

PEMBUATAN METIL ESTER (BIO-DIESEL) DARI MINYAK JARAK PAGAR DAN METANOL DENGAN KATALISATOR NATRIUM HIDROKSIDA

Moch. Setyadi dan Endang Susiantini

P3TM – BATAN

ABSTRAK

PEMBUATAN METIL ESTER (BIO-DIESEL) DARI MINYAK JARAK PAGAR DAN METANOL. DENGAN KATALISATOR NATRIUM HIDROKSIDA. Telah dilakukan penelitian esterifikasi minyak jarak pagar menggunakan pelarut metanol dan katalisator natrium hidroksida dalam sebuah reaktor batch. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metil ester (bio-diesel) yang dapat digunakan sebagai substitusi minyak diesel dari minyak bumi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa waktu kontak, rasio bahan dan pelarut serta suhu reaksi sangat berpengaruh terhadap hasil proses esterifikasi. Ukuran keberhasilan proses esterifikasi adalah nilai konversi, angka asam, angka penyabunan, bilangan ester dan kecepatan/kemudahan pemisahan antara ester dan gliserol. Untuk esterifikasi minyak jarak pagar 50 ml, kondisi terbaik dicapai pada waktu reaksi 2 jam, rasio bahan/pelarut 50/20 dan suhu reaksi 65 °C . Pada kondisi proses/operasi terbaik diperoleh konversi sebesar 88%, angka asam 0,118, angka penyabunan 187,05, bilangan ester 186,93 dan sangat mudah/cepat terjadi pemisahan antara ester dan gliserol .

ABSTRACT

*PREPARATION OF METHYL ESTER (BIO-DIESEL) FROM CASTOR OIL FENCE AND METHYL ALCOHOL WITH THE CATALYST OF SODIUM HYDROXIDE. The esterification of jarak pagar (*jatropha curcas*) oil using the solvent of methyl alcohol and sodium hydroxide as catalyst in a batch reactor has been done. This research aim is to get methyl ester (bio-diesel) which can be used as a substitution for diesel oil from petroleum. Result of the research indicate that the contact time, feed and solvent ratio and also reaction temperature were very much influenced on the result of esterification process. The effectiveness of the esterification process are conversion value, acid number, saponification number, ester number and the separation rate of ester from glycerol. The optimal condition for 50 ml jarak pagar oil esterification was reached at the contact time of 2 hours, ratio of substance to solvent 50/20 and reaction temperature of 75°C. At those condition, the conversion obtained was 88%, acid number 0,118, saponification number 187,05, ester number 186,93 and the separation of ester from glycerol was very easily occurred.*

PENDAHULUAN

Bio-diesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif dari bahan mentah terbarukan (*renewable*) selain bahan bakar diesel dari minyak bumi. Bio-diesel tersusun dari berbagai macam ester asam lemak yang dapat diproduksi dari minyak-minyak tumbuhan seperti minyak sawit (*palm oil*), minyak kelapa (*palm kernel oil*), minyak jarak (*castor oil*), minyak biji kapok randu, dan masih ada lebih dari 30 macam tumbuhan di Indonesia yang potensial untuk dijadikan sumber energi bentuk cair ini ⁽¹⁾. Bio-diesel bisa digunakan dengan mudah karena dapat bercampur dalam segala komposisi dengan minyak solar dan mempunyai sifat-sifat fisik

yang mirip dengan solar biasa sehingga dapat diaplikasikan langsung untuk mesin-mesin diesel hampir tanpa modifikasi. Disamping itu minyak bio-diesel memiliki kelebihan lain, yaitu dapat terdegradasi dengan mudah (*biodegradable*), 10 kali tidak beracun dibandingkan minyak solar biasa, memiliki angka setana yang lebih baik dari minyak solar biasa, asap buangan biodiesel tidak hitam, tidak mengandung sulfur dan senyawa aromatik sehingga emisi pembakaran yang dihasilkan ramah lingkungan serta tidak menambah akumulasi gas karbondioksida di atmosfer sehingga lebih jauh lagi mengurangi efek pemanasan global atau banyak disebut dengan zero CO₂ emission ⁽¹⁾.

