



**SINTESIS KATALIS HETEROGEN  $MgO-SiO_2$  SEKAM PADI DENGAN  
METODE SOL-GEL DAN APLIKASINYA PADA REAKSI  
TRANSESTERIFIKASI MINYAK KELAPA**

Kamisah D. Pandiangandan dan Wasinton Simanjuntak

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung  
Jl. Sumantri Brojonegoro No 1 Gedung Meneng Bandar Lampung 35144  
Surel : kamisahdelilawati@yahoo.com

**ABSTRACT**

In this research, heterogeneous catalyst  $MgO/SiO_2$  has been synthesized from rice husk by sol-gel method, with the main purpose to investigate the effect of weight ratio of  $MgO$  to  $SiO_2$  from rice husk. Catalyst was prepared with a ratio of  $MgO$  to  $SiO_2$  varied 1:1 1:2 1:3 1:4, 1:5 and 1:10. Catalyst activity was tested in the transesterification reaction of coconut oil with methanol. Optimum condition was reached in  $MgO/SiO_2$  ratio 1:5 respectively to perform the transesterification process at temperature  $60\text{ }^\circ\text{C}$  for 30 minutes.

Keywords : coconut oil, heterogeneous catalyst, rice husk, transesterification,

**PENDAHULUAN**

Penggunaan katalis sangat penting, baik dalam industri kimia maupun untuk menunjang keberlangsungan kehidupan makhluk hidup. Hampir semua proses industri pembuatan bahan kimia menggunakan katalis untuk pembentukan produk tertentu dengan melakukan reaksi pada suhu yang lebih rendah sehingga mengurangi biaya energi. Katalis adalah zat yang meningkatkan laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi dengan cara menyediakan alternatif jalur reaksi. Katalis dapat bereaksi untuk membentuk intermediet dengan reaktan dan akan ditemukan kembali dalam langkah berikutnya sehingga tidak dikonsumsi dalam reaksi (Chang, 2010).

Katalis diklasifikasikan menjadi 2 jenis yakni katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen yakni jika fase katalis sama dengan fase reaktan dan fase produk reaksi, paling umum reaktan, katalis dan produk dalam bentuk fase cair berada dalam larutan. Katalis ini memiliki keunggulan antara lain aktivitas dan selektivitasnya tinggi, tidak mudah teracuni oleh keberadaan pengotor, mudah dioperasikan dan mudah dimodifikasi. Sedangkan kelemahannya adalah sulit dipisahkan dari campuran reaksi, kurang stabil pada suhu tinggi. Katalis heterogen memiliki fase yang berbeda dengan

reaktan atau produk reaksi, misalnya katalis berupa padatan dalam reaksi gas. Jika dibandingkan dengan katalis homogen, katalis heterogen memiliki kelebihan antara lain kestabilan termalnya relatif tinggi sehingga dapat digunakan untuk reaksi yang memerlukan suhu tinggi, kemudahan pemisahan katalis dari campuran reaksi karena reaktan dan produk mempunyai katalis yang berbeda dengan katalis, dan katalis mudah diregenerasi (Moffat, 1990; Frenzer and Maier, 2006).

Katalis heterogen terdiri dari dua komponen utama, yaitu situs aktif (dopan) dan penyangga. Situs aktif berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi dan mengarahkan reaksi ke arah produk yang diinginkan. Penyangga yang umumnya merupakan zat padat berpori berfungsi sebagai wadah untuk distribusi situs aktif sehingga katalis mempunyai luas permukaan yang lebih besar. Selain dari dua komponen tersebut, hal penting lainnya yang perlu diperhatikan pada pembuatan katalis heterogen adalah metode preparasi yang dilakukan misalnya dengan cara impregnasi, interkalasi, sol gel dan lain-lain.

