

## PENGARUH KONSENTRASI, WAKTU, PENGADUKAN DAN JUMLAH KATALIS TERHADAP *YIELD* BIODIESEL DARI MINYAK DEDAK PADI

Robiah<sup>1)</sup>, Netty Herawati<sup>1)</sup> dan Asty Khoiriyah<sup>2)</sup>

<sup>1,2)</sup>Dosen Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Palembang

<sup>3)</sup>Mahasiswa S1 Teknik Kimia Universitas Muhammadiyah Palembang

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brodjonegoro No. 1 Bandar Lampung 35145

Surel: superrobiah@yahoo.com

### ABSTRACT

Fossil fuels is currently experiencing scarcity, while the rice bran as raw materials has not been optimally used. The high content of free fatty acids (FFA) and triglycerides on rice bran can be converted into Fatty Acid methyl Ester (biodiesel) by esterification and transesterification process. This study aimed to investigate the effect of operating conditions (ratio of FFA: Methanol, operation time, stirring and concentration ratio of the catalyst) on *yield* and the obtained data can be used for references in future studies. Esterification method was used to produces methyl ester (biodiesel) and continued with transesterification process. The variables studied in the esterification process was the ratio of FFA: methanol (1: 4-1: 7), stirring of 100, 200 and 300 rpm, and the operation time of 1-5 hours. Transesterification reaction was studied with NaOH concentration as a catalyst (1-4% w/w). The results showed 91.7 % *yield* obtained on ratio of FFA / methanol 1: 7, stirring 200 rpm and reaction time of 5 hours on esterification process. In the transesterification process produced an optimum *yield* of 55% on addition of 4% v NaOH and stirring 200 rpm.

Keywords : biodiesel, esterification, rice bran, transesterification.

### ABSTRAK

Bahan bakar minyak saat ini begitu langka, sedangkan bahan baku yaitu dedak padi yang belum dioptimalkan manfaatnya. Kandungan asam lemak bebas (Free Fatty Acid (FFA) yang tinggi dan trigeserida menyebabkan minyak dedak padi dapat dikonversi menjadi Fatty Acid Methyl Ester (biodiesel) dengan proses esterifikasi dan transesterifikasi. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh kondisi operasi (perbandingan FFA/Metanol, waktu operasi, pengadukan dan perbandingan konsentrasi katalis) terhadap *yield* yang dihasilkan dan dari data-data yang diperoleh dapat dimanfaatkan untuk referensi pada penelitian-penelitian selanjutnya. Metode yang dilakukan untuk pembuatan metil ester (biodiesel) dalam penelitian ini adalah esterifikasi kemudian dilanjutkan dengan transesterifikasi, variabel yang dipelajari pada esterifikasi adalah perbandingan FFA/Metanol (1:4 s.d 1:7), pengadukan (100, 200 dan 300 rpm) dan waktu operasi (1 s.d 5 jam). Sedangkan pada transesterifikasi variabel yang dipelajari adalah penambahan konsentrasi katalis NaOH (1 s.d 4%v). Dalam penelitian ini, pada proses esterifikasi *yield* terbaik yang dihasilkan yaitu mencapai 91,7% *yield*, didapat pada kondisi perbandingan FFA/Metanol 1:7, pengadukan 200 rpm serta waktu reaksi 5 jam, dan pada proses transesterifikasi *yield* optimum yang



dihasilkan adalah 55% *yield* dengan kondisi penambahan 4% v NaOH dan pengadukan 200 rpm.

Kata kunci : biodiesel, dedak padi, esterifikasi, transesterifikasi.

