

Sintesis Katalis Kalsium Gliseroksida Berbasis Cangkang Telur Bebek-*Crude Glycerol* dan Aplikasinya dalam Transesterifikasi Minyak Sawit untuk Produksi Biodiesel

Synthesis of Calcium Glyceroxide Catalyst Based on Duck Eggshell-*Crude Glycerol* and Its Application in Transesterification of Palm Oil for Biodiesel Production

Widharta Surya Alam*, Sabila Gitamara, Zuhrina Masyithah
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara
Jalan Almamater Kampus USU, Medan, 20155, Indonesia

*Email: widhartasuryaalam@students.usu.ac.id

Abstrak

Pertumbuhan produksi biodiesel mengakibatkan peningkatan produk samping berupa *crude glycerol*. Untuk meningkatkan nilai ekonominya, *crude glycerol* dapat diolah lanjut menjadi katalis heterogen. Reaksi antara gliserol dengan kalsium dari cangkang telur bebek akan menghasilkan kalsium gliseroksida yang berguna dalam transesterifikasi. Dalam penelitian ini, preparasi katalis dilakukan dengan mereaksikan *crude glycerol* dengan cangkang telur bebek terkalsinasi (700 °C) pada perbandingan (1:1) (g) yang direfluks dalam pelarut metanol. Katalis yang diperoleh, diaplikasikan pada transesterifikasi minyak sawit pada rasio mol (1:12), konsentrasi katalis 0,4%; 0,7% dan 1% (w/w), suhu operasi 55 °C, 65 °C, dan 75 °C selama 75 menit. Digunakan KOH sebagai katalis pembanding. Analisis yang dilakukan mengacu pada SNI 7182-2015 meliputi densitas (40 °C), viskositas (ASTM D-445), bilangan asam (AOCs Cd 3-63), dan kadar air (ASTM D-2709). Kondisi optimum sesuai dengan SNI 7182-2015 yaitu pada suhu 65 °C dan 0,7% katalis dengan *yield* biodiesel 88,76%, densitas 889 kg/m³, viskositas kinematik 5,1 mm/s², bilangan asam 0,5 mg KOH/g dan kadar air 0,0028%.

Kata kunci: biodiesel, cangkang telur bebek, *crude glycerol*, kalsium gliseroksida, transesterifikasi

Abstract

The growth of biodiesel production resulted in an increase in by-products in the form of crude glycerol. To increase its economic value, crude glycerol can be further processed into heterogeneous catalysts. The reaction between glycerol and calcium from duck eggshell will produce calcium glyceroxide which is useful in transesterification. In this study, catalyst preparation was carried out by reacting crude glycerol with calcined duck eggshell (700 °C) at a ratio of (1:1) (g) refluxed in methanol solvent. The obtained catalyst was applied to palm oil transesterification at mole ratio (1:12), catalyst concentration 0.4%; 0.7% and 1% (w/w), operating temperatures of 55 °C, 65 °C and 75 °C for 75 minutes. KOH is also used as a comparison catalyst. The analysis of SNI 7182-2015 includes density (40 °C), viscosity (ASTM D-445), acid number (AOCs Cd 3-63), and water content (ASTM D-2709). The optimum conditions according to SNI 7182-2015 are at a temperature of 65 °C and 0.7% catalyst with biodiesel yield of 88.76%, density 889 kg/m³, kinematic viscosity 5.1 mm/s², acid number 0.5 mg KOH/g and moisture content of 0.0028%.

Keywords: biodiesel, duck eggshells, *crude glycerol*, calcium glyceroxide, transesterification

Pendahuluan

Indonesia merupakan produsen minyak sawit terbesar dunia dengan kapasitas produksi mencapai 51.810.000 ton dan luas area mencapai 16.380.000 ha [1]. Ekspor minyak sawit Indonesia ke Uni Eropa terus mengalami kenaikan dari tahun 2010 - 2013 mencapai 6.969.000 ton [2]. Pada tahun 2019, Indonesia dan Malaysia menguasai pangsa pasar

ekspor minyak sawit dunia yaitu sebesar 83,83% [1]. Namun, kehadiran Pandemi COVID-19 yang telah melanda lebih dari 200 negara di dunia memberikan pengaruh besar terhadap perekonomian global termasuk di Indonesia hingga berdampak pada harga komoditas sawit. Harga rata-rata minyak sawit dunia berada dikisaran 800 USD/MT dan bertepatan pada awal 2020, harga CPO (*Crude Palm Oil*) mengalami

penurunan yang drastis di bawah 400 USD/MT [3]. Berdasarkan analisis *forecasting*, harga minyak sawit diproyeksikan akan mengalami penurunan sebesar 14% hingga akhir tahun 2025 [1]. Oleh karena itu, perlu dilakukan peningkatan konsumsi minyak sawit dan CPO dalam negeri maupun luar negeri untuk menjaga kestabilan harga. Salah satu cara yang dapat dilakukan yaitu dengan mengolahnya menjadi biodiesel. Adanya kebijakan *mandatory* biodiesel B30 di era Pandemi COVID-19 juga terbukti memberi dampak positif terhadap harga minyak sawit sebagai komoditas Indonesia [4].

