

EKSERGI

Jurnal Ilmiah Jurusan Teknik Kimia

B.14

Volume X, Nomor 2, Desember 2010

Standards, Practical Tools in Dealing with Climate Change
Biatna Dulbert T and Ellia Kristiningrum.

Pembuatan *Edible Film* dari Tepung Jagung
Danang Jaya, Endang Sulistyawati.

Pengaruh Penambahan Oksidator Kalium Bichromat pada Pengambilan Minyak Laka
Harsa Pawignya.

Peluang dan Tantangan Komersialisasi Biodisel-Review
Mahreni.

Pengaruh Penambahan Aditif Proses Daur Ulang Minyak Pelumas Bekas terhadap Sifat-sifat Fisis
Siswanti.

Pengaruh Kadar Garam Dapur Terhadap Suhu Makanan yang Dimasak dengan *Microwave*
Wasir Nuri.

Preparasi Membran Selulosa Asetat untuk Penyaringan Nira Tebu
Sri Wahyu Murni dan Sri Sudarmi.

Fenomena dan Kecepatan Minimum (U_{mf}) Fluidisasi
Widayati.

Pemungutan Pektin dari Kulit dan Ampas Apel Secara Ekstraksi
Purwo Subagyo dan Zubaidi Achmad.

Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Asam padat (Nafion/SiO₂)
Mahreni dan Tutik Muji Setyoningrum.

EKSERGI

Majalah Eksergi terbit setahun dua kali pada bulan Juni dan Desember. Berisi tulisan yang disajikan sebagai laporan hasil penelitian dan kajian pustaka (review) berkaitan dengan ilmu dasar dan terapan di bidang Teknik Kimia. Susunan pengurus majalah Eksergi Prodi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Yogyakarta adalah sebagai berikut:

Penanggung Jawab	: Kaprodi Teknik Kimia
Ketua Redaksi	: Dr. Ir. Mahreni, MT
Sekretaris	: Dr. Adi Ilcham, ST, MT : Dr. Ir. H. Tjukup Marnoto, MT
Dewan Redaksi	: 1. Ir. Hj. Sri Sukadarti, MT 2. Prof. Dr. Ir. H. Supranto, SU 3. Dr. Y. Deddy Hermawan, ST, MT 4. Dr. Ir. Ramli Sitanggung, MT

Alamat Penyunting dan Tata Usaha: Prodi Teknik Kimia UPN "Veteran" Yogyakarta
Jl. SWK. 104 Lingkar Utara Condong catur Yogyakarta (55283). Telepon: (0274) 486889,
487154, Fax. (0274) 486889. Email: eksergi@gmail.com atau eksergi@yahoo.com.

Eksergi diterbitkan sejak Desember 1997 yang semula dikelola oleh Fakultas Teknologi Industri dan sejak bulan Januari 2007 pengelola diserahkan ke Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri berdasarkan surat perintah No: Sprint/13/I/2007.

Redaksi hanya menerima tulisan yang belum pernah diterbitkan dalam media/jurnal ilmiah lainnya.

KATA PENGANTAR

Jurnal Eksergi Vol. X, No. 2, Desember 2010 terbit dengan memuat 10 makalah dengan topik yang bervariasi. Dua makalah berkaitan dengan ekstraksi, satu makalah review, satu makalah teknologi partikel, dua makalah berkaitan dengan teknologi makanan, satu makalah preparasi membran dan satu makalah berkaitan dengan pemanfaatan limbah oli dan makalah lainnya berkaitan dengan pemanasan global.

Topik ekstraksi ditulis oleh Purwo Subagyo dan Harsa Pawignya, makalah review mengenai tantangan dan hambatan komersialisasi biodiesel ditulis oleh Mahreni. Topik teknologi partikel ditulis oleh Widayati dan topik yang berkaitan dengan teknologi bahan makanan ditulis oleh Wasir Nuri dan Danang Jaya. Preparasi membran untuk menyaring nira tebu ditulis oleh Sri Wahyu Murni dan makalah yang berkaitan dengan pemanfaatan limbah ditulis oleh Siswanti. Makalah yang mengupas mengenai pemanasan global ditulis oleh Biatna Dulbert.

