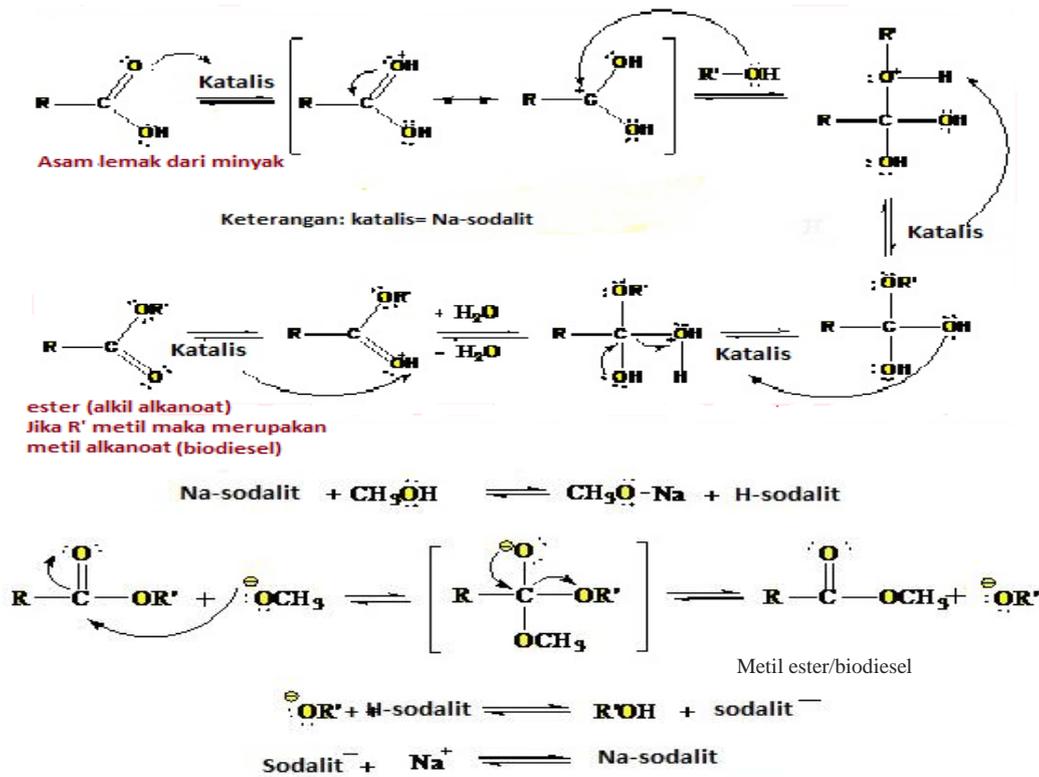
Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi *reversible* gugus alkil dari suatu ester dengan gugus alkil dari alkohol monohidrat seperti metanol (Kirk dan Otmer, 1979), umumnya dikatalisis oleh katalis yang bersifat asam atau basa baik dalam sistem homogen maupun heterogen. Reaksi transesterifikasi yang memerlukan katalis adalah reaksi yang berlangsung pada suhu rendah ( $50 - 80^\circ\text{C}$ ). Pada penelitian ini menggunakan suhu  $60^\circ\text{C}$  sehingga diperlukan katalis yaitu Na-sodalit hasil sintesis dari bagasse. Karena katalis berupa padatan maka dikatakan sebagai katalis heterogen yang berbeda fasanya dengan umpan minyak goreng sisa pakai yang berfasa cair.

Menurut Wijaya (2009), karakter asam pada katalis monmorilonit berperan penting dalam menginisiasi reaksi esterifikasi. Monmorilonit merupakan bahan berkerangka silika alumina. Mengacu pada karakter asam monmorilonit, karakter asam katalis Na-sodalit ini berasal dari situs asam

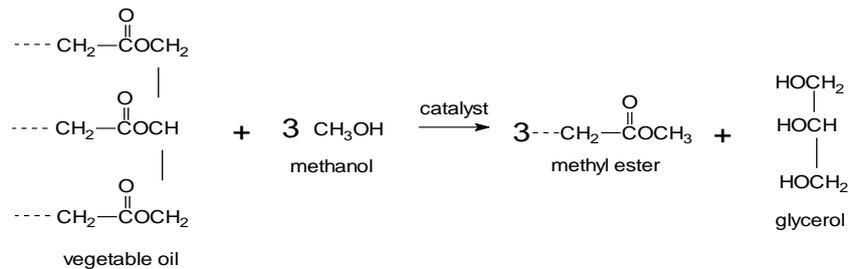
Lewis dan asam Bronsted yang juga muncul pada kerangka silika alumina. Bagian ini dapat bertindak sebagai donor proton terhadap gugus karbonil asam lemak (RCOOH) yang berasal dari minyak goreng sisa pakai, sehingga karbonil menjadi lebih elektrofil karena atom karbon bermuatan positif. Bagian ini menjadi lebih aktif terhadap serangan elektron dari atom oksigen yang terdapat metanol. Setelah mengalami reaksi insersi dan migrasi diperoleh produk akhir berupa alkil alkanooat/ester, sebagaimana terdapat pada Gambar 4. Karena dalam penelitian ini digunakan metanol maka sebagai produk akhir adalah metil ester yang merupakan biodiesel.

