



Preparasi Katalisator Berbasis Biochar dari Ampas Buah Merah untuk Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah

Puspa Rahmah^{1*}, Ahmad Tawfiequrrahman Y¹, dan Joko Wintoko¹

¹Departement of Chemical Engineering Faculty of Engineering, Universitas Gadjah Mada Jalan Grafika 2, Yogyakarta, 55281, Indonesia

*E-mail: pusparahmah@mail.ugm.ac.id

Abstract

*Biodiesel can be produced from plant and animal oils by transesterification reaction using homogeneous or heterogeneous catalysts. In this study, we prepare a biochar-based catalyst, as a heterogeneous catalyst, for transesterification of used cooking oil. The biochar was made by the pyrolysis of the solid waste from the oil extraction of Papuan red fruit (*Pandanus conoideus*). After the pyrolysis, the solid was immersed in KOH solution to provide the kalium in the produced biochar. The biochar was then sulfonated by H_2SO_4 5M for 15h at 120°C. Afterwards, the catalysts were characterized by BET for surface area measurement, FTIR for functional groups on the catalyst surface determination and XRD for successive crystallography characterization. The catalytic performance was studied by conducting transesterification of used cooking oil using methanol with the prepared biochar-based catalysts. The transesterification optimum conditions were found to be oil to methanol molar ratio of 1:15, temperature of 60°C, reaction time of 2 hours and the catalyst amount of 3% of the oil weight. Furthermore, the highest biodiesel yield was obtained by the catalyst prepared from biochar that was sulfonated with 5M H_2SO_4 solution.*

Keywords: Biochar; Heterogeneous Catalyst; Red Fruit Waste; Transesterification; Sulfonation

Pendahuluan

Perkembangan sumber energi alternatif dan terbarukan salah satunya adalah biodiesel. Biodiesel adalah bahan bakar alternatif mesin diesel yang diproduksi dari lemak atau minyak tumbuhan dan juga hewan melalui reaksi transesterifikasi. Transesterifikasi adalah suatu reaksi pembentukan ester dan gliserol dari lemak dengan penambahan metanol. Transesterifikasi tergolong sebagai reaksi kesetimbangan, dimana semakin katalis ditambahkan semakin cepat kesetimbangan tercapai. Dalam penelitian ini akan dikembangkan pembuatan katalis heterogen sebagai pengganti katalis homogen.

Penggunaan katalis homogen ternyata menimbulkan beberapa permasalahan baru, dimana banyak energi dan biaya yang dihabiskan dalam produksi biodiesel karena katalis yang sulit dipisahkan. Selain itu terjadi reaksi saponifikasi atau reaksi penyabunan. Oleh karena itu, pada penelitian dikembangkan katalis heterogen karena memiliki beberapa keuntungan yaitu laju reaksi yang cenderung lebih cepat, mudah dipisahkan katalis dari campuran reaksi dan katalis yang dapat digunakan kembali.

Penelitian pengembangan katalis heterogen ini telah banyak dilakukan sebelumnya. Seperti penelitian yang dilakukan oleh (Yu, Dehhoda and Ellis, 2011) menggunakan biomassa campuran limbah kayu untuk transesterifikasi pada minyak canola. Pada penelitiannya didapatkan hasil *biochar* yang optimum pada saat karbonisasi dengan suhu 675°C dengan perbandingan massa katalis dengan minyak 15:1 dan didapatkan hasil luas permukaan 640 m²/g. Penelitian lainnya (Hidayat *et al.*, 2015), yaitu pengembangan katalis biochar menggunakan tempurung kelapa pada transesterifikasi minyak sawit. Diperoleh hasil optimum perbandingan massa katalis dengan minyak 12:1, dengan jumlah katalis 7 wt% dan suhu reaksi transesterifikasi optimum pada 6°C.