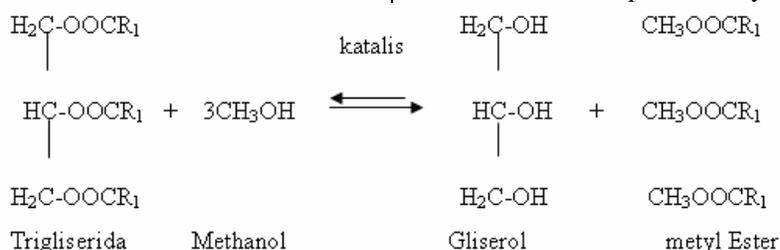
Pemenuhan sumber energi dalam bentuk cair pada sektor transportasi merupakan sektor paling kritis dan perlu mendapat perhatian khusus. Dengan meningkatnya konsumsi solar dalam negeri, berarti import solar adalah hal yang tidak dapat ditunda lagi. Pada saat ini pemenuhan kebutuhan solar dalam negeri dilakukan dengan mengimport sebanyak kurang lebih 25%. Oleh karena itu sudah saatnya dipikirkan pemenuhan kebutuhan dari dalam negeri sendiri dengan cara mencari bahan bakar alternatif lainnya, terutama bahan bakar yang berkesinambungan pengadaannya (*renewable*) dan ramah lingkungan. Salah satu bahan bakar alternatif tersebut adalah minyak bio-diesel. Pengembangan biodiesel di Indonesia dan di dunia menjadi sangat penting seiring dengan semakin menurunnya cadangan bahan bakar diesel dari minyak bumi, isu pemanasan global, serta isu tentang polusi lingkungan. Pengembangan biodiesel didunia sudah dilakukan sejak tahun 1980-an sehingga pada saat ini dibeberapa bagian dunia sudah dilakukan komersialisasi bahan bakar ramah lingkungan ini. Sebagai contoh, di dunia telah ada lebih dari 85 pabrik biodiesel dengan kapasitas 500-120.000 ton/tahun dan pada 7 tahun terakhir ini 28 negara telah menguji coba, 21 diantaranya kemudian memproduksi. Amerika dan beberapa Negara Eropa telah menetapkan Standart Biodiesel. Berbagai bahan baku juga telah dipergunakan seperti, minyak rapeseed (kanola) di Eropa, minyak kedele di Amerika Serikat, minyak kelapa di Filipina, minyak sawit di Malaysia dan lain-lain. Di Hawaii minyak jelantah (minyak goreng bekas) juga telah dipergunakan oleh Hawaii, Pasifik Biodiesel Inc. dengan kapasitas kecil (40 ton/bulan). Di Nagano (Jepang) bahan baku dari 60 fast-food restaurants telah dipakai sebagai bahan bakunya. Sehingga, Biodiesel telah “merebut” 5% pangsa pasar ADO (automotive diesel oil) di Eropa (target Uni-Eropa adalah 12% pada tahun 2010). Malaysia telah mengembangkan pilot plant biodiesel dengan skala 3000 ton/hari dan telah

siap memenuhi kebutuhan solar jika sewaktu-waktu diperlukan. ⁽¹⁾ Sedangkan di Indonesia saat ini sedang dikembangkan penyiapan minyak bio-diesel dari minyak jarak pagar ⁽¹⁾.