## PENDAHULUAN

Ketersediaan minyak mentah yang berasal dari fosil terus berkurang sedangkan jumlah konsumsinya terus meningkat setiap tahunnya, sehingga perlu dicari alternatif bahan bakar lain, terutama dari bahan yang terbarukan, diantaranya biodiesel. Biodiesel adalah bahan bakar diesel terdiri dari rantai alkil pendek (metil atau etil) ester, merupakan turunan dari minyak/lemak tumbuhan atau hewan sebagai bahan bakar diesel alternatif yang *renewable* (dapat diperbarui), bersifat ramah lingkungan karena *biodegradable* (dapat teruraikan), *nontoxic*, dan rendah emisi (Zhang, 2003), dapat dibuat melalui proses esterifikasi, transesterifikasi, atau esterifikasi-transesterifikasi dengan alkohol (alkoholisis). Salah satu bahan dari minyak nabati yang dapat dibuat biodiesel adalah minyak dedak padi. Di Indonesia sendiri beras merupakan bahan makanan pokok, dengan demikian sangat mudah mendapatkan produk samping penggilingan padi yaitu dedak sebagai bahan bakunya. Lipase dalam dedak padi mengakibatkan kandungan asam lemak bebas minyak mentah dedak padi lebih tinggi dibanding minyak mentah lain sehingga dapat digunakan sebagai *edible oil* (Yi-hsu *et al.*, 2003).

Penelitian ini sendiri akan mempelajari bagaimana pengaruh perbandingan methanol dan dedak padi pada proses esterifikasi, serta pengaruh waktu reaksi, jumlah putaran pengadukan dan konsentrasi katalis pada proses transesterifikasi, terhadap *yield* yang dihasilkan.



Minyak dedak padi yang mengandung FFA yang tinggi sehingga memerlukan tahapan proses yaitu esterifikasi dan dilanjutkan dengan proses transesterifikasi. Oleh karena itu permasalahan yang dihadapi dalam penelitian ini adalah bagaimana pengaruh perbandingan FFA/methanol, waktu reaksi, jumlah katalis, dan jumlah putaran pengadukan yang ditetapkan terhadap jumlah *yield* yang didapat. Serta membandingkan biodisel yang dihasilkan dengan standar nasional biodisel yang ada.

Penelitian ini adalah memanfaatkan produk samping penggilingan padi yang berupa dedak untuk menghasilkan bahan bakar alternatif yaitu biodisel. Selain itu juga meningkatkan nilai ekonomis dedak padi sebagai bahan bakunya. Serta dari data-data proses yang diperoleh dapat dimanfaatkan sebagai acuan dalam penelitian-penelitian selanjutnya.

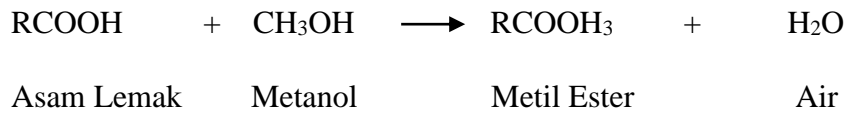
Biodiesel merupakan monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku. Transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti methanol atau etanol (pada saat ini sebagian besar produksi biodiesel menggunakan metanol) menghasilkan metil ester asam lemak (Fatty Acids Methyl Esters / FAME) atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping. Katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa/alkali, biasanya digunakan natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH). Esterifikasi adalah proses yang mereaksikan asam lemak bebas (FFA) dengan alkohol rantai pendek (metanol atau etanol) menghasilkan metil ester asam lemak (FAME) dan air. Katalis yang digunakan

untuk reaksi esterifikasi adalah asam, biasanya asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) atau asam klorida (HCl). Berdasarkan kandungan FFA dalam minyak nabati maka proses pembuatan biodiesel secara komersial dibedakan menjadi dua yaitu : esterifikasi dengan katalis asam ( umumnya menggunakan asam sulfat atau asam klorida ) untuk minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi dilanjutkan dengan transesterifikasi dengan katalis basa. Transesterifikasi dengan katalis basa (sebagian besar menggunakan kalium hidroksida) untuk bahan baku refined oil atau minyak nabati dengan kandungan FFA rendah.

Pada minyak nabati dengan kandungan asam lemak bebas yang tinggi  $> 5 \%$  disarankan menggunakan katalis asam (Freedman *et al.*, 1984; Fukuda *et al.*, 2001), karena lebih ditujukan terjadi proses esterifikasi, dimana proses diharapkan terjadi reaksi antara *Free Fatty Acids* (FFA) dan methanol membentuk ester dan air. Sedangkan minyak dengan kandungan asam lemak bebas yang rendah ( $FFA < 5 \%$ ), lebih efektif menggunakan katalis basa (Ma & Hanna, 1999), karena proses lebih diarahkan terjadi reaksi transesterifikasi, dimana trigliserida akan bereaksi dengan metanol menghasilkan ester dan gliserol.

