

OPTIMASI SUHU REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK JERAMI PADI (*Oryza sativa* L.) MENJADI BIODIESEL DENGAN MENGGUNAKAN KATALIS CaO DARI KULIT TELUR AYAM

TEMPERATURE OPTIMIZATION OF TRANSESTERIFICATION REACTION OF STRAW RICE OIL (*Oryza sativa* L.) TO FORM BIODIESEL WITH CaO CATALYST FROM CHICKEN EGG SKIN

Tasik Sinta¹, Daniel^{1*}, Chairul Saleh¹

¹ Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Mulawarman Samarinda

*Corresponding author: Daniel_trg08@yahoo.com

ABSTRACT

The research on optimization of transesterification temperature for production of biodiesel from rice straw oil (*Oryza sativa* L.) using CaO catalyst derived from the chicken egg skin has been conducted. Production of biodiesel was conducted at varied temperatures, namely 30°C, 40°C, 50°C, 60°C and 70°C. The fatty acid compositions of the transesterification products were determined by using GC-MS and the physical and chemical characteristics were determined using SNI Methods 04-7182-2006. The AAS result suggested that the chicken egg skin contained 91.41% CaO. The optimum transesterification temperature was 60°C producing 90,8405% methyl ester. The results of GC-MS showed that the highest percentage of fatty acid was methyl oleic (44.56%).

Keywords: Biodiesel, Transesterification, *Oryza sativa* L., Temperature.

PENDAHULUAN

Harga bahan bakar minyak yang terus meningkat dan cadangan minyak dunia yang semakin terbatas telah mendorong upaya untuk mendapatkan bahan bakar alternatif. Kebutuhan akan bahan bakar minyak (BBM) saat ini semakin meningkat karena BBM sudah merupakan kebutuhan umum bagi manusia. Hal ini membuat kuantitas minyak bumi pada lapisan bumi terus menipis akibat eksploitasi yang terus-menerus. Satu kelemahan dari minyak bumi adalah sifatnya yang tidak mudah diperbaharui, sehingga mendorong masyarakat untuk mencari sumber energi baru alternatif [1].

Biodiesel berasal dari minyak nabati yang dapat diperbarui dari penggunaannya memberikan banyak keunggulan, yaitu tidak memerlukan modifikasi mesin diesel yang telah ada, ramah lingkungan karena bersifat *biodegradable*, tidak beracun, emisi polutan berupa hidrokarbon yang tidak terbakar, CO, CO₂, SO₂ dan juga hasil pembakaran biodiesel yang lebih rendah dari pada solar, tidak memperparah efek rumah kaca karena siklus karbon yang terlibat pendek, kandungan energi petroleum diesel (80% dari kandungan petroleum diesel) dan penyimpanannya mudah karena titik nyalanya rendah [2].

Metode transesterifikasi dengan katalis dapat dilakukan dengan katalis basa heterogen seperti katalis CaO. Katalis CaO dapat dibuat

melalui proses kalsinasi CaCO₃, dimana satu sumber CaCO₃ yang mudah diperoleh disekitar kita adalah kulit telur. Kulit telur memiliki kandungan CaCO₃ (kalsium karbonat) sebanyak 94%, MgCO₃ (magnesium karbonat) sebanyak 1%, Ca₃(PO₄)₂ (kalsium fosfat) sebanyak 1% dan bahan-bahan organik sebanyak 4% [3].

Pada proses transesterifikasi pembuatan metil ester (biodiesel) dipengaruhi oleh beberapa faktor penting salah satunya adalah suhu. Pada pengaruh suhu, semakin tinggi temperatur, konversi yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka peneliti melakukan penelitian untuk melihat potensi jerami padi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dengan memvariasikan suhu menggunakan kulit telur ayam sebagai katalis basa heterogen, sehingga dapat menambah nilai ekonomis/nilai guna jerami padi yang selama ini sedikit dimanfaatkan.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah labu leher tiga, labu alas bulat, blender, seperangkat alat reflux, kondensor, *hot plate*, *furnace*, Erlenmeyer, gelas beaker, corong pisah, pipet volum, bulp, timbangan digital, corong kaca, corong Buchner, buret, penangas air, *magnetik*

stirrer, desikator, rotary evaporator, *Viscometer Ostwald*, piknometer, termometer, cawan porselen, oven, penangas air, tiang statif, *stopwatch*, Spektrofotometer GS-MS (*Gas Chromatography-Massa Spectrometer*), Spektrofotometer FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*).