Minyak jarak pagar diperoleh dengan cara mengempa biji jarak pagar dan bila perlu diikuti dengan ekstraksi menggunakan normal-heksan atau pelarut lain seperti normal-heptan, di etil eter dan lain-lain. Sinonim jarak pagar adalah *Jatropha acerofelia* salibs, *Jatropha janipha* Blanco, *Curcas indika* Rich, *Curcas purgan* Medik. Jarak pagar masuk dalam familia Euphorbiaceae yang memiliki kandungan kimia sebagai berikut : ^(2,3)

1. Triakontranol, alfa-amirin, kaempesterol, beta-sitosferol, 7-keto-beta-sitosterol, stigmasterol, stigmas-5-en-3-beta-7-alfadiol, viteksin, isoviteksin, dan asam sianida (HCN).
2. Daun mengandung saponin, flavonoida, tannin dan senyawa polifenol.
3. Batang mengandung sponin, flavonoida, tannin dan senyawa polifenol.
4. Getahnya mengandung tannin 11-18%
5. Bijinya mengandung berbagai senyawa alkaloida, saponin, dan sejenis protein beracun yang disebut kursin. Biji mengandung 35-45% minyak lemak, yang terdiri dari berbagai berbagai trigliserida asam palmitat, strearat, dan kurkanolat.

Minyak bio-diesel merupakan bahan bakar mesin diesel yang berasal dari minyak nabati atau hewani dan dapat digunakan pada mesin diesel konvensional, sekalipun tanpa perlu ada modifikasi ataupun dengan penambahan *converted kit*. Bahan bakar dari minyak nabati atau hewani tersebut diproses dengan cara mengubah minyak tumbuhan (minyak jarak), lemak binatang atau minyak goreng bekas menjadi bio-diesel yang disebut transesterifikasi. Transesterifikasi merupakan reaksi bolak-balik yang berjalan lambat, untuk mempercepat reaksi digunakan katalisator misalnya asam sulfat, asam klorida, kalium hidroksida dan natrium hidroksida ⁽⁴⁾. Adapun reaksinya sebagai berikut :



Jika ester yang terbentuk adalah E_o , minyak jarak pagar mula-mula adalah M_{jp} dan konversi X maka konversi dapat dihitung dengan rumus :

$$X = \frac{E_o}{M_{JP}} \times 100\%$$

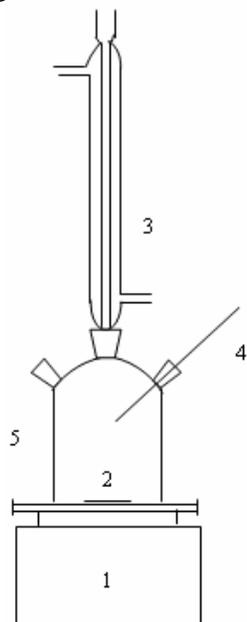
BAHAN, ALAT DAN TATA KERJA

A. Bahan

Sebagai cuplikan percobaan digunakan minyak jarak pagar yang diperoleh dari hasil pengepresan biji jarak pagar kering yang diperoleh dari daerah Samas Bantul (dibeli dari petani). Sebagai pelarut digunakan metanol teknis yang diperoleh (dibeli) dari Toko Kimia Brataco Yogyakarta. Sedangkan sebagai katalisator digunakan NaOH. Disamping itu digunakan pula bahan kimia lain untuk keperluan analisis seperti dietil eter, KOH alkoholis, HCl, indikator pp dan lain-lain.

B. Alat

Peralatan utama yang digunakan adalah seperangkat reaktor batch yang dilengkapi dengan pemanas listrik dan pengaduk magnet, labu pemanas, pendingin balik, termometer, corong pemisah, centrifuge dan seperangkat alat analisis.



Gambar 1. Rangkaian alat esterifikasi

Keterangan gambar :

- | | |
|-------------------------|---------------------|
| 1. Pemanas dan pengaduk | 3. Pendingin balik. |
| 2. Pengaduk magnetik | 4. Termometer |
| 4. Termometer | 5. Reactor batch |