Pada pembuatan katalis heterogen, dopan dibuat dari logam atau oksida logam baik dari logam golongan utama maupun transisi melalui serangkaian proses aktivasi yang dilakukan akan mendapatkan situs aktif pada katalis. Sedangkan penyangga katalis heterogen juga merupakan komponen yang sangat penting karena akan berfungsi sebagai wadah untuk distribusi gugus aktif katalis. Salah satu material yang umum digunakan sebagai penyangga katalis heterogen adalah silika. Sumber silika yang umumnya berasal dari senyawa alkoksida logam transisi dan silikon alkoksida ( $\text{Si}(\text{OR})_4$ ), seperti tetra etil ortho silikat (TEOS) dan tetra metil ortho silikat (TMOS), dan *fume silica* (Tomiyama *et al.*, 2003; Barrault *et al.*, 2002). Alkoksida logam banyak dimanfaatkan karena adanya gugus OR yang bersifat sangat elektronegatif, sehingga mampu menstabilkan logam pada tingkat oksida yang paling tinggi.

Salah satu kendala terkait dengan bahan baku silika tersebut adalah harganya yang mahal, sehingga pencarian sumber lain yang lebih ekonomis masih sangat diperlukan. Salah satu sumber silika yang potensial untuk dimanfaatkan adalah sekam padi karena sekam padi diketahui mengandung komponen organik dan anorganik. Komponen organik utama dalam sekam adalah 33-44% selulosa, 19-47% lignin, 17-26% hemiselulosa, 3,03% protein, dan 1,18% lemak (Hartono dkk., 2002). Komponen

anorganik sekam adalah abu dengan kandungan berkisar antara 13-30% dan di dalam abu tersebut terkandung silika yang cukup tinggi, berkisar antara 87-97% (Della *et al.*, 2002; Harsono, 2002). Daifullah *et al.*, (2002) dengan menggunakan metode standar ASTM:D-3172-73, melaporkan bahwa dalam sekam padi terdapat bahan volatil 64,3%, senyawaan karbon 15,9% dan abu 19,8%.

Pada penelitian sebelumnya telah berhasil diekstraksi silika dari sekam padi (Pandiangan dkk, 2009) dengan metode presipitasi menggunakan larutan alkalis. Silika yang berasal dari sekam padi ini telah dimanfaatkan sebagai penyangga alternatif pada pembuatan katalis heterogen berbasis sekam padi yakni Fe-silika (Pandiangan, 2008), Ti – silika dan Ni – silika (Pandiangan dkk, 2010). Secara umum katalis heterogen yang telah disintesis umumnya mempunyai aktivitas pada reaksi esterifikasi dan transesterifikasi minyak kelapa baik dengan menggunakan metanol (Pandiangan dkk, 2010) maupun dimetil karbonat (Pandiangan and Simanjuntak, 2013).

Oleh karena uji aktivitas yang dilakukan pada beberapa katalis heterogen berbasis silika sekam padi sebelumnya khususnya pada reaksi transesterifikasi masih kurang memuaskan, maka pada penelitian ini sebagai dopan untuk situs aktif katalis dicobakan logam yang lain yakni Mg untuk sintesis katalis heterogen MgO-silika sekam padi. Sintesis katalis MgO/SiO<sub>2</sub> dilakukan dengan cara sol gel. Metode sol gel mempunyai kelebihan yakni prosesnya sederhana, mempunyai homogenitas yang tinggi, dapat mengontrol ukuran dan morfologi partikel, dapat dilakukan pada suhu rendah (Jarza *et.al*, 1999)

## **METODE**

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi, KOH, NaOH, HNO<sub>3</sub>, magnesium nitrat heksahidrat Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, akuades, metanol dan minyak kelapa.

Sintesis katalis MgO/SiO<sub>2</sub> dilakukan dengan metode sol gel dengan terlebih dahulu melakukan mengesktraksi silika dari sekam padi untuk digunakan sebagai penyangga katalis MgO/SiO<sub>2</sub>.