Biodiesel merupakan *biofuel* yang dapat menggantikan bahan bakar fosil. Proses transesterifikasi biodiesel skala industri sejauh ini masih menggunakan katalis homogen seperti NaOH dan KOH yang menimbulkan banyak masalah seperti saponifikasi, dan katalis tidak ramah lingkungan [5]. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, banyak peneliti telah mengembangkan katalis heterogen (padat).

Katalis heterogen memiliki keunggulan yaitu memblokir saponifikasi, mudah dipisahkan, *eco-friendly*, dan dapat diregenerasi. Dilaporkan bahwa salah satu katalis heterogen yang memiliki fasa paling aktif dalam transesterifikasi adalah kalsium gliseroksida $\text{Ca}[\text{O}(\text{OH})_2\text{C}_3\text{H}_5]_n$ dibanding katalis berbasis kalsium yang lain [6–7]. Sintesis kalsium gliseroksida dari kalsium dan gliserol murni (gliserin) telah berhasil dikembangkan dan diaplikasikan pada transesterifikasi biodiesel [8]. Penggunaan gliserin murni dikhawatirkan akan meningkatkan biaya produksi, disamping bersaing dengan industri farmasi [9]. Sehingga dipilih *crude glycerol* sebagai alternatif bahan baku.

Crude glycerol merupakan produk samping hasil produksi biodiesel yang belum optimal dimanfaatkan. Peningkatan produksi biodiesel akan meningkatkan limbah *crude glycerol* [9]. Sehingga *crude glycerol* memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan katalis kalsium gliseroksida yang menggantikan penggunaan gliserol murni (gliserin).

Selain penggunaan gliserol, dalam sintesis katalis kalsium gliseroksida juga diperlukan bahan yang mengandung kalsium (Ca) [8]. Cangkang telur bebek merupakan salah satu limbah organik yang mengandung kalsium sebesar 95% [10]. Cangkang telur bebek merupakan bahan yang mudah ditemukan di Sumatera Utara karena banyak masyarakatnya merupakan peternak bebek [11].

Pada penelitian sebelumnya, aktivitas katalitik dari kalsium gliseroksida yang disintesis dari CaO *marble* dan *pure glycerine* telah dilaporkan oleh Esipovich et al. (2018) yang melakukan transesterifikasi minyak lobak. *Yield* biodiesel FAME > 90% pada waktu di bawah 2 jam dan rasio mol minyak : metanol yaitu 1:12 [7], sementara metode pembuatan kalsium gliseroksida tanpa kalsinasi (metode asam asetat) memberikan *yield* biodiesel

93,41% dengan menggunakan minyak kelapa sebagai *feedstock* [9].

Teori

Minyak sawit memiliki kandungan asam lemak tertinggi yaitu oleat (C18:1), palmitat (C16:0), linoleat (C18:2), dan stearat (C18:0) secara berurut 42,56%; 37,71%; 13,59%; dan 3,76% diikuti dengan asam lemak jenuh dan tak jenuh lain dalam konsentrasi yang lebih rendah [12]. Biodiesel berbasis minyak sawit memiliki angka setana yang tinggi, yaitu 59,9-62,8, lebih tinggi dari petrodiesel dengan angka setana 45-55 [13].

Crude glycerol adalah produk samping pada proses pembuatan biodiesel yang memiliki kemurnian rendah karena masih mengandung *impurities* [14]. Dalam setiap 10 kg biodiesel yang dihasilkan, sekitar 1 kg *crude glycerol* terbentuk selama proses transesterifikasi. *Crude glycerol* dari industri biodiesel mengandung sekitar 25% karbon dan senyawa-senyawa seperti Ca, K, Na, Mg, S, dan P, dengan rentang konsentrasi 4-163 ppm kecuali Na dan K (1% w/v). *Crude glycerol* yang dihasilkan dari transesterifikasi biodiesel dengan KOH memberi konsentrasi sebesar 40 – 50%, sementara dengan H_2SO_4 hanya 30 – 40% [14–16].

Katalis kalsium gliseroksida merupakan katalis yang memiliki aktivitas katalitik yang baik [9]. Kouzu et al. menemukan bahwa gliserol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) sangat reaktif dengan kalsium oksida CaO di dalam suatu pelarut metanol yang direfluks dan membentuk kalsium gliseroksida dengan persamaan reaksi (1) berikut [6].



CaO dapat dihasilkan melalui kalsinasi kalsium karbonat (CaCO_3) yang berasal dari cangkang telur. Potensi lokal cangkang telur bebek yaitu terdapat kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) dan komponen organik seperti protein, polisakarida, dan kitin. Cangkang telur ini terdiri atas 95% (Ca) dan 5% komponen organik [10].

Transesterifikasi merupakan proses reaksi trigliserida, lipid, lemak, asam lemak dengan alkohol rantai pendek menggunakan bantuan katalis basa [13]. Faktor yang mempengaruhi reaksi ini diantaranya kecepatan pengadukan, suhu reaksi, konsentrasi katalis, rasio mol minyak alkohol, dan waktu reaksi. Produksi biodiesel dari minyak sawit dan zeolit oleh Zhang et al. (2020) mencapai 99,68% pada rasio minyak metanol 1:12 [17]. Kajian lain oleh Ding et al. pada rasio 9:1 *yield* sebesar 97,77%, dan tidak jauh berbeda saat 1:12 sebesar 97,77%, dan terjadi penurunan ketika rasio molar dinaikkan menjadi 1:18, *yield* biodiesel yang dihasilkan berkurang menjadi 94,04% [18].

