

## KARAKTERISASI BIODISEL DARI EKSTRAK MINYAK BIJI KARET BERKATALIS ZEOLIT DENGAN METODE GAS CHROMATOGRAPHY MASS SPECTROMETRY (GCMS)

*Characterization Of Biodiesel From Extract Crude Rubber Seed Oil Catalyst Zeolite With Mass Spectrometry (GCMS) Method*

**Pada Mulia Raja, Anju Juliman Tamba**

Program Studi Teknologi Pengolahan Hasil Perkebunan Sekolah Tinggi Ilmu Pertanian Agrobisnis Perkebunan, Medan

### ABSTRACT

*Biodiesel is a renewable alternative energy that can reduce the quantity of diesel oil consumption from non-renewable oil. The purpose of this research is biodiesel characteristic of rubber seed oil by using zeolite catalyst by Gas chromatography-mass spectrometry method. Stages in this research are extraction process, esterification and transesterification by using natural zeolite as catalyst. The result of analysis that has been done on the use of 1% catalyst yield 96,49% methyl ester with glycerol content 0,35%, catalyst 2,5% yield 94,69% methyl ester with glycerol content 0,67%, and at catalyst usage 3.5% yielded 97.50% methyl esters with a 0.08% glycerol content. When compared to SNI-7182-2006 quality standard on catalyst usage 3.5% of raw materials of methyl ester and glycerol content as well as testing the quality characteristics of biodiesel does not meet the standards*

*Keyword : Biodiesel, Catalyst, Extraction, Zeolite*

### PENDAHULUAN

Biji karet memiliki kandungan minyak nabati yang cukup banyak yaitu sekitar 45,63% (Ikuwagwu, et al 2000), sehingga layak dikaji sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel. (Kasmadi, 2011), FAME (Fatty acid methyl ester) adalah senyawa ester asam lemak yang dihasilkan dari proses transesterifikasi minyak (trigliserida) maupun esterifikasi asam lemak yang berasal dari minyak nabati atau hewani dengan alkohol rantai pendek. Proses produksi biodiesel dapat dilakukan melalui reaksi esterifikasi, proses ini dilakukan untuk mengurangi asam lemak bebas (free fatty acid) pada ekstrak minyak biji karet yaitu dengan mereaksikan ekstrak minyak limbah biji karet hasil preparasi dengan metanol dengan bantuan katalis  $H_2SO_4$ , kemudian dilanjutkan dengan metode reaksi transesterifikasi yaitu minyak atau lemak direaksikan dengan alkohol seperti metanol dengan bantuan katalis. Dari proses ini dihasilkan

glycerin dan methyl ester (Biodiesel). Katalis yang digunakan umumnya KOH atau NaOH yang tercampurkan secara baik dalam alkohol. Katalisator dibutuhkan guna meningkatkan daya larut saat reaksi berlangsung.

Pada penelitian ini proses biodiesel yang akan dilakukan adalah pembuatan biodiesel berbahan baku minyak biji karet dengan menggunakan katalis berbahan dasar batuan zeolit dengan menggunakan metode reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Pemilihan zeolit sebagai katalis dalam penelitian ini dikarenakan zeolit memiliki keuntungan dibandingkan dengan penggunaan KOH dan NaOH yaitu zeolit tidak bersifat korosif, tidak berbahaya bagi manusia, tidak sulit dipisahkan pada saat proses pencucian dan dapat dimanfaatkan secara berulang, selain itu dalam proses pembuatan biodiesel pada reaksi transesterifikasi batuan ini dapat mengurangi tingkat reaksi samping (penyabunan) yang lebih baik

daripada KOH dan NaOH pada saat terjadi reaksi. Zeolit juga memiliki sifat-sifat khusus seperti kemampuan menukar ion, heterogen dalam larutan, saringan molekul, dan memiliki luas permukaan yang besar.

### **METODE PENELITIAN**

Tahapan Penelitian

Ekstraksi Minyak Biji Karet

Prosedur kerja penelitian adalah :

1. Sampel biji karet diperoleh dari Perkebunan PTPN III Sarang Giting, Sumatera utara. Biji karet dikupas dari cangkangnya dengan memecahnya menggunakan palu. Biji karet yang telah dikupas dibersihkan dan dilakukan proses penjemuran selama 3 hari untuk mengurangi kadar airnya. Daging inti yang sudah kering kemudian dilakukan pengecilan ukuran dengan menggunakan mesin penepung Disk Mill Body Stainless Stell. Metode ekstraksi yang dilakukan adalah metode maserasi. Setelah dihasilkan serbuk biji karet maka sebanyak 4,5 kilogram biji karet dimasukkan kedalam wadah ekstraksi masing-masing 1,5 kilogram kedalam 3 wadah
2. Ditambahkan pelarut n-heksan dan etanol (80% : 20%) dengan perbandingan biji karet dengan pelarut adalah 1 : 2.
3. Wadah ekstraksi ditutup dengan rapat kemudian masukkan kedalam shaker untuk dilakukan proses penguncangan selama satu malam.
4. Disaring filtrat yang diperoleh kemudian didestilasi untuk

memisahkan pelarut dengan minyak.