Pengembangan katalis heterogen dari ampas buah merah ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi optimum terhadap karakterisasi katalis yang dihasilkan. Karakteristik katalis berupa luas permukaan, volume pori dan radius rata-rata pori. Selain itu pengembangan katalis heterogen ini untuk mengetahui kinerja penambahan katalisator pada reaksi transesterifikasi minyak jelantah dengan melihat hasil analisis angka asam.

Pada penelitian ini akan dikembangkan katalis heterogen dari *biochar*. Katalis *biochar* dibuat dari ampas buah merah dengan melakukan pirolisis terlebih dahulu. Setelah itu dilakukan perendaman menggunakan KOH 1,5N. Setelah itu dicuci dan dikeringkan. Kemudian dilanjutkan aktivasi sulfonasi menggunakan H_2SO_4 5M. Biochar yang sudah diaktivasi dengan H_2SO_4 siap digunakan sebagai katalis. Katalis digunakan untuk reaksi transesterifikasi minyak jelantah.



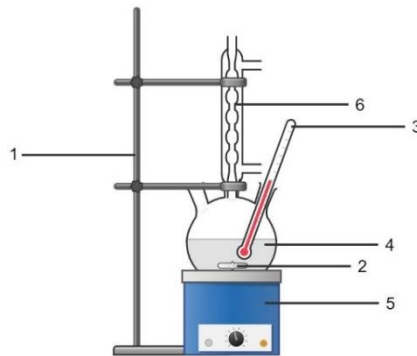
Metode Penelitian

Bahan Percobaan

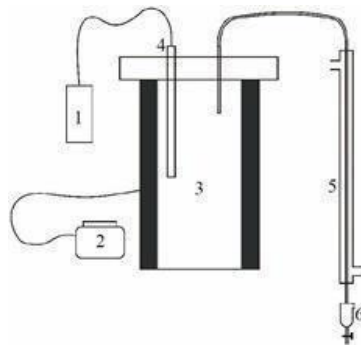
Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini yaitu *biochar* ampas buah merah. Bahan kimia yang digunakan pada proses aktivasi *biochar* yaitu *aquadest*, KOH dan H_2SO_4 . Bahan kimia yang digunakan pada proses analisis angka asam yaitu Asam Kalium Phtalat, KOH alkoholis, Dietil Eter, Alkohol dan indikator PP yang diperoleh dari Laboratorium Teknologi Minyak Bumi, Gas dan Batubara Departemen Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada.

Alat Percobaan

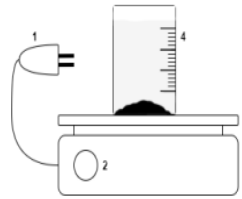
Pada penelitian ini terdapat beberapa alat yang digunakan. Oven digunakan untuk mengeringkan sampel biomassa. Lalu rangkaian alat pirolisis untuk mengubah biomassa menjadi *biochar*. Kemudian labu leher tiga digunakan untuk proses transesterifikasi, labu leher tiga ini pun lengkap terpasang dengan kondensor yang berfungsi sebagai pendingin karena pada labu leher tiga ini ditaruh di atas pemanas yaitu *hot plate* serta dipasangkan termometer sebagai indikator suhu serta magnetic stirrer untuk pengadukan larutan.



Gambar 1. Rangkaian Transesterifikasi (1) Klem dan statif (2) *Magnetic stirrer* (3) Termometer (4) Labu leher tiga (5) *Heating mantle* (6) Kondensor