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah zat berkarakter asam kuat, dan karena ini, asam sulfat, asam klorida dan asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial (Van *et al.*, 2004). Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada temperatur rendah (misalnya paling tinggi  $120^\circ C$ ), reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebihan (biasanya lebih besar dari 10 kali nisbah stoikhiometrik) dan air produk ikutan reaksi harus disingkirkan dari fasa reaksi, yaitu fasa minyak. Melalui kombinasi-kombinasi

yang tepat dari kondisi-kondisi reaksi dan metode penyingkiran air, konversi sempurna asam-asam lemak ke ester metilnya dapat dituntaskan dalam waktu 1 sampai beberapa jam. Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi metil ester adalah :



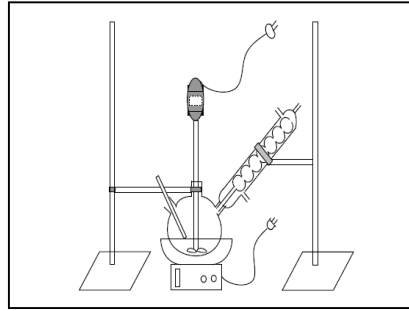
Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi (berangka-asam P 5 mg-KOH/g). Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversikan menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasa diikuti dengan tahap transesterifikasi. Namun sebelum produk esterifikasi diumpankan ke tahap transesterifikasi, air dan bagian terbesar katalis asam yang dikandungnya harus disingkirkan terlebih dahulu.

## **TUJUAN PENELITIAN**

Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh waktu reaksi, perbandingan FFA/Metanol, jumlah putaran pengadukan terhadap jumlah *yield* yang dihasilkan pada proses esterifikasi, dan jumlah katalis pada proses transesterifikasi.

## **BAHAN DAN METODE**

Bahan baku yang digunakan adalah dedak padi, methanol, serta asam klorida (HCl) dan NaOH sebagai katalis. Peralatan yang digunakan meliputi labu destilasi berjenis leher tiga, soxhlet, pengaduk, pendingin, pemanas, corong pemisah dan thermometer.



Gambar 1. Rangkaian alat proses esterifikasi-transesterifikasi

### Proses Ekstraksi

1. Dedak padi dimasukkan kedalam soxlet, dengan pelarut methanol dengan perbandingan 1:5, dipanaskan dengan suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama  $\pm 3$ jam.
2. Campuran diendapkan pada suhu kamar, dan crude yang didapat dipisahkan.

### Proses Esterifikasi

1. Crude hasil ekstraksi dan methanol dimasukan sesuai perbandingan, katalis HCl sebanyak 2,5% dari volume crude yang dipakai kedalam labu leher tiga, kemudian diaduk dan dipanaskan sampai suhu  $60^{\circ}\text{C}$ .
2. Sampel diambil setiap selang waktu 1 jam.
3. Variasi perbandingan FFA/Metanol adalah 1:4 s.d 1:7, pengadukan adalah 100,200 dan 300 rpm, dan waktu reaksi 1 s.d 5 jam.

### Proses Transesterifikasi

1. Menambahkan katalis NaOH kedalam hasil esterifikasi dengan jumlah tertentu sesuai dengan variasi yang dipakai.
2. Direaksikan pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$ , selama waktu yang ditentukan dengan jumlah pengadukan 200 rpm.
3. Campuran diendapkan dan ambil lapisan metil ester yang didapat.

4. Variasi jumlah katalis yang dipakai adalah 2, 3, 4 dan 5%V.

### Proses Pemisahan

1. Metil ester dimasukkan kedalam corong pemisah, kemudian dicuci dengan akuades.
2. Metil ester yang didapat dinetralkan pH nya dengan menambahkan larutan  $H_3PO_4$ , kemudian larutan petroleum benzene ditambahkan untuk membentuk dua lapisan yang lebih jelas.
3. Lapisan metil ester yang didapat didestilasi pada suhu tertentu untuk menghilangkan kandungan air dan methanol yang masih tersisa, untuk dapatkan produk yang lebih murni.

### Analisa hasil

Produk yang dihasilkan berupa metil ester kemudian dianalisis massa jenisnya, *flash point*, *cloud point*, viskositas dan kadar airnya. Hasil analisis dibandingkan dengan standar nasional biodisel.