5. dilakukan pengujian kadar asam lemak bebas pada minyak biji karet (Ketaren, 2008).

### **Aktivasi Katalis Zeolit**

Zeolit alam sebanyak 250 gram dimasukkan kedalam labu leher ukuran 500 ml, lalu ditambahkan dengan larutan HCl 37% sampai zeolit tersebut terendam. Diaduk dengan kecepatan 100 rpm selama 50 jam pada suhu 80 °C. Disaring dan kemudian residu tersebut dicuci dengan aquades. Setelah disaring, dimasukkan kedalam *furnace* dan dipijarkan (tanur) pada suhu 600 °C selama 4 jam [Sartoni, 2013]

### **Proses Reaksi Esterifikasi I**

1. Minyak biji karet diesterifikasikan asam lemaknya dengan metanol dan katalis  $H_2SO_4$  6N. Dimasukkan kedalam labu leher satu sebanyak 900ml minyak biji karet lalu ditambahkan metanol kering dengan perbandingan molar metanol dengan minyak 1 : 4 dan katalis  $H_2SO_4$  6N sebanyak 0,5% berat minyak.
2. Reaksi dijalankan menggunakan hotplate and stirrer dengan mempertahankan temperatur pada suhu luar 70°C selama 2 jam dan pendinginan menggunakan magnetic stirrer.
3. Setelah reaksi selesai, diamkan hingga temperatur stabil kemudian masukkan kedalam corong pemisah dan diamkan selama satu jam untuk melakukan proses pemisahan hingga terbentuk 2 lapisan.

4. Lapisan bawah dikeluarkan dari corong pemisah. Asam sulfat dinetralkan dalam campuran tersebut dengan menggunakan air, pisahkan lapisan air kemudian dipanaskan pada suhu 100°C.
5. Lakukan pengujian kadar asam lemak bebas pada ester yang dihasilkan.

#### Proses Reaksi Esterifikasi II

Minyak biji karet diesterifikasikan asam lemaknya dengan metanol dan katalis  $H_2SO_4$  98%.

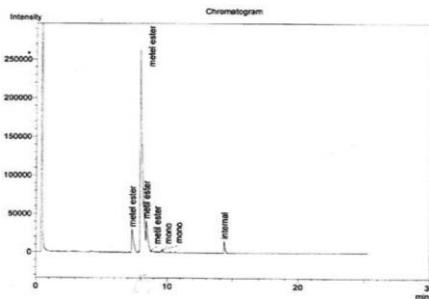
1. Masukkan kedalam labu leher satu sebanyak 550 ml hasil ester pada reaksi esterifikasi yang pertama lalu ditambahkan metanol kering dengan perbandingan molar metanol dengan minyak 1 : 6 dan katalis  $H_2SO_4$  98% sebanyak 0,5% berat minyak.
2. Jalankan reaksi menggunakan *hotplate* dan *stirrer* dengan mempertahankan temperatur pada suhu luar 70°C selama 2 jam dan pengadukan menggunakan magnetic stirrer.
3. Setelah reaksi selesai, diamkan hingga temperatur stabil kemudian masukkan kedalam corong pemisah dan diamkan selama satu jam untuk melakukan proses pemisahan hingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan bawah dikeluarkan dari corong pemisah.
4. Asam sulfat dinetralkan dalam campuran tersebut dengan menggunakan air, pisahkan lapisan air kemudian panaskan pada suhu 100°C.
5. Lakukan pengujian kadar asam lemak bebas pada ester yang dihasilkan.

#### Proses Reaksi Transesterifikasi

Perlakuan terbaik dari reaksi esterifikasi sebelumnya, kemudian dilanjutkan proses transesterifikasi.