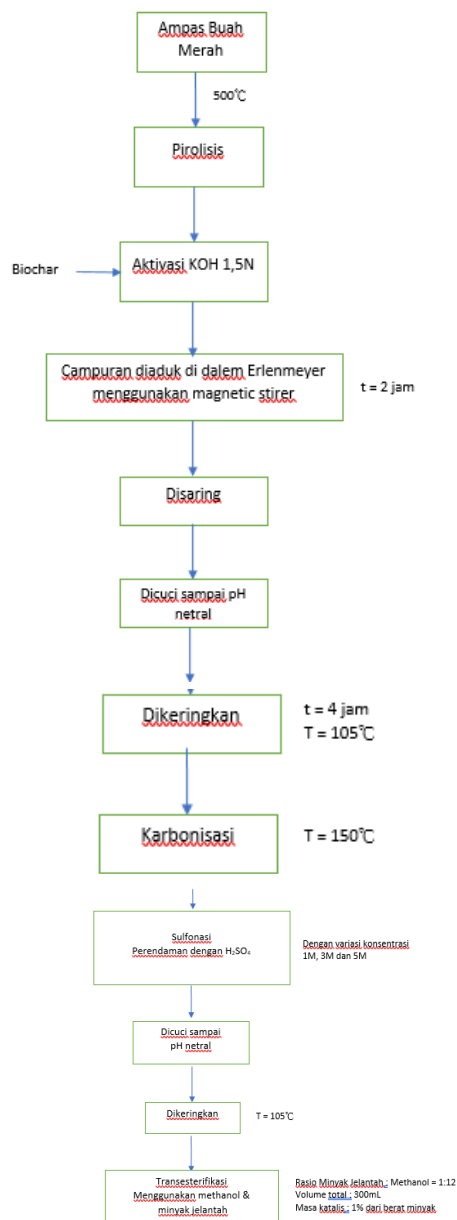
Gambar 2. Rangkaian pirolisis (1) *Temperature recorder* (2) Pengatur panas (3) Tabung Reaktor (4) *Thermocouple* (5) Kondensor (6) Distilat



Gambar 3. Rangkaian aktivasi asam sulfat (1) Steker (2) Tombol skala (3) *Hot plate stirrer* (4) *Beaker glass*

Prosedur percobaan

Diagram alir percobaan :



Preparasi Bahan Baku

Ampas buah merah yang memiliki bentuk seperti sekam pada berukuran kecil, sehingga tidak perlu dipotong untuk diperkecil. Ampas buah merah terlebih dahulu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 10°C untuk menghilangkan kandungan air agar tidak mengganggu jalannya proses pirolisis.

Proses Pirolisis

Ampas buah merah yang sudah dikeringkan selanjutnya ditimbang sebanyak 500 gram sebelum dimasukkan ke dalam alat pirolisis dengan suhu 50°C dengan waktu pirolisis 1 jam. Proses pirolisis dengan memanaskan ampas buah merah akan menghasilkan biochar. Sedangkan untuk produk bio-oil dan cairan dari kondensor ditampung dalam sebuah wadah.

Perendaman biochar dengan KOH

Biochar direndam dengan larutan KOH 1,5N sebanyak 150mL selama 2 jam. Kemudian biochar disaring menggunakan kertas saring dan mencuci sampai netral dengan aquades. Setelah itu biochar dikeringkan di dalam oven dengan suhu 10°C.

Karbonisasi dan Sulfonasi Biochar

Biochar yang sudah kering dikarbonisasi kembali selama 2 jam dengan suhu 65°C. Setelah itu biochar diaktivasi menggunakan larutan H₂SO₄ 5M dalam 500mL aquades. Setelah sulfonasi, sampel arang selanjutnya disebut dengan katalis. Katalis kemudian dicuci dengan aquades sampai pencucian menjadi netral. Setelah itu katalis yang sudah dicuci dikeringkan pada suhu 10°C.