C. Prosedur Penelitian

1. Katalisator (NaOH) sebanyak 1,3 % berat minyak dilarutkan dalam methanol.
2. Perbandingan volume minyak jarak pagar / volume methanol sesuai dengan yang diinginkan (parameter ratio bahan).
3. Minyak jarak pagar sebanyak 50 ml dipanaskan pada suhu reaksi tertentu (parameter suhu).
4. Metanol dan katalisator dimasukkan ke dalam reaktor yang berisi minyak.
5. Pengaduk magnet mulai dihidupkan dengan kecepatan 1630 rpm dan mulai di catat waktunya.
6. Pengadukan dihentikan setelah mencapai waktu reaksi tertentu (parameter waktu) kemudian dilakukan pemisahan ester dari gliserol.
7. Setelah terpisahkan lapisan atas (ester) dan lapisan bawah (gliserol), selanjutnya dilakukan analisis angka asam, angka penyabuan dan dilakukan penghitungan konversi dan bilangan esternya.

D. Analisa Hasil

Untuk analisis angka asam sample ester alkil diambil dan dimasukan ke erlenmeyer. Ditambahkan campuran pelarut dietil eter dan etanol pada perbandingan volume yang sama dan yang telah dinetralkan ke dalam labu enlemeyer, dalam keadaan teraduk kuat titrasi larutan isi labu enlemeyer dengan larutan KOH alkoholik sampai kembali berwarna merah jambu dengan intensitas yang sama seperti pada campuran pelarut yang telah dinetralkan diatas. Warna merah jambu ini harus bertahan 15 detik (FBI-A01-03). Sedangkan untuk analisis angka sabun sample ester alkil diambil dan dimasukan ke dalam erlenmeyer, ditambahkan 50 ml larutan KOH alkoholik dengan pipet yang di biarkan kosong secara alami. Larutan dipanaskan sampai jernih dan homogen. Setelah dingin tambahkan 1 ml larutan indikator fenolftealin ke dalam labu, kemudian dititrasi dengan HCl 0,5 N (FBI-A03-03)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh waktu kontak, perbandingan pereaksi (% volume methanol dari minyak jarak) dan suhu reaksi terhadap reaksi esterifikasi

ditunjukkan oleh besarnya angka penyabunan, angka asam dan bilangan ester pada ester yang dihasilkan. Secara keseluruhan dapat dilihat pada Tabel 1, Tabel 2, Tabel 3, Tabel 4, Gambar 2, Gambar 3, Gambar 4 dan Gambar 5.

1. Pengaruh waktu kontak

Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi, angka penyabunan, angka asam dan bilangan ester dapat dilihat pada Tabel 1 dan Tabel 2 atau pada Gambar 2 dan Gambar 3.

Dari Tabel 1 dan Tabel 2 atau Gambar 2 dan Gambar 3, terlihat bahwa waktu kontak sangat berpengaruh terhadap kesempurnaan reaksi esterifikasi. Hal ini ditunjukkan adanya perubahan konversi maupun bilangan ester. Makin lama waktu kontak maka konversi minyak jarak pagar menjadi ester semakin bertambah. Hal ini disebabkan karena dengan bertambahnya waktu kontak, maka kontak antar komponen semakin baik sehingga reaksi esterifikasi berlangsung lebih sempurna. Namun demikian pada esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar menggunakan katalisator NaOH sebanyak 0,59 gram (1,3% berat minyak), perbandingan pereaksi (metanol 40% volume dari minyak jarak) dan operasi pada suhu kamar, setelah reaksi berjalan sekitar 2 jam, ternyata kenaikan konversi dan bilangan ester relatif tidak ada. Hal ini disebabkan karena reaksi esterifikasi telah mencapai titik kejenuhan, sehingga dapat ditetapkan bahwa waktu kontak optimum adalah 2 jam.

2. Pengaruh perbandingan pereaksi dan suhu reaksi terhadap proses esterifikasi.

Pengaruh perbandingan pereaksi (% berat metanol dari minyak jarak pagar) dan suhu reaksi terhadap angka penyabunan, angka asam dan bilangan ester dapat dilihat pada Tabel 3 dan Tabel 4 atau Gambar 4 dan Gambar 5.