### **Ekstraksi silika sekam padi**

Sebelum dilakukan ekstraksi silika dari sekam padi, sekam terlebih dahulu dibersihkan dengan cara dipisahkan dari merangnya selanjutnya direndam dalam air

panas selama 2 jam, disaring kemudian dibilas kembali dengan air panas lalu dikeringkan. Ke dalam 50 g sekam padi yang telah bersih ditambahkan 500 mL KOH 1,5% kemudian dipanaskan hingga mendidih selama 30 menit, didinginkan dan didiamkan selama 24 jam kemudian disaring dan filtrat yang mengandung silika terlarut ditampung. Silika diendapkan dengan menambahkan larutan HNO<sub>3</sub> 10% secara bertahap hingga pembentukan gel silika berhenti, dibiarkan selama 24 jam, dicuci hingga warna gel menjadi putih kemudian dikeringkan.

### **Preparasi katalis MgO/SiO<sub>2</sub> dengan metode sol gel**

Sol silika disiapkan dengan menambahkan 600 mL NaOH 5% pada 20 gram serbuk silika hasil ekstraksi, diaduk dengan magnetic stirer selama 3 jam dengan wadah tertutup tanpa pemanasan hingga terbentuk sol silika. Selanjutnya ke dalam sol silika tersebut ditambahkan dopan MgO yang dibuat dengan cara melarutkan sejumlah Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dalam akuades sesuai komposisi yang diinginkan. Sintesis dilakukan dengan komposisi MgO/SiO<sub>2</sub> bervariasi 1:1; 1:2; 1:3; 1:4; 1:5 dan 1:10. Campuran distirer selama 3 jam hingga terbentuk larutan magnesium silikat kemudian ditambahkan larutan HNO<sub>3</sub> % secara perlahan hingga larutan silikat hingga terbentuk gel selanjutnya didiamkan kemudian disaring dan dicuci dengan akuades panas, gel dikeringkan dalam oven kemudian digerus untuk mendapatkan serbuk magnesium silikat. Serbuk dikalsinasi pada 700°C selama 3 jam

### **Uji aktivitas katalis**

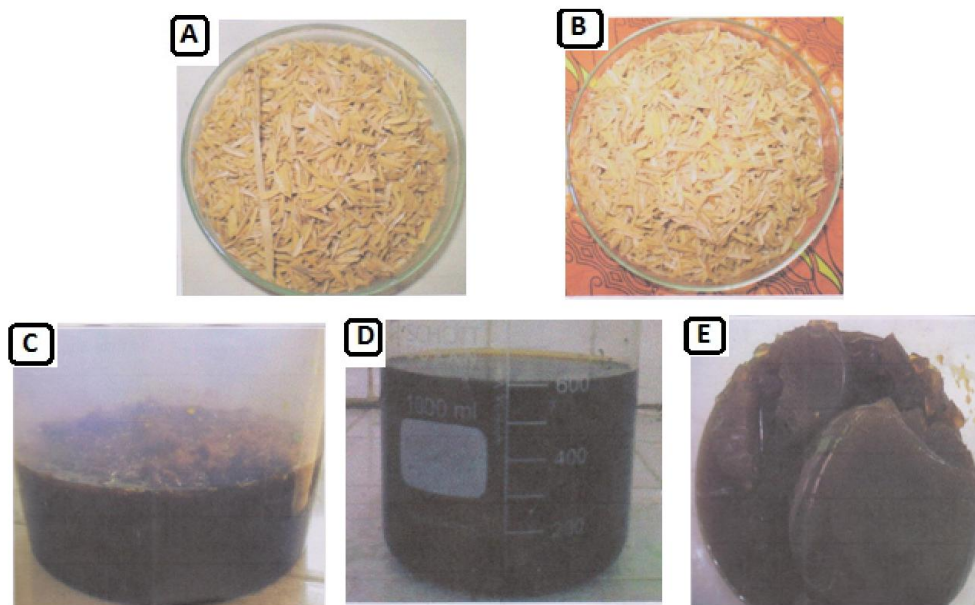
Untuk mengevaluasi unjuk kerjanya, masing-masing katalis MgO/SiO<sub>2</sub> diujicobakan pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan fokus kajian pengaruh nisbah katalis terhadap minyak kelapa, suhu dan waktu transesterifikasi.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Ekstraksi silika dari sekam padi**