Metodologi Penelitian

Bahan dan Peralatan Penelitian

Bahan penelitian meliputi *crude glycerol*, minyak sawit (PT Wilmar Nabati®), CH_3OH >99% (Merck), KOH ≥ 90% (Merck), cangkang telur bebek, *activated charcoal* ≤5mm BET 600-800 m^2/g (Merck), isopropanol $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ ≥ 99.5% (Supelco®), CHCl_3 ≥ 99.5% (Merck), $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 96%, dan *phenolphthalein* (Sigma-Aldrich). Peralatan penelitian meliputi *hot plate stirrer*, kondensor refluks, pompa, piknometer, viskosimeter Ostwald, *oven*, *Muffle furnace* Thermolyne 1100, dan peralatan gelas pendukung lain. Peralatan analisa yang digunakan diantaranya FT-IR spektrometer Perkin Elmer® L160000A detektor LiTaO_3 dan (SEM) JEOL JCM-6000 perbesaran 15 – 30.000×.

Tahapan Bleaching Crude glycerol

Proses *bleaching* diawali dengan melakukan pencucian *crude glycerol* menggunakan *aquadest* 80 °C rasio 3:2 (v/v). Campuran ditambah *activated charcoal* 8% (b/v), diaduk selama 30 menit, 50 rpm, selama 3×24 jam. Setelah waktu *bleaching* dicapai, campuran difiltrasi dan dievaporasi pada 100 °C selama 4 jam [9, 19].

Tahapan Kalsinasi Cangkang Telur Bebek

Pada tahap ini, cangkang telur bebek dibersihkan, dikeringkan, dan dihaluskan. Dilakukan pengayakan 65 *mesh*. Serbuk cangkang telur dikalsinasi pada 700 °C di dalam *furnace*. Selanjutnya disimpan dalam desikator selama 1 jam [20].

Sintesis dan Karakterisasi Katalis Kalsium Gliseroksida

Metode sintesis dirujuk dan dimodifikasi dari penelitian Reina et al. (2013), Esipovich et al. (2018) [7, 21]. Sebanyak 50 g serbuk CaO dan 50 ml gliserol hasil *bleaching* (rasio 1:1 w/v) dilarutkan dalam 100 mL CH_3OH lalu dipanaskan dengan sistem refluks 70 °C selama 2 jam. Setelah itu campuran difiltrasi sambil dicuci dengan 96% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Produk atas (*cake*) dikeringkan pada suhu 80 °C hingga beratnya konstan [6, 21]. Katalis yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan FT-IR dan SEM.

Transesterifikasi Minyak Sawit

Transesterifikasi dilakukan pada rasio mol minyak metanol 1:12 [18]. Variabel suhu reaksi pada 55 °C, 65 °C dan 75 °C. Variabel konsentrasi katalis 0,4%; 0,7% dan 1% (w/w minyak). Kecepatan pengadukan 500 rpm dengan waktu pengadukan 75 menit [8]. Dilakukan tahap transesterifikasi menggunakan KOH sebagai katalis pembanding pada suhu dan konsentrasi katalis terbaik.

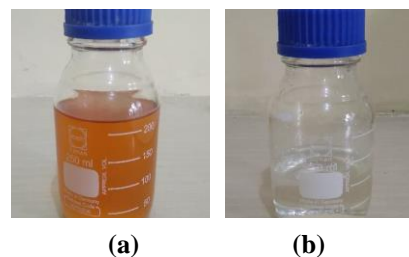
Analisis Parameter SNI 7182-2015

Dilakukan analisa parameter densitas (40 °C), viskositas kinematik (ASTM D-445), bilangan asam (AOCs Cd 3-63), dan kadar air (ASTM D-2709) [22]

Hasil

Analisis Crude Glycerol

Crude glycerol diperoleh dari hasil sampling transesterifikasi minyak sawit. Penambahan 8% *activated charcoal* bertujuan untuk mengikat *impurities* dan zat warna *crude glycerol*. Pemilihan *activated charcoal* untuk pemurnian karena memiliki permukaan pori mencapai 888,4 m^2/g , *mesoporous*, dan ukuran porinya sebesar 3,018 nm [10]. Hasil analisis secara visual *crude glycerol* sebelum dan sesudah proses *bleaching* dapat dilihat pada Gambar 1 sebagai berikut.



Gambar 1. *Crude glycerol* (a) Sebelum proses *bleaching*, (b) Sesudah proses *bleaching*

Selain analisis visual, *crude glycerol* dianalisis sifat fisiknya meliputi densitas, viskositas, kadar abu, dan kadar air. Hasil perbandingan sifat fisiknya dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Analisis perbandingan *crude glycerol*

No	Sifat Fisik	Sebelum	Sesudah
1.	Visual (warna)	Coklat	Bening
2.	Densitas (g/ml)	1,99	1,28
3.	Viskositas (cP)	300,32	321,58
4.	Kadar Abu (%)	3,51	0,92
5.	Kadar Air (%)	8,25	4,96

Berdasarkan Tabel 1, kecenderungan densitas dan viskositas meningkat sementara kadar abu dan air menurun setelah proses *bleaching*. Proses *bleaching* dengan adsorpsi memberikan hasil *crude glycerol* dengan warna yang lebih jernih. *Activated charcoal* dinilai memiliki efektivitas yang tinggi dalam proses adsorpsi komponen *impurities* seperti zat warna dan organik serta mengikat air yang terjebak pada *crude* [9, 19].