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah jerami padi, n-heksan, Na_2SO_4 anhidrat, H_2SO_4 (p), indikator PP, indikator amilum, metanol p.a, etanol, kloroform, asam asetat glasial, KI 15%, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1020 N, KOH p.a, KOH 0,1 N, asam periodat, HCl 0,4980 N, aquadest, KOH alkoholik 0,5 N, pereaksi hanus.

Prosedur Penelitian

Ekstraksi Jerami Padi

Jerami padi digunting kecil-kecil kemudian diblender sampai halus. Selanjutnya diekstraksi dengan soklet menggunakan pelarut n-heksan. Minyak jerami padi dipisahkan dari pelarut menggunakan kertas saring setelah itu dipekatkan dengan menggunakan alat rotary evaporator. Minyak yang diperoleh disaring dengan menggunakan corong Buchner yang sudah berisi kertas whatman menggunakan pompa vakum kemudian ditimbang untuk mengetahui kadar minyak total dalam jerami padi. Diulangi perlakuan hingga minyak yang diperoleh cukup dan disimpan dalam botol kimia yang gelap untuk digunakan sebagai bahan baku proses transesterifikasi selanjutnya.

Proses Transesterifikasi Minyak Jerami Padi Penentuan Bilangan Asam Dari Minyak Jerami Padi (AOAC Cd 3d-63)

Dimasukkan 5 gram minyak ke dalam Erlenmeyer 250 mL, selanjutnya dilarutkan dengan 25 mL larutan etanol netral, ditambahkan 3 tetes larutan indikator PP, diaduk dan dititrasi dengan larutan standar KOH 0,1 N hingga terjadi perubahan warna menjadi merah jambu. Dicatat volume KOH yang digunakan dan tentukan bilangan asam (kadar ALB) melalui perhitungan.

Jika bilangan asamnya lebih kecil dari 1 % b/b maka proses transesterifikasi dapat langsung dilakukan dan jika lebih besar maka dilakukan tahap esterifikasi dengan katalis H_2SO_4 terlebih dahulu kemudian dilanjutkan dengan transesterifikasi [4].

Esterifikasi Minyak Jerami Padi dengan Katalis H_2SO_4

Dimasukkan 50 gram minyak ke dalam labu leher tiga, yang dihubungkan dengan alat pendingin bola yang dilengkapi dengan pengaduk

magnet dan es pendingin untuk labu. Kemudian sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*, ditambahkan campuran metanol dengan H_2SO_4 1% b/b secara perlahan-lahan dan direaksikan selama 120 menit pada suhu 60°C .

Transesterifikasi Minyak Jerami Padi dengan Katalis CaO

Hasil esterifikasi dimasukkan kembali ke dalam labu alas bulat, kemudian ditambahkan sebanyak 2% b/b katalis CaO dan metanol. Direfluks selama 120 menit pada suhu 30°C , 40°C , 50°C , 60°C , 70°C . Setelah transesterifikasi berakhir produk dimasukkan kedalam corong pisah lalu dibiarkan hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan dibawah dipisahkan dan lapisan atas (biodiesel) dicuci dengan aquades sampai bersih dari sisa katalis, gliserol, sisa metanol dan pengotor lainnya. Kemudian metil ester yang diperoleh ditambahkan Na_2SO_4 anhidrat dan didiamkan selama 12 jam kemudian disaring, lalu dilakukan uji fisika (kadar air, densitas dan viskositas), uji kimia (uji angka asam, bilangan iod, angka penyabunan, kadar gliserol, analisa GC-MS dan FT-IR).

Analisa Kualitas Produk

Penentuan Densitas (AOAC, 1995)

Piknometer dicuci dengan air kemudian dengan etanol dan dietil eter lalu dikeringkan dalam oven. Piknometer ditimbang kemudian diisi dengan aquades yang telah dididihkan dan bersuhu 40°C dihindari adanya gelembung-gelembung udara dan permukaan air diatur sampai penuh atau tanda tera. Piknometer dimasukkan kedalam penangas air pada suhu 40°C selama 30 menit. Suhu penangas air diperiksa dengan termometer. Apabila terdapat air di bagian luar maka keringkan dengan menggunakan kertas saring sampai benar-benar kering. Piknometer yang berisi aquades ditimbang. Piknometer dikosongkan dan dicuci dengan etanol dan dietil eter kemudian dikeringkan. Piknometer diisi dengan bahan yang akan diukur bobot jenisnya dan hindari terjadinya gelembung udara. Permukaan bahan diatur sampai tanda tera kemudian ditimbang. Densitas atau bobot jenis dihitung dengan rumus sebagai berikut:

Penentuan Viskositas

Viskometer diletakkan dalam thermostat dalam posisi vertikal. Dipipet sejumlah tertentu sampel kedalam reservoir A sehingga kalau cairan ini dibawa ke reservoir B dan permukaannya melewati garis m, reservoir A kira-kira masih terisi setengahnya. Viskometer dibiarkan dan

isinya dalam termosat selama 10 menit untuk mencapai suhu yang dikehendaki. Dengan menghisap atau meniup bawa cairan ke B sampai sedikit diatas garis m. Cairan dibiarkan mengalir secara bebas. Catat waktu yang diperlukan cairan yang mengalir dari m ke n, hal ini dilakukan beberapa kali. Hal yang sama dilakukan untuk cairan pembanding menggunakan air suling dengan viskometer yang sama.

Analisa Kadar Air (SNI-01-3555-1998)

Ditimbang dengan teliti sampel seberat 5 gram kedalam cawan porselen kemudian dimasukkan kedalam oven pada suhu $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ selama 60 menit. Selanjutnya sampel didinginkan dalam desikator sampai suhu kamar dan ditimbang.

Uji Sifat Kimia Biodiesel

Terhadap biodiesel yang diperoleh dilakukan uji sifat kimia yang dilakukan dengan menentukan bilangan asam seperti pada prosedur 3.4.3.1, bilangan iod, bilangan ester, analisa menggunakan GC-MS dan FT-IR.

Penentuan Bilangan Iod (AOAC, 1995)

Minyak yang telah disaring ditimbang sebanyak $\pm 0,25$ gram didalam Erlenmeyer 500 mL, lalu dilarutkan dengan 10 mL kloroform atau tetraklorida dan ditambahkan dengan 25 mL pereaksi hanus. Semua bahan di atas dicampur merata dan disimpan di dalam ruangan gelap selama satu jam. Sebagian iodium akan dibebaskan dari larutan. Setelah penyimpanan kedalamnya ditambahkan 10 mL larutan KI 15% sambil terus dikocok. Selanjutnya aquades yang telah dididihkan ditambahkan sebanyak 100 mL. Iod yang dibebaskan kemudian dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1020 N sampai larutan tersebut berwarna kekuning-kuningan. Selanjutnya ditambahkan 1-2 mL indikator amilum dan dititrasi kembali dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1020 N sampai larutan menjadi jernih. Blanko dibuat dengan cara yang sama tanpa menggunakan minyak.

Bilangan Iod

$$= \frac{(V \text{ blanko} - V \text{ sampel}) \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,691}{m \text{ sampel}}$$

Penentuan Bilangan Penyabunan (AOAC Cd 3-25)

Pembuatan blanko

Diisi labu penyabunan dengan beberapa batu didih lalu ditambahkan 5 mL etanol dan 25 mL KOH 0,5 N, refluks dengan hati-hati diatas penangas air mendidih selama 1 jam. Setelah

larutan mendidih, diamkan larutan hingga menjadi dingin. Lepaskan kondensor refluks, ditambahkan 5 tetes indikator PP, titrasi dengan HCl 0,4980 N sampai diperoleh perubahan warna.

Pengujian sampel

Ditimbang contoh 4 gram $\pm 0,05$ gram dan masukkan kedalam labu. Didihkan dengan hati-hati, ditambahkan 25 mL larutan KOH 0,5 N dalam alkohol dan beberapa potong batu didih, kemudian biarkan larutan menjadi dingin. Lepaskan kondensor refluks, ditambahkan 5 tetes indikator PP, titrasi dengan HCl 0,4980 N sampai diperoleh perubahan warna.

$$E = \frac{5,61 (V_1 - V_0) N \text{ HCl}}{m}$$

Penentuan Analisis Kadar Gliserol Total (FBI-A02-03)

Analisis Kadar Gliserol Total

Ditimbang 9,9-10,1 $\pm 0,01$ gram contoh biodiesel kedalam sebuah labu Erlenmeyer kemudian ditambahkan 100 mL larutan KOH alkoholik. Disambungkan labu dengan kondensor berpendingin udara dan didihkan isi labu perlahan selama 30 menit untuk mensaponifikasi ester-ester.

Ditambahkan 91 $\pm 0,2$ mL kloroform kemudian tambahkan 25 mL asam asetat glasial. Dilepaskan kondensor dan pindahkan isi labu saponifikasi secara kuantitatif kedalam labu takar dengan menggunakan 500 mL aquades sebagai pembilas. Setelah itu ditutup rapat labu takar dan kocok isinya kuat-kuat selama 30-60 detik. Ditambahkan aquades sampai garis batas takar, tutup lagi labu rapat-rapat dan campurkan hasilnya dengan membolak-balikkan sampai terbentuk 2 lapisan.