Ekstraksi silika sekam padi diawali dengan memisahkan sekam dari merangnya kemudian dibersihkan hingga terbebas dari pengotor organik yang larut dalam air. Kemudian silika diekstraksi secara metode sol gel menggunakan larutan KOH 1,5% dan HNO<sub>3</sub> 10% sebagai zat untuk mengatur pH pembentukan gel silika. Campuran kemudian disaring untuk memisahkan filtrat yang mengandung silika (sol silika), yang biasa juga disebut sebagai filtrat kalium silikat. Filtrat ini merupakan larutan kental,

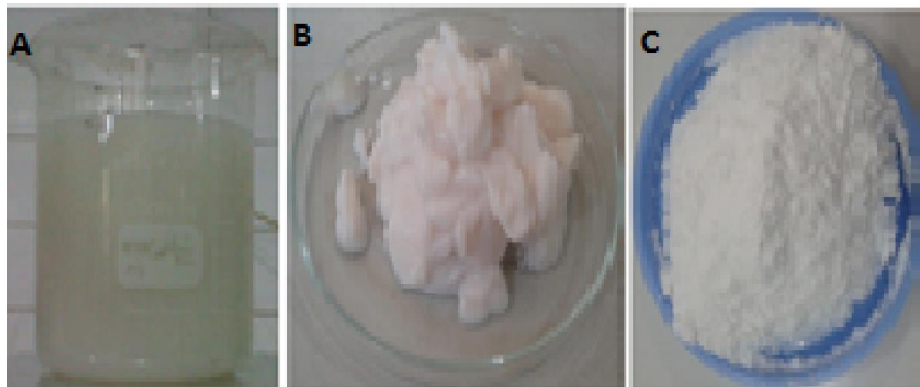
berwarna coklat kehitaman. Ekstraksi silika dengan KOH didasarkan pada kelarutan silika yang besar dalam larutan alkalis, dimana silika berada dalam bentuk ion silikat ( $\text{SiO}_3^{2-}$ ). Selanjutnya, ion silikat tersebut akan berikatan dengan ion logam alkali dan membentuk garam alkali silikat terlarut. Dalam larutan KOH, silika akan membentuk garam kalium silikat ( $\text{K}_2\text{SiO}_3$ ) yang merupakan prekursor pembentukan gel silika (Nuryono dan Narsito, 2004). Rangkaian hasil ekstraksi dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Rangkaian hasil ekstraksi silika dari sekam padi: (A) sekam awal (B) sekam yang sudah bersih (C) ekstraksi sekam padi dengan KOH 1,5% (D) filtrat silika (E) gel silika sekam padi

### Sintesis katalis $\text{MgO}/\text{SiO}_2$ dengan metode sol gel

Preparasi katalis  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$  dilakukan dengan metode sol gel. Sol silika disiapkan terlebih dahulu dengan menambahkan 600 mL NaOH 5% pada 20 gram serbuk silika hasil ekstraksi, diaduk dengan magnetic stirer selama 3 jam dengan wadah tertutup tanpa pemanasan. Larutan dopan MgO disiapkan dengan cara melarutkan sejumlah  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam akuades sesuai komposisi yang diinginkan. Sintesis dilakukan dengan komposisi  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$  bervariasi 1:1; 1:2; 1:3; 1:4; 1:5 dan 1:10. Katalis yang disintesis divariasikan berdasarkan perbandingan  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$ , hal ini dimaksudkan untuk mengetahui pengaruh nisbah komposisi katalis terhadap aktivitas katalis. Rangkaian hasil sintesis katalis dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Sintesis katalis  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$  dengan metode sol gel (A) sol silika yang telah ditambahkan larutan dopan (B) gel  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$  (C) serbuk  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$