Makalah di bidang energi membahas mengenai adopsi teknologi terbaru dalam upaya mengatasi tantangan komersialisasi biodiesel. Makalah preparasi membran membahas mengenai aplikasi membran untuk pemurnian nira tebu. Teknologi gelombang mikro merupakan teknologi relatif baru dalam industri proses dan dalam edisi ini teknologi gelombang mikro diaplikasikan dalam industri makanan. Untuk mendapatkan informasi selengkapnya dipersilahkan untuk membaca makalah yang dimuat di jurnal ini.

Berbagai topik yang dimuat dalam edisi ini semoga dapat menjadi informasi ilmiah yang bermanfaat. Kritik dan saran kami harapkan untuk meningkatkan kualitas baik isi maupun editorial jurnal ini.

Editor

DAFTAR ISI

Kata Pengantar	iii
Daftar Isi	iv
Standards, Practical Tools in Dealing with Climate Change Biatna Dulbert T and Ellia Kristiningrum.	1
Pembuatan Edible Film dari Tepung Jagung Danang Jaya dan Endang Sulistyawati.	5
Pengaruh Penambahan Oksidator Kalium Bichromat pada Pengambilan Minyak Laka Harsa Pawignya	11
Peluang dan Tantangan Komersialisasi Biodisel-Review Mahreni.	15
Pengaruh Penambahan Aditif Proses Daur Ulang Minyak Pelumas Bekas terhadap Sifat-sifat Fisis Siswanti.	27
Pengaruh Kadar Garam Dapur Terhadap Suhu Makanan yang Dimasak dengan Microwave Wasir Nuri.	32
Preparasi Membran Selulosa Asetat untuk Penyaringan Nira Tebu Sri Wahyu Murni dan Sri Sudarmi.	36
Fenomena dan Kecepatan Minimum (Umf) Fluidisasi Widayati.	42
Pemungutan Pektin dari Kulit dan Ampas Apel Secara Ekstraksi Purwo Subagyo dan Zubaidi Achmad.	47
Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Asam padat (Nafion/SiO ₂) Mahreni dan Tutik Muji Setyoningrum.	52

Produksi Biodisel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Asam padat (Nafion/SiO₂)

Mahreni dan Tutik Muji Setyoningrum
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri
Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Yogyakarta
Jln. Swk 104 Lingkar utara, Condongcatur, Yogyakarta, 55283.
Telp./Fax.: 0274 486 889. Email: mahreni_03@yahoo.com

Abstrak

Produksi biodisel dari minyak jelantah (*Waste Cooking Oil, WCO*) telah dilakukan menggunakan katalis ganda yaitu Nafion/SiO₂ sebagai katalis reaksi esterifikasi dan NaOH digunakan sebagai katalis transesterifikasi. Penelitian dilakukan melalui tiga tahap yaitu: sintesis katalis asam padat Nafion/SiO₂, sintesis biodisel menggunakan katalis tunggal NaOH dan sintesis biodisel menggunakan katalis (Nafion/SiO₂ dan NaOH). Katalis asam padat dibuat dari larutan Nafion 5% berat ditambah dengan (*Tetra Ethoxy Ortho Silicate, TEOS*) menggunakan metode sol-gel fasa larutan menghasilkan katalis padat Nafion/SiO₂. Selanjutnya katalis padat Nafion/SiO₂ diaplikasikan sebagai katalis reaksi esterifikasi. Kondisi reaksi esterifikasi pada temperature 75°C dan waktu reaksi tetap 45 menit. Reaksi dijalankan di dalam labu leher tiga dilengkapi dengan pengaduk, termometer dan pendingin balik. Hasil reaksi dipisahkan dan lapisan atas digunakan sebagai reaktan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis NaOH menghasilkan biodisel (FAME). Hasil analisis sifat fisika, yaitu viskositas, densitas dan titik nyala FAME yang dihasilkan sudah memenuhi standar persyaratan biodisel. Hasil karakterisasi secara kimia menunjukkan di dalam FAME terdapat lebih dari 6 macam metil ester menandakan bahwa FAME sudah terbentuk. Persentase biodisel yang dihasilkan dengan menggunakan katalis ganda lebih tinggi dibandingkan dengan menggunakan katalis tunggal membuktikan bahwa katalis asam padat mempunyai peranan penting dalam mengkonversi asam lemak bebas yang ada di dalam WCO.