Dipipet masing-masing 6 mL larutan asam periodat kedalam Erlenmeyer. Dipipet 100 mL lapisan polar kedalam labu Erlenmeyer berisi larutan asam periodat dan kemudian kocok Erlenmeyer ini perlahan supaya isinya tercampur baik. Sesudah itu ditutup Erlenmeyer dengan plastik hitam dan biarkan selama 30 menit. Ditambahkan 3 mL larutan KI, dicampurkan dengan pengocokan perlahan dan kemudian biarkan selama 1 menit (tetapi tidak boleh lebih dari 5 menit) sebelum dititrasi. Dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat yang sudah distandarisasi. Diteruskan titrasi sampai warna coklat iodium hampir hilang. Setelah ini tercapai, ditambahkan 2 mL larutan indikator pati dan

teruskan dititrasi sampai warna biru kompleks iodium-pati hilang. Dicatat volume natrium tiosulfat yang digunakan.

Perhitungan :

Hitung kadar gliserol total (G_{tit} , %-b dengan rumus:

$$G_{\text{tit}}(\text{\%-b}) = \frac{2,302 (B-C) N}{W}$$

Kadar Metil Ester (FBI-A-03-03)

Metil ester dalam contoh biodiesel dapat ditentukan melalui perhitungan setelah diperoleh kadar gliserol total, bilangan penyabunan dan bilangan asam. Kadar metil ester dihitung dengan rumus:

$$\text{Kadar Metil Ester} = \frac{100 \times (bs - ba - 18,29 GT)}{bs}$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Adapun sifat fisika dan kimia dari minyak jerami padi adalah sebagai berikut :

Tabel 1. Sifat fisika dan kimia minyak jerami padi

No.	Sifat Fisik Dan Kimia	Suhu 30°C	Suhu 40°C	Suhu 50°C	Suhu 60°C	Suhu 70°C
1.	Bilangan Asam (mg KOH/g minyak)	0,7550	0,7537	0,6992	0,6699	0,7264
2.	Bilangan Iod (g iod/100 g minyak)	106,6894	106,6682	106,6045	106,4737	106,3887
3.	Bilangan Penyabunan (mg KOH/g minyak)	57,9580	54,3567	52,4892	50,7647	50,7019
4.	Kadar Gliserol Total (%)	0,2563	0,2549	0,2295	0,2176	0,2325
5.	Kadar Metil Ester (%)	90,6092	90,0365	90,6709	90,8405	90,1802
6.	Kadar Air (% b/b)	0,0685	0,0647	0,0545	0,0498	0,0595
7.	Viskositas (mm ² /s (cst))	4,4246	4,3598	4,3106	4,2438	4,1969
8.	Densitas (gr/mL)	0,8866	0,8846	0,8841	0,8834	0,8822

(Hasil Penelitian.2016)

Berdasarkan sifat fisika dan kimia minyak jerami padi pada tabel 4.1, maka hasil reaksi transesterifikasi pada minyak jerami padi didapatkan suhu optimum yaitu suhu 60°C.

Transesterifikasi Minyak Jerami Padi dengan Katalis CaO

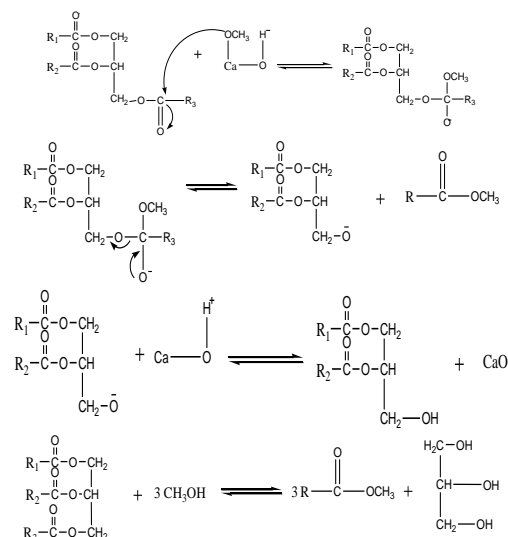
Pada penelitian ini proses pembuatan biodiesel dari minyak jerami padi dilakukan dengan menggunakan katalis heterogen dari kulit telur ayam yaitu katalis CaO 2% b/b dengan jenis alkohol yang digunakan adalah metanol dan memvariasikan suhu reaksi transesterifikasi yaitu 30°C, 40°C, 50°C, 60°C dan 70°C untuk dapat mengetahui kondisi optimum dalam pembentukan metil ester. Metil ester yang diperoleh dari hasil

esterifikasi kemudian di refluks dengan katalis CaO dan metanol (perbandingan rasio molar metanol dan minyak 6:1) selama 2 jam dengan berbagai variasi suhu. Pada penelitian ini memanfaatkan kulit telur ayam sebagai sumber katalis CaO karena memiliki sifat mudah dipisahkan dari campuran reaksi sehingga dapat digunakan kembali.