Uji katalis pada proses transesterifikasi

Katalis yang sudah jadi akan digunakan untuk melakukan tahap transesterifikasi. Pertama-tama memanaskan minyak jelantah pada labu leher tiga sampai suhu 60°C. Setelah mencapai suhu yang diinginkan kemudian menuangkan campuran metanol dan katalis biochar sebanyak 1% (b/b) dari masa minyak ke dalam labu leher tiga yang berisikan minyak jelantah. Perbandingan untuk minyak jelantah dengan metanol adalah 1:12. Proses transesterifikasi berlangsung selama 1 jam. Setelah 1 jam reaksi, dipindahkan ke dalam corong pisah. Dekantasi sampai terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas adalah biodiesel dan lapisan bawah merupakan gliserol. Setelah dipisahkan dengan gliserol kemudian reaktan dicuci menggunakan aquades hangat. Setelah itu dipisahkan kembali lapisan atas dan bawahnya. Biodiesel di panaskan pada suhu 10°C untuk menghilangkan kadar airnya.

Hasil dan Pembahasan

Preparasi Katalis Biochar dan Karakterisasi

Pengujian katalis dengan metode Brunauer Emmett Teller (BET) menggunakan Quantachrome Nova-2000. Analisa ini dilakukan guna mengetahui luas permukaan aktif pada katalis sebelum diaktivasi oleh H₂SO₄ dan setelah diaktivasi H₂SO₄. Pemilihan konsentrasi aktivasi katalis menggunakan asam sulfat yaitu sebesar 5M. Pemilihan H₂SO₄ 5M sebagai zat aktivasi katalis karena apabila larutan H₂SO₄ konsentrasi yang digunakan lebih dari 5M, maka dapat merusak struktur dari karbon aktif yang ditandai dengan perubahan warna partikel (Khayoon dan Hameed, 2011). Karakteristik katalis karbon aktif yang diuji adalah ukuran pori, luas permukaan dan volume pori. Hasil karakterisasi BET katalis karbon aktif sebelum teraktivasi dan sesudah teraktivasi ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Karakterisasi BET Katalis

Uji BET	Katalis Karbon Aktif	
	Sebelum aktivasi	Setelah aktivasi
Luas Permukaan (m ² /g)	18,222	7,508
Volume pori (cc/g)	$3,326 \times 10^{-2}$	$2,255 \times 10^{-2}$
D-average (nm)	9,759	2,078

Diperoleh data dengan analisa BET menunjukkan luas permukaan aktif katalis karbon aktif sebelum diaktivasi menggunakan H₂SO₄ sebesar 18,222 m²/g dan luas permukaan aktif katalis karbon aktif setelah diaktivasi menggunakan H₂SO₄ sebesar 7,508 m²/g. Luas permukaan dan volume pori mengalami penurunan dari sebelum aktivasi dan setelah aktivasi. Hal ini disebabkan karena adanya gugus sulfur pada H₂SO₄ yang terserap dan menyebabkan oklusi situs aktif di dalam pori-pori pada permukaan karbon aktif (Khayoon dan Hameed, 2011). Ukuran rongga yang rapat dan kecil disebabkan oleh waktu proses aktivasi yang kurang lama dan suhu yang kurang tinggi, sehingga proses pembukaan pori kurang sempurna. Ukuran pori-pori ini mempengaruhi jumlah penyerapan H₂SO₄. Diperlukan suhu cukup tinggi untuk karbon aktif dengan larutan H₂SO₄ agar dapat mengaktivasi permukaan secara seragam dan untuk meningkatkan jumlah situs aktif yang dapat digunakan (Amelia dkk, 2013).

Aktifitas Katalis pada Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dilakukan pada temperature 6°C selama 60 menit, rasio mol minyak jelantah dengan metanol 1:12 dan jumlah katalis 1% (b/b) dari masa minyak. Transesterifikasi dengan katalis karbon aktif menghasilkan yield biodiesel masing-masing dengan variasi katalis teraktivasi asam sulfat 1M, 3M dan 5M sebesar 64,77%, 48,03% dan 29,15%. Penurunan yield biodiesel ini disebabkan semakin besar konsentrasi pada aktivasi

katalis, menyebabkan kinerja katalis kurang optimal. Katalis teraktivasi dengan konsentrasi besar dapat menyebabkan kerusakan struktur karbon (Khayoon dan Hameed, 2011). Uji katalis pada transesterifikasi minyak jelantah dianalisa dengan menghitung jumlah angka asam atau sering disebut dengan Analisa *Free Fatty Acid* (FFA). Pada Analisa FFA ini hanya digunakan variasi dari katalis yang teraktivasi dengan asam sulfat, yaitu katalis teraktivasi dengan konsentrasi asam sulfat 1M, 3M dan 5M. Dengan melakukan titrasi, dimana ditandai dengan berubahnya larutan menjadi tak berwarna. Didapatkan hasil seperti pada Tabel 2