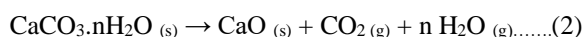
Kalsinasi Cangkang Telur Bebek

Pemilihan cangkang telur bebek didasarkan dari kandungan kalsium karbonat CaCO_3 yang mencapai 85-95% [20]. Hasil visual kalsinasi serbuk cangkang telur bebek menggunakan *furnace* dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil kalsinasi serbuk cangkang telur bebek dengan menggunakan *furnace*

Ketika cangkang telur yang mengandung CaCO_3 dikalsinasi pada suhu 700°C , uap air dan gas karbondioksida akan keluar dan menghasilkan serbuk berupa kalsium oksida. Reaksi ketika proses kalsinasi ini dapat dilihat pada persamaan (2) berikut.



Proses kalsinasi cangkang telur bebek dilakukan bertujuan sebagai langkah untuk *pre-treatment* cangkang telur bebek, menghilangkan sejumlah pengotor, air dan karbonat. Proses ini juga mengubah kandungan CaCO_3 dalam cangkang menjadi CaO . CaO lebih reaktif bereaksi dengan gliserol membentuk kalsium gliseroksida dibandingkan CaCO_3 (cangkang telur yang belum dikalsinasi) [7].

Sintesis Katalis Kalsium Gliseroksida

Reaksi kalsium oksida dengan gliserol akan menghasilkan kalsium gliseroksida [9]. Hipotesis sintesis senyawa ini sudah dipelajari tahun 1910 [6]. Pada penelitian ini, katalis diperoleh dengan reaksi CaO hasil kalsinasi cangkang telur bebek dengan *crude glycerol* hasil *bleaching*. Hasil sintesis katalis kalsium gliseroksida dapat dilihat pada Gambar 3.

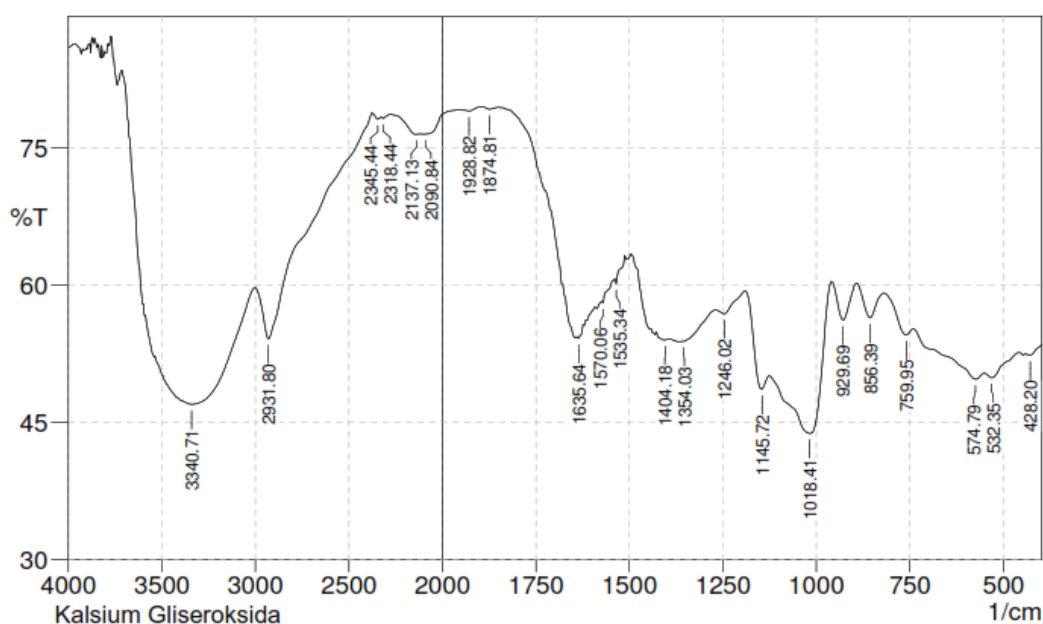


Gambar 3. Proses sintesis kalsium gliseroksida dengan sistem refluks

Gliserol ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) sangat reaktif dengan kalsium oksida CaO di dalam pelarut metanol yang direfluks. Katalis gliseroksida yang diperoleh akan memiliki sifat basa heterogen dengan fasa yang sangat aktif [8]. Hal ini didukung seperti pada persamaan reaksi (1). Gugus gliseroksida dari gliserol akan memperluas sisi permukaan katalis yang melapisi CaO . Hal ini meningkatkan aktivitas reaksi transesterifikasi dibanding CaO biasa [6–8, 21].