Setelah proses transesterifikasi berlangsung selama 2 jam, maka minyak kemudian dimasukkan kedalam corong pisah dan ditunggu sampai terbentuk 2 fasa secara sempurna, dimana fasa atas adalah metil ester dan fasa bawah adalah

gliserol. Setelah metil ester (biodiesel) dipisahkan dari gliserol, selanjutnya dilakukan pencucian terhadap metil ester untuk mendapatkan metil ester yang lebih murni. Pencucian metil ester menggunakan akuadest untuk menghilangkan sisa gliserol, sabun, katalis dan metanol. Dalam proses pencucian dikontrol dengan menggunakan pH universal hingga menunjukkan pH 7 (netral) agar tidak ada lagi sisa-sisa katalis basa heterogen pada biodiesel. Kemudian biodiesel disaring menggunakan kertas saring yang sudah diberi Na_2SO_4 anhidrat didalamnya agar dapat menarik air yang kemungkinan masih tersisa pada biodiesel.

Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO :



Gambar 1. Reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis CaO [5].

Tabel 2. Komposisi asam lemak penyusun biodiesel Dari Minyak Jerami Padi

Peak	Nama Ester	Waktu Retensi	Konsentrasi (%)
1.	Metil Palmitat	37,650	17,98
2.	Metil Linoleat	40,900	29,74
3.	Metil Oleat	41,108	44,56
4.	Metil Stearat	41,642	7,72

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, maka kesimpulannya sebagai berikut :

1. Berdasarkan uji pada reaksi transesterifikasi minyak jerami padi (*Oryza sativa* L.) untuk menghasilkan metil ester (biodiesel) dengan menggunakan katalis CaO , maka suhu yang optimum adalah pada suhu 60°C .
2. Kualitas fisik dan kimia metil ester (biodiesel) yang dihasilkan dari minyak jerami padi pada suhu 30°C , 40°C , 50°C , 60°C dan 70°C adalah pada bilangan asam sebesar 0,7550; 0,7537; 0,6992; 0,6699 dan 0,7264 (mg KOH/g minyak), kadar asam lemak bebas sebesar 0,3795; 0,3788; 0,3515; 0,3567; 0,3651 (%), bilangan iod sebesar 106,6894; 106,6682; 106,6045; 106,4737 dan 106,3887 (g iod/100 g minyak), kadar air sebesar 0,0685; 0,0647; 0,0545; 0,0498 dan 0,0595 (%), densitas sebesar 0,8866; 0,8846; 0,8841; 0,8834; 0,8822 (g/mL), dan viskositas sebesar 4,4246; 4,3598; 4,3106; 4,2438; 4,1969 (cSt).

SARAN

Sebaiknya dilakukan penelitian selanjutnya dengan mengembangkan proses pembuatan metil ester dari sampel jerami padi dengan menggunakan katalis CaO berdasarkan variasi

waktu sehingga dapat diketahui waktu yang cocok dalam pembuatan metil ester dalam memperoleh persen konversi biodiesel yang lebih besar dan kualitas biodiesel yang lebih baik.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Simamora. 2008. *Manajemen Sumber Daya Manusia*. Bandung: Alfabeta.
- [2] Tickell, J. 2000. *From The Fryer To The Fuel Tank: The Complete Guide to Using Vegetable Oil as an Alternative Fuel, 3rd*. Tallahassee : Tickell Energy Consulting.
- [3] Stadelman, W.J. 2000. Eggs and Egg Products. In: Francis, F.J. (Ed.), *Encyclopedia of Food Science and Technology, 2nd ed.*, John Wiley and Sons, New York, 593-599.
- [4] Ramadhani, S. 2012. *Pengaruh Berat Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit dalam Pemanfaatannya Sebagai Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Karet (Hevea brasiliensis)*. Samarinda: Universitas Mulawarman.
- [5] Hue, L. 2007. *Reaksi Transesterifikasi Dengan Katalis CaO* . Medan: Univesitas Sumatera Utara.