Abstract

Production of biodisel from waste cooking oil (WCO) was performed using a double catalyst Nafion/SiO₂ as esterification catalyst and NaOH is used as transesterification catalyst. Study was conducted through three stages: as well as synthesis of Nafion/SiO₂ solid acid catalyst, the synthesis of biodisel using a single catalyst (NaOH) and the synthesis of biodisel using a catalyst (Nafion/SiO₂ and NaOH). Solid acid catalyst is made of Nafion 5 wt.% solution and the (*Tetra Ethoxy Ortho silicate, TEOS*) using solution phase sol-gel method to produce Nafion/SiO₂. Furthermore Nafion/SiO₂ was applied as esterification catalyst. Esterification reaction conditions at temperatures of 75°C and fixed reaction time of 45 minutes. The reaction is run at three-neck flask equipped with a stirrer, thermometer and cooling water. Products are separated and the upper layer is used as a reactant of transesterification reaction using NaOH catalyst and results biodisel (FAME). Result analysis of physical properties, ie viscosity, density and flash point FAME meets the standard requirements of biodisel. Chemical characterization in the FAME show there are more than six kinds of methyl esters indicate that FAME was formed. The percentage of biodisel that is produced by using dual catalyst is higher compared to using a single catalyst proved that the solid acid catalyst plays an important role in converting the free fatty acid in to ester in the WCO.

Keyword: *solid acid, heterogeneous catalyst, WCO, renewable energy, Nafion/SiO₂.*

I. Pendahuluan.

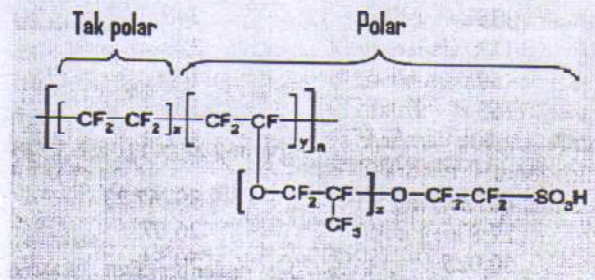
Biodisel dari minyak sawit segar atau minyak non makanan seperti minyak jarak sudah biasa dilakukan melalui reaksi transesterifikasi trigliserida yang ada di

dalam minyak atau lemak dengan alkohol rantai pendek dan bantuan katalis basa (NaOH, KOH dan Ca(OH)₂) (Phan & Phan, 2008). Katalis basa lebih disukai dibandingkan dengan katalis asam karena reaksi lebih cepat dan temperatur reaksi lebih rendah.

Biodiesel dari jelantah (*waste cooking oil, WCO*) belum banyak diteliti karena beberapa hal. Hambatan yang pertama adalah masalah bahan baku. Untuk mendapatkan bahan baku dalam jumlah banyak dan kontinyu tidak mudah dan memerlukan biaya transportasi untuk mengumpulkan WCO dari restoran, pabrik makanan dan lain lain memerlukan biaya yang cukup mahal. Akan tetapi memanfaatkan WCO sebagai produk yang lebih bermanfaat merupakan usaha yang penting untuk mengurangi beban pencemaran lingkungan oleh minyak bekas. Minyak apabila dibuang ke badan air akan membentuk lapisan dipermukaan air menyebabkan oksigen dari udara tidak dapat mendifusi ke dalam air dan hal ini menyebabkan mahluk hidup dan biota lain yang ada di dalam air kekurangan oksigen (Zhang et al, 2003). Hambatan yang kedua adalah kandungan asam lemak bebas (*free fatty acid, FFA*) di dalam minyak jelantah lebih tinggi dibandingkan dengan FFA di dalam minyak segar. Biasanya kandungan FFA lebih besar dari 1 % berat (Gui et al, 2008). Kandungan FFA dalam minyak sangat berpengaruh terhadap proses reaksi transesterifikasi minyak apabila menggunakan katalis basa. Karena FFA dalam minyak dan alkohol dengan adanya basa akan membentuk sabun (padat).