Analisis Gugus Fungsional Menggunakan FT-IR

Hasil sintesis katalis kemudian dianalisis menggunakan FT-IR (*Fourier Transform-Infra Red*) untuk mengamati gugus fungsional di dalam kalsium gliseroksida. Pengamatan yang dilakukan terhadap hasil analisa FT-IR dengan membandingkan puncak bilangan gelombang dan juga ketajaman dari kurva transmitansi. Spektra gugus fungsional katalis kalsium gliseroksida dari hasil sintesis menggunakan *crude glycerol* dan cangkang telur bebek pada refluks 70°C ditunjukkan pada Gambar 4.

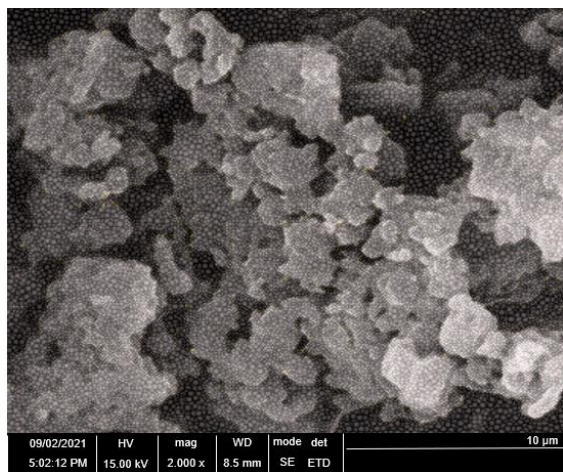


Gambar 4. Spektra FT-IR katalis kalsium gliseroksida

Spektra FT-IR kalsium gliseroksida yang teramati pada Gambar 4, terbentuk pita transmitansi pada bilangan gelombang 2700 cm^{-1} sampai ke bilangan gelombang 3800 cm^{-1} . Pertambahan puncak terjadi karena adanya gugus hidroksil (O-H) dari OH *crude glycerol* yang terikat pada kalsium di bilangan gelombang $3340,71\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi dari gugus C-H sebagai *crude glycerol* terikat kalsium terjadi pada $2931,80\text{ cm}^{-1}$. Bilangan gelombang $1635,64\text{ cm}^{-1}$ mewakili gugus CH metil yang merupakan sisa dari metanol yang terikat di dalam kalsium gliseroksida (dalam bentuk anion metoksida). Menurut Saragih et al., transmitansi gugus CH pada kalsium gliseroksida mengalami penajaman pada bilangan 1047 cm^{-1} sampai 1604 cm^{-1} . Hanya saja, gugus CH yang mereka peroleh berasal dari grup asetat, karena sumber katalis berasal dari kalsium asetat [8]. Berdasarkan spektra FT-IR tersebut, kalsium gliseroksida yang disintesis telah memiliki gugus yang serupa dengan standar kalsium gliseroksida,

Analisis Morfologi Kalsium Gliseroksida Menggunakan SEM

Analisis karakteristik morfologi dari kalsium gliseroksida yang disintesis dari *crude glycerol* dan cangkang telur bebek dikonfirmasi dengan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) ditampilkan dalam Gambar 5 sebagai berikut.



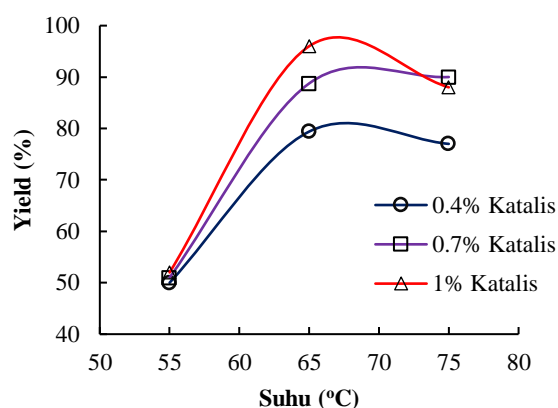
Gambar 5. Skema SEM katalis kalsium gliseroksida yang disintesis dari *crude glycerol* dan cangkang telur bebek pada refluks $70\text{ }^{\circ}\text{C}$

Ciri morfologi dari kalsium gliseroksida dari hasil sintesis dianalisis menggunakan SEM ditunjukkan pada Gambar 5. Permukaan kalsium gliseroksida dari hasil yang didapatkan memiliki permukaan yang halus, akan tetapi bentuknya tidak beraturan dengan beberapa diantaranya mengalami pembentukan agregasi cukup besar. Temuan ini diilustrasikan mirip dengan kalsium gliseroksida yang disintesis dari kalsium asetat dengan gliserin murni [8]. Aglomerasi yang berukuran mikropartikel ini memungkinkan banyak terdapat situs aktif [21].

Dalam perbesaran 2.000 kali, pada rentang $10\text{ }\mu\text{m}$, agregat hampir berbentuk bulat dengan beberapa butir dan terdapat sintering. Menurut Saragih et al., perbedaan konsentrasi gliserin tidak memberikan dampak besar terhadap bentuk butir-butir maupun ukuran kalsium gliseroksida [8]. Hal ini dapat dikaitkan dengan penggunaan *crude glycerol*. Namun, dalam penelitian ini, penggunaan *crude glycerol* pada berbagai konsentrasi untuk sintesis kalsium gliseroksida belum dilakukan.

Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Yield Biodiesel pada Berbagai Konsentrasi Katalis

Pada penelitian ini, katalis kalsium gliseroksida $\text{Ca}[\text{O}(\text{OH})_2\text{C}_3\text{H}_5]_n$ diuji aktivitas katalitiknya pada transesterifikasi dengan rasio mol 1:12 selama 75 menit. Hubungan antara suhu dan konsentrasi katalis terhadap *yield* dapat dilihat pada Gambar 6 di bawah ini.



Gambar 6. Hubungan suhu reaksi terhadap *yield* biodiesel pada berbagai konsentrasi katalis

Berdasarkan Gambar 6 dapat dilihat hubungan antara suhu reaksi terhadap *yield* biodiesel pada berbagai konsentrasi yang digunakan menunjukkan kecenderungan fluktuasi *yield* biodiesel ketika suhu reaksi meningkat, serta peningkatan katalis cenderung meningkatkan *yield* ditandai dari tipe kurva. Hal ini dapat terjadi karena reaksi transesterifikasi memiliki kondisi optimum yang berbeda-beda untuk beberapa variabel yang berpengaruh. Persentase *yield* rendah $<55\%$ pada suhu $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ diberbagai konsentrasi katalis diakibatkan karena suhu yang masih rendah sehingga minyak belum terkonversi optimum. Ketika suhu dinaikkan menjadi $65\text{ }^{\circ}\text{C}$, pada seluruh variasi katalis (0,4; 0,7 dan 1%) terjadi kenaikan *yield* berturut $79,4\%$; $88,76\%$; dan 96% . Namun, ketika suhu dinaikkan ke $75\text{ }^{\circ}\text{C}$, terjadi penurunan.

Transesterifikasi merupakan reaksi yang berlangsung pada $50 - 80\text{ }^{\circ}\text{C}$. Reaksi endotermis membutuhkan panas, sehingga suhu adalah faktor penting. Jika suhu tidak mencukupi kondisi, maka reaksi tidak akan berjalan baik. Hal ini terjadi pada suhu $55\text{ }^{\circ}\text{C}$. Namun, ketika reaksi melampaui suhu

optimum, maka akan terjadi penurunan *yield* karena transesterifikasi merupakan reaksi *reversible* sehingga produk biodiesel dapat kehilangan ester-esternya [18]. Hal ini dapat dikaitkan dengan konversi kesetimbangan termodinamika yang menurun bila suhu meningkat [23], sebagaimana diekspresikan pada Persamaan (3).

$$\frac{d \ln K}{dT} = \frac{\Delta H^o}{RT^2} \text{ atau } \ln \frac{K}{K'} = -\frac{\Delta H^o}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T'} \right) \dots\dots\dots (3)$$

Parameter *K* merupakan konstanta konversi kesetimbangan yang berbanding terbalik terhadap suhu *T*. Kenaikan konsentrasi katalis cenderung meningkatkan *yield* biodiesel karena massa katalis optimum dicapai saat 1%.

Analisis Sifat Fisik Biodiesel

Analisis sifat kimia-fisika biodiesel ditunjukkan pada Tabel 2 yaitu meliputi parameter densitas metode ASTM D1298 dan viskositas kinematik metode ASTM D445 dilakukan pada suhu referensi 40 °C.

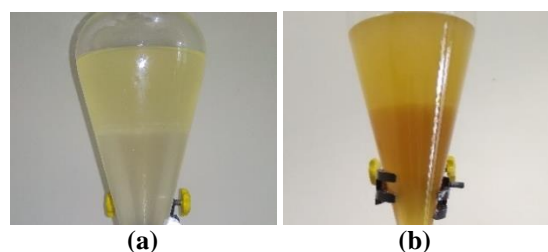
Tabel 2. Hasil analisis sifat fisik biodiesel

Run	Suhu Reaksi (°C)	Konsentrasi Katalis (%)	Viskositas kinematik (mm ² /s)	Densitas (kg/m ³)	Yield (%)	Keterangan
1.	55	0,4	5,00	890	50,00	Memenuhi SNI
2.	65		5,20	895	79,40	Memenuhi SNI
3.	75		5,90	882	77,00	Memenuhi SNI
4.	55	0,7	4,80	880	51,00	Memenuhi SNI
5.	65		5,10	889	88,76	Memenuhi SNI
6.	75		4,70	894	90,00	Tidak memenuhi SNI
7.	55	1,0	1,80	865	52,00	Tidak memenuhi SNI
8.	65		1,85	862	96,00	Tidak Memenuhi SNI
9.	75		4,12	870	88,00	Memenuhi SNI

Berdasarkan Tabel 2, hasil analisis menunjukkan bahwa biodiesel yang dihasilkan cenderung telah memenuhi SNI 7182-2015. Namun, masih terdapat parameter yang belum memenuhi SNI 7182-2015, yaitu pada kondisi katalis 0,7% suhu 75 °C dan katalis 1% suhu 55 °C dan 65 °C. Harga densitas yang diperoleh rata-rata sebesar 880,77 kg/m³, sementara viskositas kinematik rata-rata 4,27 mm²/s (cSt). Kondisi terbaik untuk menghasilkan *yield* tertinggi (96%) berada pada suhu 65 °C dan konsentrasi katalis 1%. Akan tetapi, pada kondisi tersebut terdapat parameter biodiesel yang tidak memenuhi SNI 7182-2015 yaitu harga viskositas berada di bawah kisaran 2 – 6 mm²/s. Sehingga dari Tabel 2, kondisi optimum untuk menghasilkan sifat fisik biodiesel yang sesuai SNI 7182-2015 yaitu pada konsentrasi katalis 0,7% dengan suhu 65 °C. *Yield* biodiesel yang diperoleh pada keadaan tersebut adalah sebesar 88,76%. Selanjutnya, dilakukan pengujian katalis pada kondisi terbaik ini untuk melihat efektivitasnya dengan katalis pembanding.