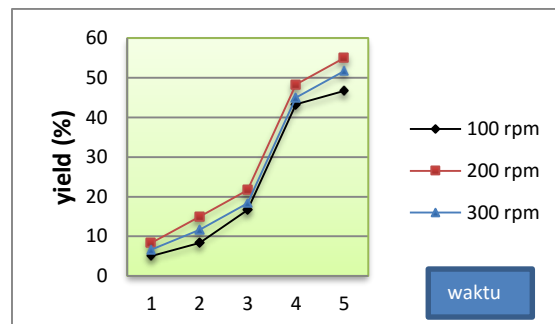
### HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1. Data *yield* yang didapat pada berbagai waktu Esterifikasi.

No	FFA/ Metanol	Waktu (jam)	100 rpm		200 rpm		300 rpm	
			Volume produk (ml)	Yield (%)	Volume produk (ml)	Yield (%)	Volume produk (ml)	Yield (%)
1	1:4	1	0,3	5	0,5	8,33	0,4	6,67
		2	0,5	8,33	0,9	15	0,7	11,67
		3	1	16,67	1,3	21,67	1,1	18,33
		4	2,6	43,33	2,9	48,33	2,7	45
		5	2,8	46,67	3,3	55	3,1	51,67

2	1:5	1	0,6	10	1,1	18,33	0,9	15
		2	0,9	15	1,3	21,67	1,1	18,33
		3	2	33,33	2,5	41,67	1,8	30
		4	2,9	48,33	3,5	58,33	3,2	53,33
		5	3,2	53,33	3,7	61,67	3,5	58,33
3	1:6	1	0,9	15	1,5	25	1,2	20
		2	1,5	25	1,6	26,67	1,4	23,33
		3	2,9	48,33	3,5	58,33	3,2	53,33
		4	3,5	58,33	4,5	75	4,0	66,67
		5	3,6	60	4,8	80	4,2	70
4	1:7	1	1,4	23,33	2	33,33	1,7	28,33
		2	2,5	41,67	2,9	48,33	2,8	46,67
		3	3,5	58,33	3,8	63,33	3,5	58,33
		4	4,9	81,67	4,5	75	4,4	73,33
		5	5,0	83,33	5,5	91,7	4,9	81,67

**Pengaruh waktu terhadap *yield* pada Proses Esterifikasi dengan perbandingan FFA/Metanol 1:4.**



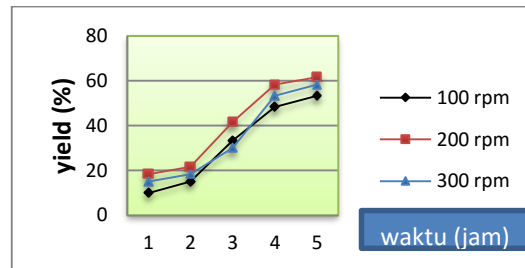
Grafik 1. Hubungan waktu terhadap *yield* pada perbandingan FFA/metanol 1:4

Dari grafik 1 terlihat bahwa kenaikan jumlah *yield* didapat disetiap pertambahan waktu reaksi. Kondisi diatas disebabkan karena semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar, sehingga akan menghasilkan *yield* yang lebih besar pula. baik pada pengadukan 100 rpm, 200 rpm dan 300 rpm. Pada pengadukan 100 rpm terlihat bahwa kenaikan jumlah *yield* yang cukup tinggi terjadi pada titik waktu reaksi 3 jam ke 4 jam yaitu mencapai 26,66%, selanjutnya mengalami penurunan kenaikan yaitu pada titik waktu reaksi 4 jam ke 5 jam. Pada pengadukan 200



rpm terjadi *yield* tertinggi pada waktu reaksi 5 jam mencapai 55% yaitu. Pada pengadukan 300 rpm *yield* tertinggi yang dihasilkan hanya mencapai 51,67%.