1. Masukkan 50 ml hasil esterifikasi kedalam labu leher satu lalu tambahkan metanol kering dengan perbandingan molar metanol dengan minyak 1 : 6 dengan variasi katalis zeolit 1%, 2,5% dan 3% berat sampel. Jalankan reaksi menggunakan *hotplate* dan *stirrer* dengan mempertahankan temperatur pada suhu luar 80°C selama 3 jam dan pengadukan menggunakan magnetic stirrer.
2. Setelah proses transesterifikasi selesai, diamkan hingga temperatur stabil kemudian masukkan kedalam corong pemisah dan didiamkan selama satu jam untuk melakukan proses pengendapan setelah katalis zeolit mengendap pada lapisan bawah katalis dibuang kemudian selanjutnya didiamkan selama  $\pm 12$  jam, terbentuk dua lapisan yaitu lapisan atas metil ester dan lapisan bawah gliserol. Gliserol dipisahkan dari metil ester selanjutnya metil ester (biodiesel) yang diperoleh dilakukan pencucian untuk menghilangkan kandungan pengotor (katalis dan gliserol) dengan menambahkan aquades (30-40°C) kedalam sampel, terbentuk dua lapisan kemudian lapisan bawah dikeluarkan. Dilakukan





Gambar 4. GCMS Perlakuan Zeolit 3,5%

**Persentasi Kandungan Metil Ester Terhadap Tingkatan Variasi Katalis Zeolit**

Hasil analisa kandungan metil ester menggunakan bahan baku minyak biji karet dari tingkatan variasi katalis yang berbeda dapat dilihat dari gambar berikut:

Tabel 1 Kandungan Metil Ester

Perlakuan	Ulangan (%)		Total (%)	Rataan (%)
	I	II		
Katalis Zeolit 1%-b	96,006	96,982	192,988	96,49
Katalis Zeolit 2%-b	94,462	94,922	189,384	94,69
Katalis Zeolit 3%-b	97,596	97,409	195,005	97,50
Total	288,064	289,313	577,377	
Rataan	96,02	96,44		96,23

Berdasarkan tabel 1 diatas dapatdilihat bahwa rata-rata metil ester yang dihasilkan terhadap variasi katalis yaitu katalis Zeolit 1% sebesar 96%, katalis Zeolit 2,5% sebesar 95% dan katalis Zeolit 3,5% sebesar 98%. Kandungan metilester pada variasi katalis zeolit 1% dan 2,5 % berada dibawah perolehan standart biodiesel sedangkan pada variasi katalis zeolit 3,5 metil ester berada diatas perolehan standart biodiesel (Badan Standarisasi Nasional, 2006) yakni 96,50%. terhadap konsentrasi metil ester yang dihasilkan tidak terlalu jauh berbeda namun terjadi sedikit penurunan

konsentrasi metil ester yang dihasilkan pada penambahan katalis sebesar 2,5% dari berat sampel. Hal tersebut disebabkan karena pada zeolit terdapat unsur  $Na^+$  dimana ketika proses transesterifikasi berlangsung unsur  $Na^+$  akan berikatan dengan air sehingga membentuk senyawa NaOH yang menyebabkan penyabunan antara asam lemak bebas dengan kation alkali (Santoso, 2012), sehingga laju reaksi dan konversi metil ester yang dihasilkan menurun.

Pada penelitian yang telah dilakukan oleh (Kasmadi Imam Supardi, Dkk. 2011) terhadap proses reaksi transesterifikasi pada minyak biji karet dalam proses sintesis biodiesel dengan menggunakan katalis KOH 1,5% berat sampel, suhu 60°C, dan rasio volume metanol dengan minyak 1:3 selama 1 jam dihasilkan konsentrasi metil ester sebesar 90,4370%.

Sedangkan pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan katalis Zeolit 3,5% dari berat sampel dengan suhu tetap 70°C, dan rasio mol metanol dengan minyak 1 : 6 selama 3 jam dihasilkan konsentrasi metil ester yang meningkat yaitu sebesar 97,5028%.

**Persentasi Gliserol**

Senyawa gliserida dalam fatty acid metil ester disebabkan oleh konversi minyak nabati yang kurang sempurna selama proses transesterifikasi atau reaksi balik antara gliserol dan metil ester. Dalam AOCS (1993) disebutkan bahwa kadar gliserol total ditentukan setelah saponifikasi contoh. Prihandana et al. (2006) menjelaskan bahwa keberadaan gliserol sebagai produk samping pembuatan biodiesel dan sisa senyawa gliserida (mono-, di-, dan tri-) dapat membahayakan mesin diesel. Jika gliserol terlalu tinggi dalam biodiesel dapat menyebabkan

penyumbatan tangki penyimpanan bahan bakar dan mesin. Hasil analisa dapat dilihat dari tabel dibawah ini :