Perbandingan kualitas *crude glycerol* hasil samping biodiesel yang dihasilkan dari katalis kalsium gliseroksida dan katalis KOH

Tahap ini dilakukan dengan membandingkan secara visual *crude glycerol* (produk samping biodiesel) dari hasil transesterifikasi menggunakan katalis kalsium gliseroksida dan katalis KOH



Gambar 7. *Crude glycerol* hasil transesterifikasi (a) Katalis kalsium gliseroksida (b) KOH

Berdasarkan Gambar 7, pengamatan ini dilakukan dengan membandingkan kualitas *crude glycerol* yang diperoleh menggunakan kalsium gliseroksida (a) dengan yang diperoleh bila menggunakan KOH (b).

Percobaan ini dilakukan untuk melihat seberapa efektif katalis dalam menghasilkan produk maupun produk samping. Secara visual untuk produk biodiesel tidak ada perbedaan yang mencolok baik yang diperoleh menggunakan katalis kalsium

gliseroksida ataupun dengan katalis KOH. Perbedaan yang tajam terlihat dari produk samping berupa *crude glycerol*.

Crude glycerol yang diperoleh dengan kalsium gliseroksida memberikan hasil yang lebih bening, sementara dengan KOH memberikan hasil *crude glycerol* yang berwarna coklat gelap kemerahan. Penggunaan KOH menggiring minyak sawit mengalami reaksi selain transesterifikasi, misalnya saponifikasi dan lain-lain, karena KOH sensitif terhadap asam lemak bebas pada minyak [5].

Analisis lanjut mengenai perbandingan katalis ini diamati dengan membandingkan kualitas

biodiesel. Biodiesel yang dianalisis merupakan biodiesel yang didapat dari kondisi terbaik sesuai pada Tabel 2. Parameter mutu SNI 7182-2015 yang diamati dalam eksperimen ini, diantaranya densitas metode ASTM D1298 (40 °C), viskositas dengan metode ASTM D445 (40 °C), bilangan asam dengan metode AOCs Cd 3-63 dan juga kadar air dengan metode ASTM D2709 dari hasil transesterifikasi menggunakan katalis kalsium gliseroksida dan katalis KOH. Data perbandingan mutu diantara biodiesel dengan kalsium gliseroksida dan KOH disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Perbandingan mutu biodiesel dari transesterifikasi menggunakan katalis kalsium gliseroksida dan katalis KOH

Parameter	Ambang Batas	Metode	Kalsium Gliseroksida	KOH
Densitas (kg/m ³ , 40°C)	850 – 890	ASTM D1298	889	892
Viskositas kinematik (mm ² /s)	2 – 6	ASTM D445	5,1	5,5
Bilangan Asam (mg KOH/g)	Maks 0,8	AOCs Cd 3-63	0,5	0,68
Kadar Air (% V)	Maks 0,05	ASTM D2709	0,0028	0,2
Yield Biodiesel (%)			88,76	77,2

Berdasarkan Tabel 3, densitas biodiesel dengan KOH melampaui SNI 7182-2015. Densitas besar ini menandakan jumlah zat pengotor (sabun, sisa gliserol terikat, asam lemak tak terkonversi, sisa KOH, dan metanol) [5]. Viskositas kinematik untuk keduanya memberikan hasil yang sesuai dengan baku mutu, begitupun pada bilangan asam (BA). Jika BA melampaui standar, maka dapat mempercepat korosi mesin diesel [13]. Sementara kadar air biodiesel yang dihasilkan dengan KOH melampaui ambang batas SNI. Kadar air yang tinggi ini disebabkan potensi reaksi saponifikasi yang menghasilkan sabun dan air. Sementara penggunaan katalis gliseroksida, justru mengikat komponen air dalam jumlah kecil.

Kesimpulan

Kondisi optimum yang menghasilkan *yield* tertinggi dan kualitas mutu terbaik berada pada suhu 65 °C dan katalis 0,7% (seluruh mutu SNI 7182-2015 terpenuhi) dengan *yield* biodiesel sebesar 88,76%. Penggunaan katalis kalsium gliseroksida pada transesterifikasi minyak sawit memberi hasil yang efektif dari segi kualitas dan kuantitas biodiesel maupun *crude glycerol* yang diperoleh.