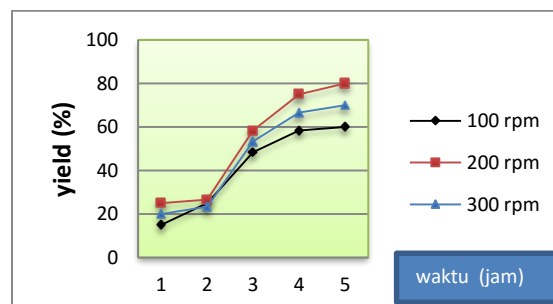
### Pengaruh Waktu terhadap *Yield* pada Proses Esterifikasi dengan Perbandingan FFA/Metanol 1:5.



Grafik 2. Hubungan waktu terhadap *yield* pada perbandingan FFA/metanol 1:5

Pada perbandingan FFA/Metanol 1: 5 ini, *yield* terbaik dicapai pada waktu reaksi 5 jam dengan pengadukan sebanyak 200 rpm, yaitu mencapai 61,67%. Sedangkan pada pengadukan 100 rpm dan 300 rpm *yield* tertinggi didapatkan juga pada waktu reaksi 5 jam, yaitu berturut-turut 53,33% dan 58,33%.

### Pengaruh waktu terhadap *yield* pada proses esterifikasi dengan perbandingan FFA/Metanol 1:6.

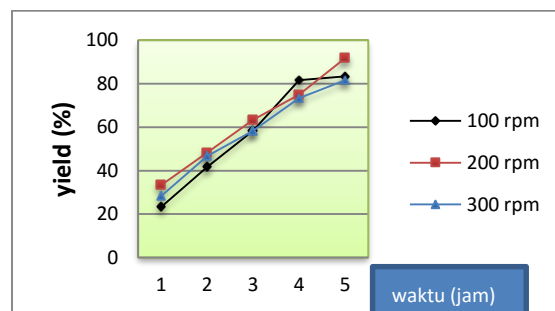


Grafik 3. Hubungan waktu terhadap *yield* pada perbandingan FFA/metanol 1:6

Dari grafik 3 terlihat peningkatan jumlah *yield* terjadi pada setiap variasi waktu dengan pengadukan 100 rpm, 200 rpm dan 300 rpm. Pada ketiga variasi pengadukan ini

peningkatan jumlah *yield* tertinggi sama-sama terjadi pada titik waktu reaksi 2 jam ke 3 jam. Sama halnya dengan perbandingan-perbandingan sebelumnya, pada grafik ini *yield* tertinggi juga dicapai pada titik waktu reaksi 5 jam dengan pengadukan 200 rpm, mencapai 80 %.

**Pengaruh pengadukan pada berbagai waktu terhadap *Yield* pada Proses Esterifikasi dengan perbandingan FFA/Metanol 1:7.**



Grafik 4. Hubungan waktu terhadap *yield* pada perbandingan FFA/metanol 1:7

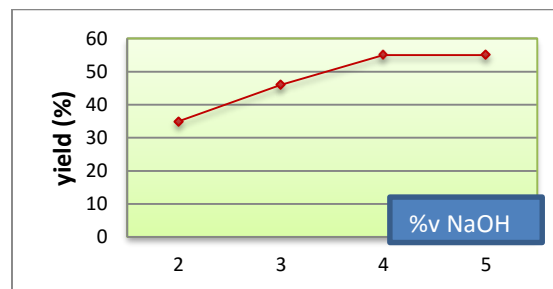
Grafik 4 terlihat bahwa dari ke 3 variasi perbandingan FFA/Metanol sebelumnya, *yield* tertinggi mencapai 91,7% terjadi pada perbandingan 1:7 saat waktu reaksi 5 jam dengan pengadukan 200 rpm, ada kemungkinan akan naik jika ditambahkan waktu. Pada pengadukan 100 rpm, *yield* yang dihasilkan mendekati konstan terjadi pada titik waktu reaksi dari 4 jam ke 5 jam. Sedangkan pada pengadukan 300 rpm kenaikan jumlah *yield* tetap terjadi juga, walaupun tidak setinggi jumlah *yield* yang didapat dengan pengadukan 200 rpm, pada pengadukan 300 rpm *yield* tertinggi sebesar 81,67%.

Dari keempat grafik diatas menunjukkan bahwa peningkatan penambahan metanol meningkatkan *yield* yang dicapai, hal ini disebabkan bertambahnya salah satu reaktan mendorong reaksi ke arah ke kanan lebih besar.