Tabel 2 Kandungan Gliserol

Perlakuan	Ulangan (%)		Total (%)	Rataan (%)
	I	II		
Katalis Zeolit 1%-b	0.4106	0.28	0.6906	0.35
Katalis Zeolit 2%-b	0.865	0.5349	1.3999	0.67
Katalis Zeolit 3%-b	0.08	-	-	0.08
Total	1.3641	0.8149	2.179	
Rataan	0.45	0.27		0.36

Berdasarkan tabel 2 diatas dapat dilihat bahwa rata-rata kandungan gliserol yang dihasilkan terhadap variasi katalis yaitu katalis Zeolit 1% sebesar 0,35%, katalis Zeolit 2,5% sebesar 0,67% dan katalis Zeolit 3,5% sebesar 0,08. Kandungan gliserol pada variasi katalis zeolit 1% dan 2,5 % berada dibawah perolehan standart biodiesel sedangkan pada variasi katalis zeolit 3,5 metil ester berada diatas perolehan standart biodiesel (Badan Standarisasi Nasional, 2006)0,25%.

Pada penelitian ini hubungan variasi katalis (1, 2,5, 3,5% berat sampel) terhadap kandungan gliserol yang dihasilkan tidak terlalu jauh berbeda namun terjadi sedikit peningkatan konsentrasi gliserol yang dihasilkan pada penambahan katalis sebesar 2,5% berat sampel. Kadar gliserol total biodiesel paling besar yaitu pada penggunaan konsentrasi katalis zeolit 2,5% berat sampel tingginya gliserol

total pada reaksi ini disebabkan terjadinya hidrolisis minyak (reaksi samping) yang menghasilkan gliserol. Kandungan gliserol total pada variasi katalis zeolit 1% dan 2,5 % berada dibawah perolehan standart mutu biodiesel, sedangkan pada variasi katalis zeolit 3,5% berat sampel kandungan gliserol telah memenuhi standart mutu biodiesel (Badan Standarisasi Nasional, 2006)0,25%.

**KESIMPULAN**

Hasil analisa yang telah dilakukan pada penggunaan katalis 1% menghasilkan 96,49% metil ester dengan kandungan gliserol 0,35% , katalis 2,5 % menghasilkan 94,69% metil ester dengan kandungan gliserol 0,67%, dan pada penggunaan katalis 3,5% menghasilkan 97,50% metil ester dengan kandungan gliserol 0,08% . Jika dibandingkan dengan standar mutu SNI-7182-2006 pada penggunaan katalis 3,5% bahan baku kadungan metil ester dan gliserol serta pengujian karakteristik mutu biodiesel tidak memenuhi standar.

**DAFTAR PUSTAKA**

AOCS (1993). Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society. AOCS, Champaign, Method Ca 5a-40, Cc 1-25, Cd 12b - 92, Cd 16-81, Ce 16-89.

Badan Standarisasi Nasional. SNI-04-7182- 2006. Standar Baku Mutu Biodiesel

Ikwuagwu O.E., O.E. Onogho, I.C. and Njoku, O.U. (2000). Production Of Biodiesel Using Rubber (*Have a Brasilienes*) Seed Oil. Industrial Crops and Product . Volume 12, Issue 1, Page 57-62

Kasmadi. Imam. (2011). "Sintesis Biodiesel dari Minyak Limbah Biji Karet Sebagai Sumber Energi Alternatif". Jurnal Manusia dan Lingkungan, Vol. 8, No. 1. Universitas Negeri Semarang, Semarang.

Ketaren, S. (2008). Minyak dan Lemak Pangan. Cetakan Pertama. Jakarta : Universitas Indonesia Press.

Prihandana, R. H, Hendroko, R., Nuramin, N., (2006) Menghasilkan Bio-diesel Murah, Penerbit Agromedia Pustaka, Jakarta

Sartoni, H., (2013), Biodiesel dari Limbah Ikan Baung dengan Katalis Padat H-Zeolit, Skripsi, Pekanbaru: Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, UR.

Simanjuntak. Jhonson. (2016). "Ekstraksi Minyak Biji Karet Dengan Menggunakan Bahan Pelarut Campuran N-Heksan Dan Etanol". Jurnal Agro Estate. Sekolah Tinggi Ilmu

Pertanian Agrobisnis Perkebunan. Medan.

Santoso, N., (2008), Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk Randu Melalui Proses Transesterifikasi dengan Menggunakan CaO Sebagai Katalis, Skripsi, Surabaya: Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, ITS