Daftar Pustaka

- [1] R. Amalia, R. Nurkhoiry, and S. D. Oktarina, "Analisis kinerja dan prospek komoditas kelapa sawit," *Radar Opini dan Anal. Perkeb.*, vol. 1, no. 1, pp. 1–12, 2020.
- [2] S. A. Gumelar, M. I. Affandi, and S. Situmorang, "Pengaruh hambatan non tarif di pasar Uni Eropa terhadap ekspor komoditas CPO Indonesia," vol. 8, no. 1, pp. 39–47, 2020.
- [3] Anonim, *World Bank Commodity Price Monthly*

- "*Pink Sheet*", World Bank, Washington, 2020.
- [4] Anonim, Harga Bursa (*Forward-Future-Spot*): Arsip Tabel Harga Harian Komoditas CPO, Jakarta, 2020.
 - [5] A. Budiman, R.D. Kusumaningtyas, Y.S. Pradana and N.A. Lestari, *Biodiesel: Bahan Baku, Proses, dan Teknologi*, Yogyakarta: Gajah Mada University Press, 2017.
 - [6] M. Kouzu, J. Hidaka, K. Wakabayashi, and M. Tsunomori, "Applied catalysis a general solid base catalysis of calcium glyceroxide for a reaction to convert vegetable oil into its methyl esters," *App. Cat. A Gen.*, vol. 390, no. 1–2, pp. 11–18, 2010.
 - [7] A. L. Esipovich, A. E. Rogozhin, A. S. Belousov, E. A. Kanakov, and S. M. Danov, "A comparative study of the separation stage of rapeseed oil transesterification products obtained using various catalysts," *Fuel Process. Technol.*, vol. 173, no. November 2017, pp. 153–164, 2018.
 - [8] H. Saragih, "Sintesa calcium glyceroxide: Pengaruh konsentrasi glycerine," *Prosiding Snips 2018*, August, 2018.
 - [9] N. Khairiyati, Z. Helwani and Khairat, "Pemanfaatan gliserol produk samping biodiesel menjadi triacetin melalui proses esterifikasi menggunakan katalis *fly ash*," *JOM FT*, vol. 3, no.1, 2016.
 - [10] S. Fathiyah, S. Mohamad, S. Mohamad, & Z. Jemaat, "Study of calcination condition on decomposition of calcium carbonate in waste cockle shell to calcium oxide using thermal gravimetric analysis," *APRN J. Eng. App. Sc.*, vol.11, no. 16, pp. 9917 – 9921, 2019.

- [11] Rimbawati and R.B. Siregar, "Pengolahan telur bebek untuk memenuhi kebutuhan gizi dan meningkatkan pendapatan masyarakat desa rumah sumbul," *J. Peng. Mas. Abdi. Alt.*, vol. 2, no.1, pp. 71 – 80, 2019.
- [12] Istadi, *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi: Fundamental Aplikasi*, Yogyakarta: Graha Ilmu, 2011.
- [13] K.A. Zahan and M. Kano, "Biodiesel production from palm oil its by-products and mill effluent: A review," *Energies*, vol.11, no.8, pp. 1 – 25, 2018.
- [14] I. Aziz, M.N. Aristhya, J. Hendrawati and L. Adhani, "Peningkatan kualitas *crude glycerol* dengan proses adsorpsi menggunakan sekam padi," *J. Kim. VALENSI*, vol. 4, no.1, 2018.
- [15] P. Adewale, M.J. Dumont and M. Ngadi, "Recent trends of biodiesel production from animal fat wastes and associated production techniques," *Renew. And Sust. Energy Reviews*, vol. 45, pp. 574 – 588, 2015.
- [16] R.L. Kumar, S.K. Yellapu, R.D. Tyagi and X. Zhang, "A review on variation in crude glycerol composition, bio-valorization of crude and purified glycerol as carbon source for lipid production," *Biores. Technol.*, vol. 293, 2019.
- [17] P. Zhang, X. Chen, Y. Leng, Y. Dong, P. Jiang & M. Fan, "Biodiesel production from palm oil and methanol via zeolite derived catalyst as a phase boundary catalyst: an optimization study by using response surface methodology," *Fuel*, vol. 272, 2020.
- [18] H. Ding, W. Ye, Y. Wang, X. Wang, L. Li, D. Liu, J. Gui, C. Song & N. Ji, "Process intensification of transesterification for biodiesel production from palm oil: microwave irradiation on transesterification reaction catalyzed by acidic imidazolium ionic liquids," *Energy*, vol. 144, pp. 957 – 967, 2017.
- [19] A. Shafiei, R. Hajar, H.S. Ghaziaskar, dan M. Yalpani, "Glycerol transesterification with ethyl acetate to synthesize acetins using ethyl acetate as reactant and entrainer," *Biofuel Res*, vol. no., pp. 565–570, 2017.
- [20] X. Yin, X. Duan, Q. You, C. Dai, Z. Tan & X. Zhu, "Biodiesel production from soybean oil deodorizer distillate using calcined duck eggshell as catalyst," *En. Conver. And Manage.*, vol. 112, pp. 199 – 207, 2016.
- [21] L. León-reina, A. Cabeza, J. Rius, P. Maireles-torres, A. C. Alba-rubio, and M. López, "Structural and surface study of calcium glyceroxide, an active phase for biodiesel production under heterogeneous catalysis," *J. Cat*, vol. 300, pp. 30–36, 2013.
- [22] Anonim, Standar dan Mutu (Spesifikasi) Bahan Bakar Nabari (Biofuel) Jenis Biodiesel sebagai Bahan Bakar Lain yang dipasarkan di Dalam Negeri, ESDM, Jakarta, 2019.
- [23] J.M. Smith, C. Van Ness, M.M. Abbott and M.T. Swihart, *Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics 8 ed.*, New York: McGrawHill, 2018.