#### **Karakterisasi Produk Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Sisa Pakai Menjadi Biodiesel**

Banyaknya produk reaksi transesterifikasi sangat dipengaruhi oleh perbandingan reaktan dalam hal ini adalah metanol dan minyak. Penambahan metanol akan meningkatkan jumlah produk, namun penambahan waktu kontak reaksi belum tentu menaikkan produk. Pada penelitian ini temperatur reaksi yg digunakan adalah  $60^\circ\text{C}$  serta menggunakan katalis silika alumina hasil sintesis dari bagasse sebesar 1% (b/v), dengan perbandingan metanol:minyak 1:6 dan waktu kontak 60 menit menghasilkan rendemen rata-rata produk 3,8%. Ketika waktu kontak dinaikkan menjadi 120 menit terjadi peningkatan rendemen 4,5%. Namun hal ini tidak teramati pada perbandingan metanol:minyak 1:3 karena rendemen rata-rata produk justru turun dari 16,25% menjadi 11,87% ketika waktu kontak dinaikkan dari 60 menit menjadi 120 menit. Rendemen rata-rata produk meningkat menjadi 83,4% ketika perbandingan metanol:minyak 6:1 dengan waktu kontak 120 menit. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa pada penelitian ini rendemen produk tidak dipengaruhi oleh waktu kontak namun lebih dipengaruhi oleh semakin besarnya jumlah metanol, mengingat dalam reaksi transesterifikasi ini untuk memecah 1 molekul asam lemak membutuhkan 3 molekul metanol (Wijaya, 2009) seperti tampak pada Gambar 5.



Gambar 4. Mekanisme pembuatan biodiesel dari minyak goreng sisa pakai terkatalisis Na-sodalit

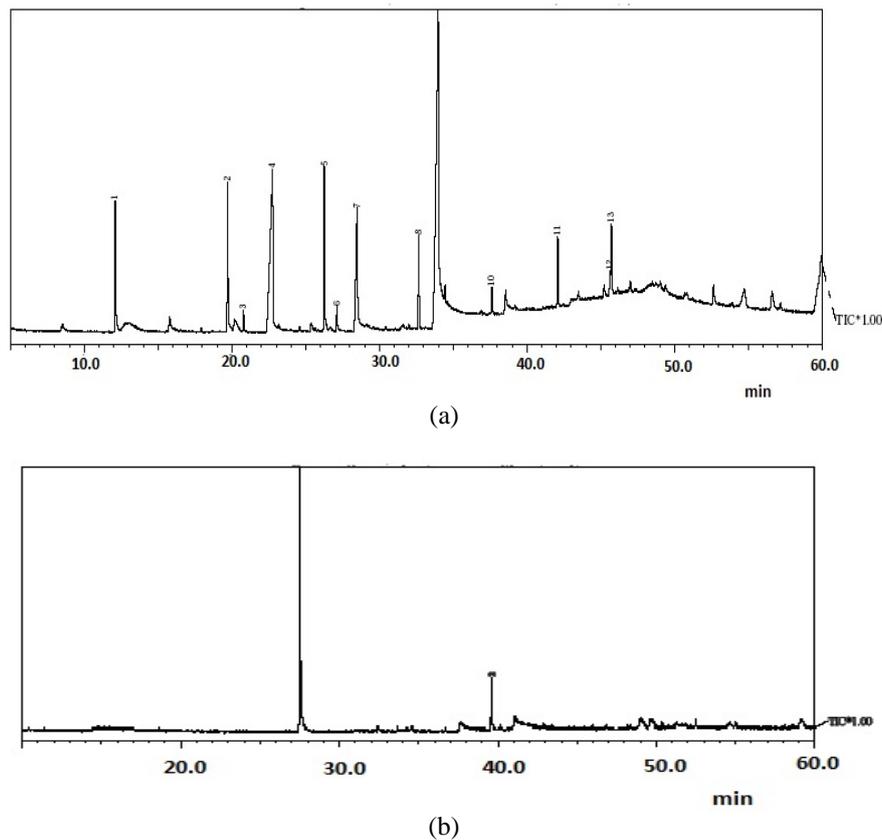


Gambar 5. Reaksi konversi minyak nabati menjadi biodiesel (metil ester)

