

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil

Hasil penelitian yang diperoleh dalam penelitian ini dilampirkan pada tabel 4.1

Tabel 4.1 Hasil Penelitian

	Katalis		
	3%	5%	7%
<i>Yield</i> (%)	73.68	88.92	93.28
Densitas (gr/cm ³)	0.8177	0.7980	0.7875
Viskositas mm ² /s	4.806	4.130	3.949

4.2 Pembahasan

4.2.1 Preparasi Katalis CaO dari Cangkang Keong Mas

Katalis CaO diperoleh dengan cara memanaskan serbuk cangkang keong mas pada suhu 110°C selama 24 jam. Proses tersebut bertujuan agar kandungan air didalam cangkang menguap, sehingga cangkang tersebut mempunyai kadar air yang rendah.

Selanjutnya cangkang keong mas yang sudah kering dikalsinasi pada suhu 900°C dengan *Furnnace* selama 2 jam. Kalsinasi tersebut bertujuan agar senyawa karbon dioksida (CO₂) terbentuk melalui penguraian senyawa kalsium karbonat (CaCO₃) menjadi kalsium oksida (CaO). Reaksi dekomposisi CaCO₃ menjadi CaO seperti pada persamaan 4.1.

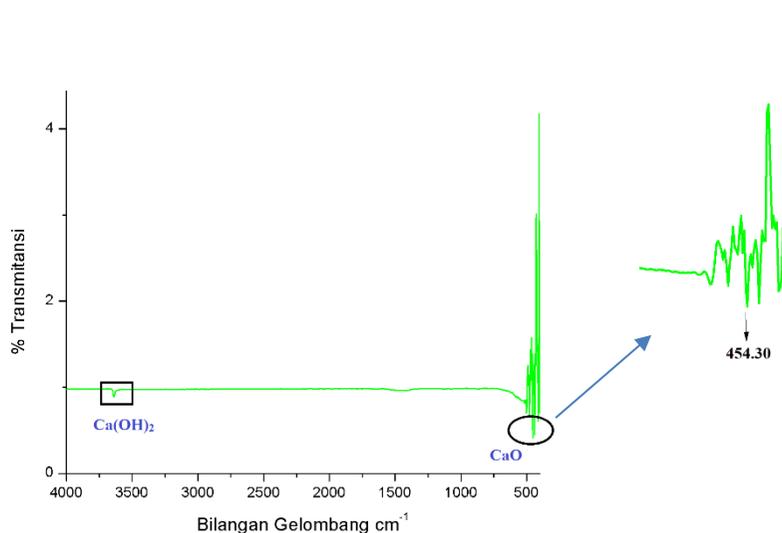


Kalsinasi merupakan proses pembakaran tahap awal yang juga berfungsi untuk menghilangkan kandungan senyawa organik, sehingga menghasilkan oksida dalam bentuk serbuk yang murni.

Pada temperatur di bawah 600°C, air dan senyawa organik akan hilang, sementara pada temperatur 700 – 800°C. karbon dioksida akan terurai dan terlepas dari cangkang keong mas, sehingga untuk mendapatkan katalis CaO yang baik, temperatur digunakan harus >800°C [38].

Cangkang keong memiliki kandungan mineral utama berupa kalsium karbonat. Secara spesifik, mineral CaCO₃ mengandung 56,03% CaO dan 43,97% CO₂ [49]. Berdasarkan penelitian Rezkiani (2018)[19], cangkang keong mas hasil kalsinasi pada suhu 900°C menunjukkan komponen yang paling banyak yaitu CaO sebesar 95,60% kemudian sisanya merupakan senyawa lain yang persentasenya sangat kecil salah satunya yaitu SiO₂ 3,05% dan senyawa-senyawa yang lain persentasenya di bawah 1%.

Cangkang keong mas hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengkonfirmasi senyawa CaO dan CaCO₃. Spektrum inframerah dari katalis CaO dapat dilihat pada gambar 4.1.



Gambar 4.1 Spektrum FTIR katalis CaO.

Berdasarkan gambar 4.1 katalis CaO dianalisis pada bilangan gelombang antara 4000-400 cm^{-1} . Serapan pada bilangan gelombang 4000–3500 cm^{-1} merupakan serapan dari gugus -OH. Prasetyoko, (2014) gugus -OH (hidroksil) dari spektrum ditunjukkan pada bilangan gelombang 3645 cm^{-1} . Serapan gugus -OH pada bilangan gelombang 4000–3500 cm^{-1} berasal dari Ca(OH)_2 , karena CaO dikenal memiliki sifat higroskopis sehingga sangat mudah menyerap uap air sehingga membentuk Ca(OH)_2 [18]. Serapan Ca-O pada sampel terlihat pada bilangan gelombang 454 cm^{-1} Mohardi (2013) menyatakan bahwa gugus CaO terlihat pada bilangan gelombang dibawah 600 cm^{-1} , yaitu 354 cm^{-1} . Selanjutnya tidak ditemukannya puncak serapan karakteristik pada bilangan gelombang 1800 – 800 cm^{-1} , menandakan bahwa CaCO_3 yang terkandung dalam cangkang keong mas telah terdekomposisi sempurna [51].

4.2.2 Uji Aktivitas Katalis melalui Reaksi Transesterifikasi

4.2.2.1. Penentuan Kadar FFA

Minyak jelantah yang digunakan dalam reaksi harus memiliki kandungan FFA yang rendah (< 2%), kandungan FFA yang tinggi dalam minyak jelantah dapat menyebabkan pembentukan sabun. Oleh karena itu, sebelum digunakan dalam reaksi, minyak jelantah terlebih dahulu diperiksa kadar FFA melalui proses titrasi.