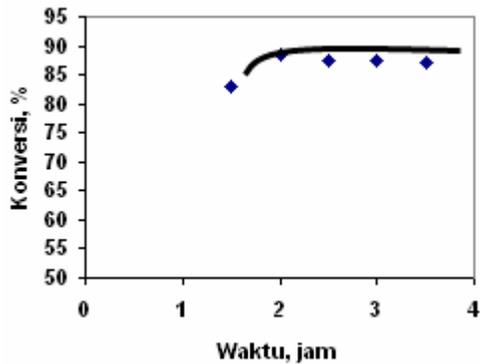
Dari Tabel 3 atau Gambar 4, terlihat bahwa perbandingan pereaksi (% metanol dari minyak jarak) pada kisaran antara 40% metanol sampai dengan 80% metanol, menunjukkan adanya perbedaan hasil esterifikasi, baik dilihat dari angka penyabunan, angka asam maupun bilangan esternya, walaupun kenaikannya relatif kecil. Hal ini disebabkan karena semakin banyak metanol yang digunakan maka viskositas larutan makin berkurang (larutan semakin encer) sehingga kontak antar senyawa yang ada semakin baik (reaksi esterifikasi makin sempurna). Namun demikian karena pada penggunaan metanol 40% saja, eksese pelarut sudah lebih dari 100% maka kenaikan bilangan ester pada penggunaan metanol lebih dari 40% sudah relatif kecil. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar menggunakan pelarut metanol dan katalis NaOH 1,3% selama 2 jam pada suhu kamar, maka perbandingan pereaksi optimal adalah 40% metanol. Pada kondisi ini diperoleh ester dengan angka asam 182,49, angka asan 0,242 dan bilangan ester 182,248 meningkat.

Tabel 1. Pengaruh waktu kontak terhadap konversi minyak jarak menjadi ester pada esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar menggunakan katalisator NaOH sebanyak 0,59 gram (1,3% berat minyak), perbandingan pereaksi (metanol 40% volume dari minyak jarak) dan operasi pada suhu kamar.

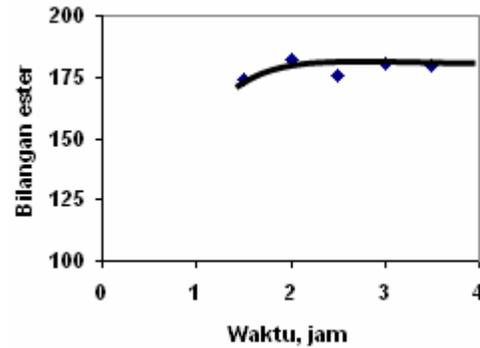
No.	Waktu kontak (jam)	Keterangan				Konversi (% berat)
		Fase atas (ml)	Fase atas (gram)	Fase bawah (ml)	Fase bawah (gram)	
1	1,5	43,39	37,70	15,20	15	82,89
2	2	46,20	40,20	13,36	13	88,39
3	2,5	45,81	39,80	9,10	8,90	87,51
4	3	45,72	39,72	9,30	8,76	87,33
5	3,5	45,56	39,60	9,48	9,20	87,07

Tabel 2. Pengaruh waktu reaksi terhadap bilangan ester pada esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar menggunakan katalisator NaOH sebanyak 0,59 gram (1,3% berat minyak), rasio minyak dan metanol 5/2 dan operasi pada suhu kamar.

No.	Waktu kontak (jam)	Angka penyabunan	Angka asam	Bilangan ester
1	1,5	174,23	0,154	174,076
2	2	182,49	0,242	182,248
3	2,5	175,61	0,187	175,423
4	3	180,57	0,110	180,460
5	3,5	179,63	0,110	179,520



Gambar 2. Grafik hubungan antara waktu reaksi dengan konversi



Gambar 3. Grafik hubungan antara waktu reaksi dengan bilangan ester

Tabel 3. Hubungan antara perbandingan pereaksi dengan angka penyabunan, angka asam dan bilangan ester pada proses esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar menggunakan katalisator NaOH 0,59 gram (1,3 % berat minyak), waktu kontak 2 jam dan operasi pada suhu kamar.