Campuran sabun, minyak dan alkohol ini membentuk emulsi yang dapat menghambat kecepatan reaksi transesterifikasi dan menimbulkan masalah pada proses pemisahan biodiesel dan gliserol (hasil reaksi). Minyak goreng bekas (WCO) mengandung asam lemak bebas cukup tinggi biasanya >1% berat (Patil et al, 2010). Asam lemak bebas ini dihasilkan oleh hasil oksidasi dan hidrolisis minyak menjadi asam. Reaksi pembentukan asam semakin besar dengan pemanasan yang tinggi dan waktu yang lama selama penggorengan

makanan. Asam lemak dapat menyumbat filter atau saringan dan menjadi korosi pada mesin diesel. Untuk menghilangkan FFA dari WCO, FFA harus dirubah menjadi ester dengan cara mereaksikan FFA dengan metanol menggunakan katalis asam (bukan basa), karena katalis basa dengan FFA dan methanol akan membentuk sabun. Produk biodiesel harus dimurnikan dari produk samping, gliserin, sabun, sisa metanol dan soda. Sisa soda yang ada pada biodiesel dapat menghidrolisa dan memecah biodiesel menjadi FFA yang kemudian terlarut dalam biodiesel itu sendiri. (<http://id.wikipedia.org/wiki/Biodiesel>). Pembentukan sabun juga dapat menghambat reaksi transesterifikasi trigliserida dengan alkohol karena sabun akan membentuk emulsi. Pembentukan emulsi juga akan menghambat pemisahan hasil reaksi FAME dan gliserol. Untuk mengatasi masalah tersebut, biodiesel dari WCO harus dilakukan melalui dua tahap reaksi yaitu reaksi esterifikasi asam lemak bebas dengan alkohol menjadi ester menggunakan katalis asam dan tahap selanjutnya reaksi transesterifikasi menggunakan katalis NaOH. Selama ini reaksi esterifikasi menggunakan katalis asam sulfat atau asam klorida (katalis homogen). Masalah menggunakan katalis homogen adalah sisa asam menyebabkan korosi peralatan dan asam (katalis) akan mencemari lingkungan. Asam padat adalah bahan padat bersifat asam seperti Nafion, SPEK, SPEEK, sering digunakan sebagai elektrolit padat di dalam sel elektrokimia. Nafion selama ini digunakan sebagai elektrolit pada sel bahan bakar hidrogen karena bersifat asam bronsted kuat. Rumus molekul Nafion ($C_7HF_{13}O_5SC_2F_4$). Struktur Nafion dapat dilihat pada Gambar 1. (Mahreni, 2010).

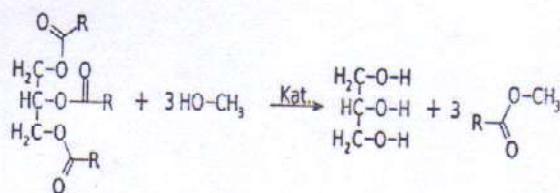


Gambar 1. Struktur Nafion.

Polimer Nafion terdiri dari rantai utama *tetrafluoroethylene* (CF_2-CF_2) bersifat hidropobik dan rantai cabang *perfluorosulfonic vinyl ether* (PSVE) pada ujungnya mengikat gugus SO_3H bersifat hidropilik dan bersifat konduktif terhadap proton. Dua sifat

hidropobik dan hidropilik berada dalam satu molekul Nafion merupakan sifat yang unik karena Nafion mempunyai gugus hidropobik yang dapat mengikat minyak dan juga mempunyai gugus hidropilik

yang dapat mengikat alkohol sehingga kedua molekul ini akan teradsorpsi di permukaan Nafion dan terjadi reaksi antara FFA dan alkohol di permukaan Nafion. Aktivitas katalisis Nafion dapat ditingkatkan dengan memperluas permukaan aktif Nafion dengan cara mendistribusikan molekul Nafion di permukaan SiO_2 . SiO_2 juga bersifat asam sehingga disamping berperan sebagai pendukung katalis (*support*) juga dapat meningkatkan keasaman katalis. Dalam penelitian uji aktifitas katalis dilakukan dengan mengaplikasikan Nafion/ SiO_2 sebagai katalis reaksi esterifikasi FFA dengan metanol.



Gambar 2. Reaksi transesterifikasi minyak dengan alkohol menghasilkan metil ester dan gliserol.