Berdasarkan hasil analisis GC, pada perbandingan metanol:minyak 1:6 dengan waktu kontak 60 menit menghasilkan produk dengan waktu retensi (tR) pada menit ke 10,03; 12,92; 15,69; 19,58; 26,17; 38,71. Hasil yang sama diperoleh pada waktu kontak 120 menit baik pada rasio metanol: minyak 1:6 maupun 1:3. Dua puncak baru muncul pada rasio metanol: minyak 1:3 waktu kontak 60 menit yaitu pada tR 21,67 dan 29,97 menit. Munculnya puncak baru tersebut merupakan efek dari turunnya konsentrasi senyawa pada tR 19,58 dan 38,71 menit. Untuk mengetahui komponen penyusun produk biodiesel digunakan GCMS, sebagaimana kromatogram pada Gambar 6.

Pada Gambar 6 (A) dapat dilihat terdapat banyak puncak yang muncul. Kemungkinan produk masih berupa campuran dengan senyawa asal dan hasil samping. Adapun prediksi jenis senyawa beserta persentasenya terdapat pada Tabel 2.

Produk konversi minyak goreng sisa pakai melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol hanya sedikit mengandung metanol karena menurut Chairul (1996) metanol memiliki puncak utama pada waktu rentensi sekitar 33, 36 dan 50 menit. Produk konversi minyak goreng sisa pakai dengan perbandingan metanol:minyak 1:3 menghasilkan biodiesel/metil ester yang terdiri dari metil kaprilat, metil kaprat, metil laurat, metil miristat, metil palmitat, metil linoleat dan metil stearat, namun persentasenya hanya 13,83%, sedangkan asam lemak/trigliseridanya masih 66,34% yang belum dikonversi. Ketika perbandingan metanol:minyak 6:1, dimana metanol ditambahkan secara berlebih produk mengandung 85,51% metil ester. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan metanol dapat meningkatkan rendemen serta kadar biodiesel/metil ester.



Gambar 6. Kromatogram produk dari perbandingan metanol:minyak 1:6 (a) dan 6:1 (b)

Tabel. 2 Prediksi senyawa pada produk hasil konversi minyak goreng sisa pakai

Perbandingan Metanol:minyak	Puncak ke	Waktu retensi	%	Prediksi senyawa
1:6	1,2 & 5	12,94; 19,71; 26,26	19,85	Keton (2-heptanon, metil heptil keton dan metil nonil keton)
	4,7 & 9	22,75; 28,48; 33,97	66,34	Asam lemak/trigliserida (asam oktanoat, dekanooat dan dodekanoat)
	3	20,793	0,72	Metil oktanoat /metil kaprilat(MES)
	6	27,116	0,9	Metil dekanooat/metil kaprat (MES)
	8	32,670	4,10	metil dodekanoat/metil laurat (MES)
	10	37,629	1,01	Metil tetradekanoat/metil miristat (MES)
	11	42,100	3,20	metil heksadekanoat/metil palmitat (MES)
	12	45,64	0,84	Metil linoleat
6:1	13	45,73	3,06	Metil oktadekanoat/metil stearat
	1	27,519	85,51	Metil kaprat (MES)
	2	39,625	14,49	Metil dioksan

Asam lemak yang terdapat pada minyak adalah asam oktanoat/asam kaprilat, asam dekanooat/asam kaprat dan asam dodekanoat/asam laurat. Banyaknya asam lemak yang belum terkonversi dikarenakan terlalu sedikitnya metanol pada perbandingan metanol:minyak 1:3 dan 1:6 data ini sejalan dengan rendahnya rendemen dan adanya keton yang muncul sebagai produk samping karena kemungkinan sebagian asam lemak berubah menjadi keton.

Minyak goreng yang telah digunakan untuk memasak dimungkinkan mengandung radikal hidroperoksida dan peroksida (Hambali *et al.*, 2007).

Keberadaan kedua senyawa tersebut dipicu oleh adanya air pada saat memasak dan akan dipercepat jika bahan yang dimasak mengandung zat besi (Fe). Pembentukan keton diperkirakan sebagai akibat pemanasan dan adanya radikal peroksida. Adanya keton diasumsikan berasal dari ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak berinteraksi dengan radikal peroksida sehingga terbentuk gugus OH pada salah satu atom karbon yang berikatan rangkap. Selanjutnya pada gugus karboksilat  $-COOH$ , akan mengalami dekarboksilasi melepaskan  $CO_2$ . Dengan demikian yang tersisa adalah suatu alkohol sekunder yang selanjutnya akan menjadi keton.