No.	Perbandingan pereaksi (metanol), %	Angka penyabunan	Angka asam	Bilangan ester
1	40	182,49	0,242	182,248
2	50	183,61	0,128	183,482
3	60	187,05	0,097	186,953
4	70	188,89	0,098	188,792
5	80	189,35	0,108	189,242

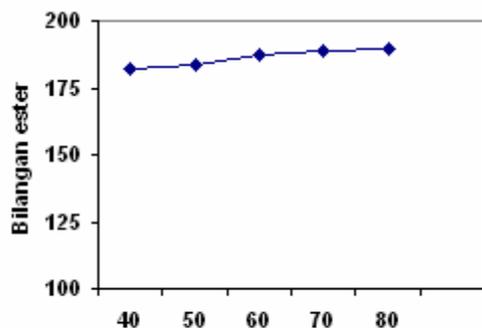
Tabel 4. Hubungan antara suhu reaksi dengan angka penyabunan, angka asam dan bilangan ester pada proses esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar menggunakan katalisator NaOH 0,59 gram (1,3% berat minyak), waktu kontak 2 jam dan perbandingan pereaksi 40% metanol.

No.	Suhu reaksi (°C)	Angka penyabunan	Angka asam	Bilangan ester
1	Suhu kamar	182,49	0,242	182,248
2	40	181,32	0,088	181,232
3	50	187,05	0,118	186,932
4	60	180,74	0,110	180,630
5	65-70	187,05	0,118	186,932

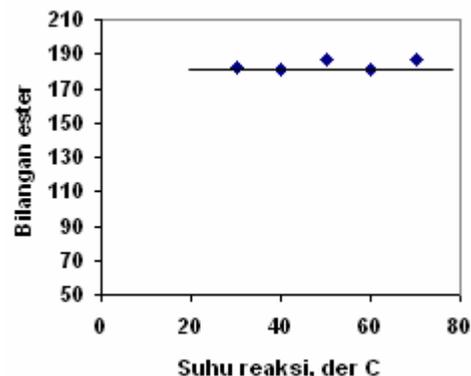
Pengaruh suhu reaksi terhadap hasil esterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4 atau Gambar 5. Dari Tabel 4 atau Gambar 5, terlihat bahwa suhu reaksi tidak banyak berpengaruh terhadap hasil esterifikasi. Hal ini dapat dilihat dari ester yang dihasilkan pada proses esterifikasi pada suhu yang berbeda, tidak

menunjukkan adanya perbedaan signifikan terhadap angka asam, angka penyabunan dan bilangan esternya. Namun demikian, apabila ditinjau dari akhir proses esterifikasi, terutama pada tahapan pemisahan ester dari gliserol, maka ada satu perbedaan yang sangat mencolok. Pada suhu 65 C sampai dengan 70 C, proses

pemisahan sangat mudah, sedangkan pada suhu kamar sampai dengan 60 C, pemisahan ester dari gliserol membutuhkan waktu yang cukup lama. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa suhu terbaik adalah 65 – 70 C.



Gambar 4. Grafik hubungan antara perbandingan pereaksi dengan bilangan ester



Gambar 5. Grafik hubungan antara suhu reaksi dengan bilangan ester

Berikut ini ditampilkan hasil pemeriksaan sifat-sifat fisis metil ester (bio-diesel) setelah dilakukan pencucian 2-3 kali dan destilasi vakum 2 tahap untuk menurunkan kadar air dalam metil ester.

Tabel 5. Sifat-sifat fisis metil ester (bio-diesel) hasil pemeriksaan (analisis) menggunakan metode standar ASTM.