#### Uji aktivitas katalis $\text{MgO}/\text{SiO}_2$

Masing-masing katalis hasil sintesis digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan metanol dengan perbandingan 1 : 4 dengan jumlah katalis sebanyak 5% dari berat sampel minyak kelapa. Percobaan dilakukan dengan cara merefluks semua campuran pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 30 menit didinginkan selama 24 jam kemudian disaring untuk memisahkan katalis dari produk reaksi. Pemisahan dimungkinkan karena katalis  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$  berbeda fase dengan zat-zat yang terlibat dalam proses transesterifikasi. Filtrat ditampung, kemudian dipisahkan antara sisa reaktan dengan produk reaksi berupa biodiesel. Pemisahan ini dapat dilakukan karena adanya pemisahan fase setelah filtrat didiamkan. Volume biodiesel yang dihasilkan diukur untuk menghitung nilai konversi yang mampu dicapai oleh katalis  $\text{MgO}/\text{SiO}_2$  seperti ditunjukkan pada Tabel 1 berikut ini.

Tabel 1. Pengaruh komposisi katalis terhadap hasil transesterifikasi minyak kelapa

No.	Perbandingan MgO:SiO <sub>2</sub>	% konversi
1	1 : 1	67,21
2	1 : 2	69,03
3	1 : 3	76,29
4	1 : 4	58,13
5	<b>1 : 5</b>	<b>78,11</b>
6	1 : 10	58,13

Berdasarkan data pada Tabel 1 dapat dikatakan bahwa katalis terbaik pada proses transesterifikasi minyak kelapa adalah MgO/SiO<sub>2</sub> dengan perbandingan **1:5**.

Katalis MgO/SiO<sub>2</sub> dengan perbandingan 1:5 selanjutnya digunakan untuk menentukan suhu reaksi terbaik. Kondisi percobaan dibuat dengan suhu reaksi bervariasi yakni 50, 60 dan 70°C, berdasarkan volume biodiesel yang dihasilkan maka dapat ditentukan suhu transesterifikasi terbaik.. Hasil percobaan disajikan pada Tabel 2 berikut:

Tabel 2. Pengaruh suhu reaksi terhadap hasil transesterifikasi minyak kelapa

No.	Suhu reaksi (°C)	% konversi
1	50	Tidak terkonversi
2	<b>60</b>	<b>80,84</b>
3	70	79,02

Berdasarkan data Tabel 2 diketahui bahwa suhu berpengaruh pada aktivitas katalis khususnya pada proses transesterifikasi minyak kelapa. Ketika suhu masih rendah (50°C) minyak kelapa belum mampu diubah menjadi ester/biodiesel setelah reaksi dilakukan selama waktu 30 menit. Berdasarkan percobaan maka dapat dikatakan suhu terbaik untuk tahapan ini adalah 60°C dengan nilai konversi yang dicapai adalah 80,84%.

Berdasarkan hasil yang telah dicapai pada percobaan sebelumnya maka evaluasi terhadap variabel reaksi yang lain juga dilakukan yakni waktu reaksi. Percobaan dikondisikan tetap dengan bervariasi waktu reaksi yaitu 30, 60 dan 90 menit. Hasil percobaan disajikan pada Tabel 3 berikut:

Tabel 3. Pengaruh waktu reaksi terhadap hasil transesterifikasi minyak kelapa

No.	Waktu reaksi (menit)	% konversi
1	30	<b>80,84</b>
2	60	79,93
3	90	79,02

Dari hasil percobaan yang telah dipaparkan, dapat disimpulkan bahwa kondisi terbaik proses transesterifikasi minyak kelapa oleh katalis  $\text{MgO/SiO}_2$  adalah menggunakan katalis dengan perbandingan  $\text{MgO/SiO}_2$  1:5, pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Dengan capaian konversi minyak kelapa menjadi biodiesel sekitar 80%.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diperoleh maka dapat diambil kesimpulan yakni:

1. Sintesis katalis  $\text{MgO/SiO}_2$  dapat dilakukan dengan metode sol gel.
2. Katalis  $\text{MgO/SiO}_2$  terbaik adalah katalis dengan perbandingan komposisi  $\text{MgO/SiO}_2$  adalah 1:5.
3. Kondisi terbaik transesterifikasi minyak kelapa adalah menggunakan katalis  $\text{MgO/SiO}_2$  dengan perbandingan 1:5 sebanyak 5% dari berat minyak kelapa dengan nisbah minyak terhadap metanol 1:4, dilakukan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 30 menit.

## DAFTAR PUSTAKA

- Barrault, J., Pouilloux, Y., Clacens, J. M., Vanhove, C., Bancquart, S. 2002. Catalysis and fine chemistry, *Catalysis Today*, 75, 177–181.
- Chang, R. .2010. Chemistry, Tenth Edition, Published by McGraw-Hill, Pp 594 -599
- Daifullah, A. A. M., Girgis. B. S., Gad, H. M. H. 2002. *Utilization of Agro-Residues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans*. Material Letters. 57. pp 1723-1731.
- Della, V. P., I. Kuhn, D. Hotza. 2002. *Rice Husk Ash an Alternative Source for Active Silica Production*. Materials Letters, 57. pp 818-821.



- Frenzer, G and Maier, W. F. 2006. Amorphorous Pours Mixed Oxides : Sol-Gel Ways to a Highly Versatile Class of Materials and Catalysts. *Annual Review of Materials Reseach*. 36. pp 281-331.
- Harsono, H. 2002. *Pembuatan Silika Amorf dari Silika Sekam Padi*. Jurnal Ilmu Dasar. 3. pp. 98-103.
- Jarza, A.U., Damian, A., Maruszewski, K., Halina, P and Wieslaw, S. 1999. Advantages of Sol-gel Technologies for Biomedical Application. Proc. SPIE3567, Optical and Imaging Techniques for Biomonitoring IV, 50, doi:10.1117/12.339188.
- Moffat, J. B. 1990. *Theoretical Aspects of Heterogeneous Catalysis*. New York: Van Nostrand Reinhold.
- Nuryono dan Narsito. 2004. Sintesis Silika Gel dari Abu Sekam Padi dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Paraquat. *J. Indo. Chem.* 2(2). Pp 107-112.
- Pandiangan, K.D. 2008. Pembuatan Katalis Heterogen Silika-Fe dengan Metode Sol-Gel dan Karakterisasinya. *Jurnal Sains MIPA*. 14. No.3. pp.198-204.
- Pandiangan, K.D., Simanjuntak, W, Irwan, G.S., dan Novesar J. 2009. Lembaga Penelitian Universitas Lampung. 30 Desember 2009. *Metode Ekstraksi Silika dari Sekam Padi*. P00200900776.
- Pandiangan, K.D., Simanjuntak, W, Irwan, G.S., dan Soni, S. 2010. Studi Pendahuluan Transesterifikasi Minyak Kelapa dengan Katalis Ti-silika dan Ni-silika sebagai Langkah Awal Pengembangan Teknologi Produksi Biodiesel dengan Katalis Heterogen. *Prosiding Seminar Sains dan Teknologi III, Universitas Lampung*, Hal : 249 – 257.
- Pandiangan, K.D. and Simanjuntak, W. 2013. Transesterification of Coconut Oil using Dimethyl Carbonate and TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Heterogenous Catalyst. *J. Indo. Chem.* 13(1). Pp 47-52.
- Tomiyama, S., Takahashi, R., Sato, S., Sodesawa, T., Yoshida, S. 2003. Preparation of Ni/SiO<sub>2</sub> Catalyst with High Thermal Stability for CO<sub>2</sub>-reforming of CH<sub>4</sub>. *Applied CatalystA: General*. 241. pp. 349-361.