**Pengaruh konsentrasi katalis NaOH pada proses transesterifikasi.**

Tabel 2. Data *Yield* yang didapat dengan variasi konsentrasi katalis NaOH

No	NaOH (% Volume)	Volume produk (ml)	<i>Yield</i> (%)
1	2	3,5	35
2	3	4,6	46
3	4	5,5	55
4	5	5,5	55



Grafik 5. Hubungan jumlah katalis terhadap *yield* yang dihasilkan.

Pada grafik 5 terlihat saat penambahan NaOH sebanyak 2%v ke 3%v, peningkatan jumlah *yield* terjadi yaitu dari 35% ke 46%, dan kembali meningkat saat penambahan NaOH sebanyak 4%v yaitu mencapai 55% . Kemudian jumlah *yield* yang didapat cenderung konstan saat penambahan NaOH sebanyak 5%v yaitu tetap sebesar 55%. Jadi dapat disimpulkan bahwa titik optimum jumlah *yield* tertinggi dicapai saat penambahan NaOH sebanyak 4%v, hal ini disebabkan karena masih adanya asam lemak bebas sisa yang tidak bereaksi, dan cenderung membentuk reaksi penyabunan dengan katalis NaOH dalam jumlah besar yaitu diatas 4%. Adanya sabun pada reaksi

transesterifikasi akan menghambat pembentukan produk ( metil ester ) sehingga *yield* yang didapat semakin berkurang.

Dari hasil penelitian diperoleh spesifikasi biodisel dari minyak dedak padi sebagai berikut:

**Tabel 3. Spesifikasi biodiesel dari minyak dedak padi hasil penelitian**

No.	Parameter	Satuan	Nilai	Standard SNI
1	Massa Jenis	Kg/m <sup>3</sup>	860	850-890
2	Viskositas	mm <sup>2</sup> /s (cst)	5,7	2,3-6,0
3	Cloud point	°C	24	Min 18
4	Flash point	°C	138	Min 100
5	Kadar air	% vol	0,05	Maks 0,05

## KESIMPULAN DAN SARAN

1. Bertambahnya waktu reaksi memberi kesempatan tumbukan antara molekul-molekul zat pereaksi makin besar, sehingga memperbesar *yield*.
2. Jika salah satu zat pereaksi dibuat berlebihan maka reaksi yang dapat balik akan bergeser ke kanan.
3. Pengadukan dapat menurunkan tahanan perpindahan massa dan panas secara konveksi. Dengan berkurangnya tahanan perpindahan massa, makin banyak molekul-molekul yang dapat mencapai fase reaksi, sehingga meningkatkan kemungkinan terjadinya reaksi. Pengadukan optimum terjadi pada 200 rpm.
4. Penambahan katalis NaOH mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasinya. Zat pereaksi menjadi lebih reaktif bila dibandingkan dengan reaksi tanpa katalisator.
5. *Yield* tertinggi pada proses esterifikasi didapat pada perbandingan FFA/Metanol 1:7 dengan waktu reaksi 5 jam, pengadukan 200 rpm yaitu mencapai 91,7% *yield*.



6. *Yield* optimum yang didapat pada proses transesterifikasi dengan katalis basa yaitu sebesar 55% *yield*, didapat saat penambahan katalis NaOH sebanyak 4 % volume.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Freedman B, Pryde EH, & Mounts TL. 1984. Variables affecting the *yields* of fatty esters from transesterified vegetable oils. *J. of American Oil Chemists Society*. 61(10): 1638–1643.
- Fukuda H, Kondo A, & Noda H. 2001. Biodiesel fuel production by transesterification of oils. *J. Biosci. Bioeng.* 92: 405–416.
- Yi-Hsu J, Vali SH, Jeng H, & Widjaya A. 2003. Biodiesel from rice bran oil. Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia, Yogyakarta.
- Ma F & Hanna MA. 1999. Biodiesel production: a review. *Bioresource Technology*. 70: 1–15.
- Van JG, Shanks B, & Ptuszko R, 2004. *Biodiesel Production Technology*. National Renewable Energy Laboratory, The US Departement of Energy. Colorado.
- Zhang Y, Dube MA, McLean DD, & Kates M. 2003. Biodiesel production from waste cooking oil: 1 process design and technological assessment. Review paper. *Bioresour Technol.* 89: 1–16.