No.	Jenis Pemeriksaan	Hasil Pemeriksaan	Metode Pemeriksaan	Standar ASTM
1	Specific gravity at 60/60 °F	0,8845	ASTM D 1298	0,875-0,900 (density at 15°C ISO 3675)
2	Viscosity Kinematic at 100°F	5,159	ASTM D 445	1,9 - 6,0
4	Pour Point, oF	40	ASTM D 97	65 max
5	Conradson Carbon Residue, % wt	0,017	ASTM D 189	0,050 max
6	Water Content, % vol	0,2	ASTM D 95	0,25 max
7	Sediment, % wt	0,0073	ASTM D 473	0,050 max
8	Ash, % wt	0,0085	ASTM D 482	0,020 max
9	Flash Point Cleveland Open Cup, oC	194	ASTM D 92	100 min
10	Colour ASTM	0,5	ASTM D 1500	

Dari data pada Tabel 5 di atas terlihat bahwa hasil pemeriksaan sifat-sifat fisis metil ester (bio-diesel) hasil penelitian memenuhi standar ASTM. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa metil ester (bio-diesel) hasil penelitian memenuhi syarat sebagai bahan bakar mesin diesel dan dapat digunakan sebagai pengganti bahan bakar mesin diesel dari minyak bumi.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan :

1. Metil ester (minyak biodiesel) dapat dibuat dari minyak jarak pagar melalui proses

esterifikasi menggunakan methanol dengan katalisator NaOH.

2. Pada esterifikasi 50 ml minyak jarak pagar dengan menggunakan katalisator NaOH 0,59 gram dan kecepatan pengadukan \pm 1630 rpm maka kondisi proses/operasi esterifikasi terbaik (optimum) adalah waktu kontak 2 jam, perbandingan pereaksi 40% methanol dan suhu reaksi 65°C-70°C.
3. Hasil yang diperoleh pada kondisi optimum proses/operasi adalah metil ester (bio-diesel) dengan angka penyabunan 182,248, angka asam 0,242 dan bilangan ester 182,248 dengan konversi 88,4%.

4. Pada kondisi optimum proses/operasi, ester yang terbentuk sangat mudah/cepat dipisahkan dari gliserol.
5. Metil ester (bio-diesel) yang diperoleh memenuhi standar ASTM sebagai bahan bakar mesin diesel

UCAPAN TERIMAKASIH

Pada kesempatan ini penulis menyampaikan ucapan trimakasih pada Sdr. Masromin, Iit Rudjito dan Sdr. Bambang Rochmat yang telah membantu melakukan penelitian hingga penulisan makalah ini.

DAFTAR PUSTAKA

1. FORUM BIODIESEL INDONESIA, wisma suar : Jl. Keramat Jaya No.9, Tanjung Priok, Jakarta 14260
2. KETAREN, S., 1986, "Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan", Edisi 1, hal. 242-246, Penerbit Universitas Indonesia Jakarta.
3. KETAREN, S., 1987, "Minyak Atsiri", jilid I, hal. 322-329, Penerbit Universitas Indonesia Jakarta.
4. KIRK, R.E AND OTHMER, D.F., 1981, "Encyclopedia of Chemical Technology", 3 ed., vol 9, John Wiley & Sons, New York.

5. <http://www.biodiesel.org/repors/GEN-005.html>, "Production and testing of metyl and ethyl ester"
6. <http://www.Journeytoforever.org/biodiesel.aleks.html>, "The Two-stage adaption of Mike Pelly's biodiesel recipe"
7. <http://www.jarakpagar.org/p3to.html>, "jatropa Curcas, L."
8. PERRY'S AND GREEN, D.E., 1984, "Perry's Chemical Engineers' Hand Book", 6th., pp.3-28, McGraw-Hill Book Company, Inc., New York.

TANYA JAWAB

Ch. Wariyah

- Rendemen metil eseter?
- Efisiensi dibanding solar?

Moch. Setyaji

- 88,4% dari minyak jarak ; 30% dari biji jarak.
- Aplikasi belum, tapi polusi <<, perhitungan harga Rp. 8.600/liter bisa bersaing dengan solar yang tanpa subsidi.