Dalam penelitian ini reaksi esterifikasi minyak jelantah dilakukan menggunakan katalis asam p (Nafion/ SiO_2) dengan tujuan agar pemisahan ke dan biodiesel dapat dilakukan dengan mudah tujuan kedua untuk menghemat biaya katalis ke katalis padat dapat diregenerasi (di daur ul Penelitian dilakukan melalui dua tahap yaitu t sintesis katalis padat (Nafion/ SiO_2) dan tahap k aplikasi katalis yang dihasilkan dalam re esterifikasi minyak jelantah dengan memvarias ratio katalis/minyak dan ratio alkohol/min Kualitas biodiesel yang dihasilkan dianalisis u mengetahui viskositas, densitas, dan titik ny Analisis secara kimia dilakukan mengguna kromatografi gas dengan tujuan menganalisis j dan kandungan metil ester di dalam biod (Enweremadu & Rutto, 2010). Hasil ana dibandingkan dengan sifat fisika dan kimia biod dari minyak segar. Penelitian yang telah dilaku oleh Enweremadu & Rutto menggunakan kat homogen ditampilkan oleh Tabel 1.

Tabel 1. Spesifikasi sifat fisika biodiesel dari minyak goreng segar, dari minyak goreng bekas (WCO) dan disel (fosil)

Karakteristik	Biodiesel dari minyak segar	Biodiesel dari WCO	Disel (fosil)
Densitas pada 40°C (kg/m ³)	870,6	876,08	807,3
Specipic Gravity pada suhu 15,5°C	0,887	0,893	0,825
Suhu distilasi 10% produk	324	343	165
50% produk	335	345	265
90% produk	312	320	345
Flash Point (°C)	159	160	53
Fire Point (°C)	165	164	58
Viskositas kenematik pada (40°C) (mm ² /s)	2,701	3,658	1,81
Nilai Kalor (kJ/kg)	40120,78	39767,23	42347,94
API gravity	27,83	26,87	39,51
Indek Cetan	50,025	50,54	56,21
Anilin Point (°C)	NA (tak ada data)	NA (tak ada data)	77,5

II. Metodologi.

2.1 Sintesis katalis asam padat (Nafion/ SiO_2).

Metode yang digunakan mengacu kepada metode sol-gel fasa larutan yang telah dilaporkan oleh (Mahreni et al, 2009). Bahan yang digunakan untuk sintesis Nafion/ SiO_2

adalah larutan Nafion 5% berat dalam pelarut I Propyl Alkohol (IPA). (DuPont), TEOS 96% ber (Merck) dan etanol 96 % berat (Merck). Bahan tersebut langsung digunakan tanpa pengolahan pendahuluan. Tahap pertama menguapkan pelar Nafion (IPA) sehingga menghasilkan Nafion pad (penguapan dilakukan di dalam lemari asam pac

suhu ruangan). Nafion padat dilarutkan kembali di dalam methanol sampai dengan konsentrasi Nafion sama dengan 5% berat. Larutan Nafion-metanol ditambah dengan aquadest sehingga didapatkan perbandingan mol TEOS: etanol:air sama dengan 1:4:4. Selanjutnya campuran Nafion-etanol-air diaduk sampai membentuk gel. Pengadukan dihentikan ketika gel semakin memadat dan susah diaduk. Gel yang terbentuk tidak berwarna (transparan) dikeringkan di dalam oven pada suhu 80° C untuk menguapkan sisa ethanol dan suhunya dinaikkan menjadi 120° C selama 2 jam, untuk menguapkan air dan menghasilkan katalis asam padat (Nafion/SiO₂).