Tabel 2. Hasil Analisa Angka Asam atau FFA

Sampel	Katalis teraktivasi asam sulfat	Kadar angka asam (%)
Minyak Jelantah	1M	0,098
Minyak Jelantah	3M	0,196
Minyak Jelantah	5M	0,295

Terlihat pada Tabel 2 bahwa angka asam menunjukkan hasil paling kecil saat transesterifikasi bereaksi dengan menggunakan katalis 1M. Semakin kecil konsentrasi aktivasi katalis, semakin kecil nilai angka asam yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena asam yang dimasukkan juga kecil. Apabila merujuk kepada standar angka asam BSN maka terdapat kesesuaian yaitu masih di dalam *range* angka asam 0-1.

Tabel 3. Ukuran percontoh pengujian (sumber : SNI Biodiesel 7182:2015)

Angka asam	Berat percontoh (+/- 10%,g)	Akurasi penimbangan (+/- g)
0-1	20	0,05
1-4	10	0,02
4-15	2,5	0,01
15-75	0,5	0,001
75 dst	0,1	0,0002

Kesimpulan

Pembuatan katalis karbon yang diaktivasi dengan H_2SO_4 telah dilakukan dan diuji kinerjanya pada reaksi transesterifikasi minyak jelantah. Aktivasi karbon dengan H_2SO_4 menurunkan luas permukaan dan volum pori katalis tetapi meningkatkan sedikit diameter pori. Uji katalis menggunakan BET menunjukkan luas permukaan katalis karbon yang telah diaktivasi menggunakan H_2SO_4 sebesar $7,508 m^2/g$. Pengujian kinerja katalis pada reaksi transesterifikasi minyak jelantah menunjukkan bahwa semakin kecil konsentrasi pada aktivasi katalis menggunakan asam sulfat maka semakin kecil nilai angka asam yang dihasilkan. Yield biodiesel tertinggi dihasilkan pada aktivasi katalis 1M yaitu 64,77%.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Departemen Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada yang telah menyediakan bahan baku dan alat untuk menjalankan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Amalia L, L.Hakim. Pemanfaat ampas buah merah untuk pembuatan dodol. *Jurnal Pertanian* 2015; 6(2): 92-97
- Amelia R, Pandapotan H, Purwanto. Pembuatan dan karakterisasi katalis karbon aktif tersulfonasi sebagai katalis ramah lingkungan pada proses hidrolisis biomassa. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri* 2013; 2(4): 146-156
- Hidayat, A., Rochmadi, Wijaya, K, Nurdiawati, A., Kurniawan, W., Hinode, H., Yoshikawa, K and Budiman, A. Esterification of palm fatty acid distillate with high amount of free fatty acids using coconut shell char based catalyst. *Energy Procedia* 2015; 75: 969-974
- Khayoon MS, Hameed BH. Acetylation of glycerol to biofuel additives over sulfated activated carbon catalyst. *Bioresource Technology*. Elsevier Ltd. 2011; 102(19): 9229-9235
- Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182 SNI Biodiesel 2015, SNI. Edited by Komite Teknis 27-04 Bioenergi Jakarta: BSN 2015
- Yu, J.T., Dekhoda, A.M. and Ellis, N. Development of biochar based catalyst for transesterification of canola oil. *Energi and Fuels* 2011; 25(1): 337-34