## KESIMPULAN DAN SARAN

### Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ampas tebu/bagasse mempunyai potensi sebagai bahan untuk membuat katalis silika alumina bertipe Na-sodalit. Na-sodalit hasil sintesis mempunyai diameter pori 4,55 Å, volume pori  $5,73 \cdot 10^{-3}$  cc/g dan luas permukaan  $1,457 \cdot 10^5$  cm<sup>2</sup>/g.

Na-sodalit hasil sintesis dapat berperan sebagai katalis dalam reaksi konversi minyak goreng sisa pakai menjadi biodiesel, namun banyaknya rendemen hasil serta komposisinya sangat dipengaruhi oleh perbandingan metanol:minyak.

### Saran

Perlu dikaji persentase katalis silika alumina (Na-sodalit) yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk melihat pengaruh penambahan katalis tersebut.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial melalui UNDIP dalam pendanaan BOPTN untuk penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

Agarwal M, Arya I, Chaurasia SP, Singh K, George S. 2010. Synthesis and Characterization of Biodiesel. *Indian Chem Eng.* 51 (4): 300-308.

Aida N dan Dewanti L. 2010. Pembuatan silika gel dari abu ampas tebu dengan proses ekstraksi Basa (NaOH) dan sol gel. [Tugas Akhir]. Institut Teknologi Sepuluh November.

Arzamendi G, Campo I, Arguinarena E, Sanchez M, Montes M, Gandia LM. 2007. Synthesis of biodiesel with heterogenous naoh/alumina catalyst: Comparison with homogenous NaOH. *Chem Eng J.* 134 (1-3): 123-130.

Chairul. 1996. Analisis kandungan kimia ekstrak metanol rimpang kencur dengan GCMS. *Warta Tumbuhan Obat Indo.* 3 (2): 34-36.

Chin LH, Abdullah AZ, dan Hameed BH. 2012. Sugar cane bagasse as solid catalyst for synthesis of methyl ester from palm fatty acid distillate. *Chem Eng J.* 183: 104-107.

Endalew AK, Yohannes K, dan Rolando Z. 2011. Inorganic heterogeneous catalysts for biodiesel production from vegetable oils. *Biomass and Bioen.* 35 : 3787-3809.

Faghihian H dan Godazandeha N. 2009. Synthesis of nano crystalline zeolite Y from bentonite. *J Porous Mat.* 16 (16): 331-335.

Hambali E, Mujdjalipah S, Tambunan AH, Pattiwiri AW, Hendroko R. 2007. *Teknologi Bioenergi.* Agromedia. Jakarta.

Hamdan H. 1992. *Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification.* 1<sup>st</sup> Edition, Kualalumpur: Universiti Teknologi Malaysia.

Hanafi A dan Nandang A. 2010. Studi pengaruh bentuk silika dari ampas tebu terhadap kekuatan produk keramik. *J Kim Indo.* 5 (1): 35-38.

Hermiati E, Mangunwidjaja D, Sunarti TC, Suparno O, Prasetya B. 2010. Pemanfaatan biomassa lignoselulosa ampas tebu untuk produksi bioetanol. *J Litbang Pert.* 29 (4):121-130.

Holser RA dan Harry-O'Kuru R. 2006. Transesterified milkweed (Asclepias) seed oil as a biodiesel fuel. *Fuel* 85: 2106-2110.

Jatuporn W, Pongtanawat K, dan Sanchai P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J Chem Eng* 25(4): 861-864.

Kardatos K, Gavela S, Ntziouni A, Pistiolas KN, Kyristi A, Kasselouri-Rigopoulo V. 2007. Synthesis of highly siliceous ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash. *Microporous and Mesoporous Material* 108: 193-203.

Kirk RE dan Otmer DF. 1979. *Kirk-Otmer Encyclopedia of Chemical Technology.* 3<sup>th</sup> Ed. New York: John Willey and Sons.

Muthu H, SathyaSelvabala V, Varathachary TK, Selvaraj DK, Nandagopal J, Subramanian S. 2010. Synthesis of biodiesel from Neem oil using sulfated zirconia via transesterification. *Braz J Chem Eng.* 27 (4 ): 601-608.

Schubert U dan Husing N. 2000. *Synthesis of Inorganic Material.* Wiley Vch. Federal Republic of Germany.

Sharma YC, Singh B, dan Korstad J. 2010. Application of an efficient nonconventional heterogenous catalyst for biodiesel synthesis from pongamia pinnata oil. *Energy Fuels.* 24 (5): 3223-3231.

Treacy MMJ dan Higgins JB. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites.* 4<sup>th</sup> Ed. Elsevier.

Wijaya K. 2009. Asam padat berbasis monmorilonit sebagai katalis dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. *Advanced Material Workshop I.* Yogyakarta.

Yoo CW, Zhang X, Tsapatsis M, Stein A. 2011. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite through Desilication and re-assembly Processes. *Microporous and Mesoporous Mat.* 149 (1): 147-157.