2.2 Aplikasi katalis asam padat (Nafion/SiO₂) dalam reaksi esterifikasi minyak jelantah.

Bahan yang digunakan adalah minyak jelantah yang sudah disaring dengan kertas saring whatman 41. Metanol teknis (Merck), NaOH, asam padat (Nafion/SiO₂). Minyak jelantah dicampur dengan metanol dan katalis asam padat dengan perbandingan mol divariasi. Larutan dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin balik dan termometer dan alat pengambil sampel. Larutan dipanaskan pada suhu (75°C), diaduk selama 45 menit. Kemudian didinginkan dan larutan dibiarkan selama 24 jam sampai membentuk dua lapisan yang terpisah dengan jelas. Lapisan atas adalah metil ester (biodisel) dan lapisan bawah adalah gliserol dan katalis padat. Selanjutnya metil ester ditambah dengan metanol dan katalis basa (NaOH) dengan perbandingan NaOH/minyak sama dengan (0,7 % berat). Perlakukan reaksi sama dengan reaksi esterifikasi. Setelah reaksi selesai larutan didinginkan dan dilakukan pemisahan biodisel dan gliserol. Selanjutnya biodisel dicuci dengan air panas beberapa kali untuk memisahkan katalis yang masih ada di dalam biodisel.

2.3 Karakterisasi sifat fisika biodisel.

Sifat fisika yang dianalisis meliputi viskositas, densitas dan titik nyala. Pengukuran viskositas biodisel menggunakan metode ASTM D 445-79. Pengukuran densitas menggunakan piknometer dan pengukuran titik nyala menggunakan metode ASTM D 92-78.

2.4 Karakterisasi sifat kimia biodisel.

Karakterisasi sifat kimia dilakukan menggunakan GC (*Gas Chromatografi*). Komponen yang diamati adalah komponen hasil reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi yaitu metil ester. Analisis GC sangat penting dilakukan untuk membuktikan apakah katalis asam padat dapat berperan aktif sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi asam lemak bebas (FFA) yang ada di dalam minyak jelantah menghasilkan ester. Keberadaan

metil ester yang ada di dalam biodisel yang dihasilkan dapat menjadi indikator bahwa katalis asam padat dapat menggantikan peranan asam sulfat (katalis homogen).

III. Hasil dan Pembahasan.

3.1. Hasil katalis asam padat Nafion/SiO₂.

Perbandingan mol air/etanol/TEOS ditetapkan (4/4/1) dan berat Nafion divariasi dari 1-10 gram. Hasil penelitian sintesis asam padat menghasilkan material katalis transparan dengan perbandingan Nafion/TEOS dari (0,03 sampai dengan 0,15). Katalis yang dihasilkan digunakan sebagai katalis reaksi esterifikasi dan persentase biodisel dengan perbandingan Nafion yang berbeda ditampilkan pada Gambar 3. Katalis yang dihasilkan semua berwarna transparan (tembus cahaya) berbentuk partikel. Berdasarkan hasil analisis bahan komposit menggunakan TEM (Transmitter Electron Mycroscope) yang dilaporkan oleh (Mahreni et al, 2009) menyimpulkan bahwa struktur transparansi suatu bahan komposit berhubungan dengan kemampuan bahan meneruskan gelombang cahaya. Semakin bening suatu bahan kemampuan meneruskan cahaya semakin besar. Dismaping itu berhubungan juga dengan diameter partikel di dalam komposit. Semakin kecil diameter partikel suatu bahan komposit, kemampuan meneruskan cahaya pada panjang gelombang tertentu semakin besar (% transmitansi semakin besar). Persen transmitansi Nafion murni terhadap sinar UV-vis (panjang gelombang antara 200-700 nm) mendekati 95% dan komposit Nafion/SiO₂ dengan kandungan SiO₂ sampai dengan 15% mendekati 85% (Mahreni, 2009). Dalam penelitian ini sampel Nafion/SiO₂ tidak dianalisis menggunakan UV-Vis sehingga tidak dapat menentukan diameter partikel SiO₂ yang ada di dalam matrik Nafion tetapi dapat disimpulkan bahwa struktur material komposit yang dihasilkan adalah homogen. Homogenitas katalis merupakan sifat yang sangat penting untuk menjamin kecepatan reaksi agar homogen.

3.2. Perolehan biodisel dengan variasi kandungan Nafion.

Uji katalis dilakukan menggunakan minyak jelantah (26,58 g), berat metanol (13,661 g), waktu reaksi 45 menit dan temperatur reaksi 75°C. Variasi kandungan Nafion di dalam katalis Nafion/TEOS dari (0,03 - 0,15) % berat. Gambar 3 menunjukkan semakin besar kandungan Nafion di dalam katalis padat, maka % berat FAME (biodisel) yang dihasilkan semakin