Titrasi kadar FFA menggunakan NaOH yang telah distandardisasi sebagai titran. Hasil analisis kadar FFA dalam minyak jelantah diperoleh sebesar 0,89%. Kadar FFA yang diperoleh tergolong rendah, sehingga proses produksi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dapat langsung menggunakan minyak jelantah tersebut tanpa melalui reaksi esterifikasi.

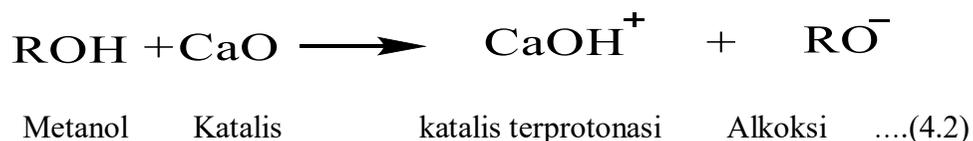
4.2.2.2. Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi minyak jelantah menggunakan variasi jumlah katalis 3%, 5% dan 7% dengan perbandingan molar metanol : minyak yaitu 30 : 1. Secara perhitungan kimia, proses transesterifikasi untuk menghasilkan metil ester memerlukan metanol sebanyak 3 mol untuk 1 mol trigliserida. Metanol berfungsi sebagai reaktan dan pelarut trigliserida. Oleh karena itu, penggunaan metanol berlebih dapat mendukung pembentukan spesi metoksi pada permukaan CaO, sehingga mengakibatkan penambahan jumlah produk [52].

Reaksi transesterifikasi dilakukan selama 2 jam pada kondisi suhu 65°C dengan laju pengadukan yang tetap. Menurut Wahyuni [34], suhu reaksi dapat digunakan pada rentang suhu 30 - 65°C. Suhu reaksi yang digunakan mendekati titik didih alkohol. Suhu tertinggi dilakukan dengan mempertimbangkan titik didih metanol. Jika suhu reaksi yang digunakan lebih tinggi dari titik didih metanol, maka sebelum bereaksi dengan trigliserida metanol akan menguap terlebih dahulu, sehingga konversi asam lemak menjadi tidak maksimal [53].

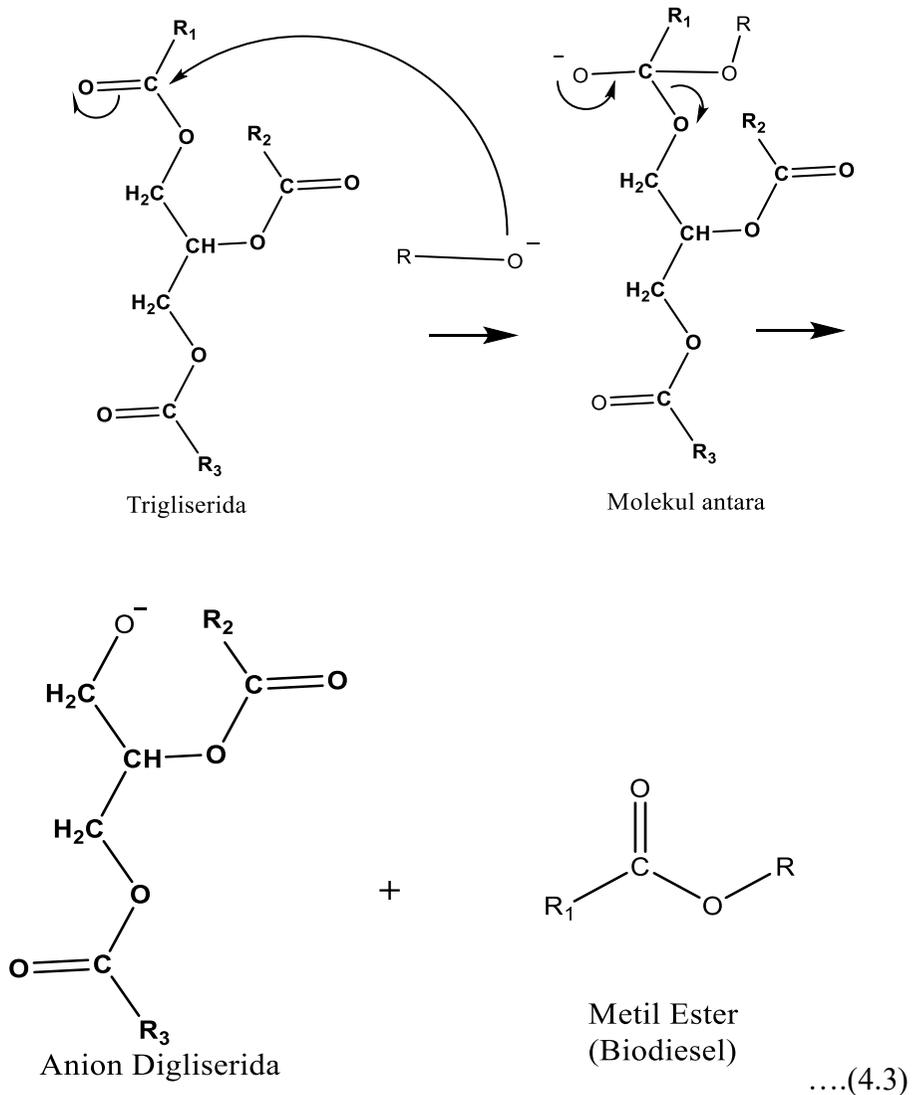
Asam palmitat merupakan kandungan asam lemak tertinggi pada minyak jelantah, asam palmitat merupakan rantai asam lemak pada gugus R1, R2 dan R3. Adapun reaksi transesterifikasi berlangsung dalam beberapa tahap yaitu :

Tahap 1 Pembentukan Alkoksi



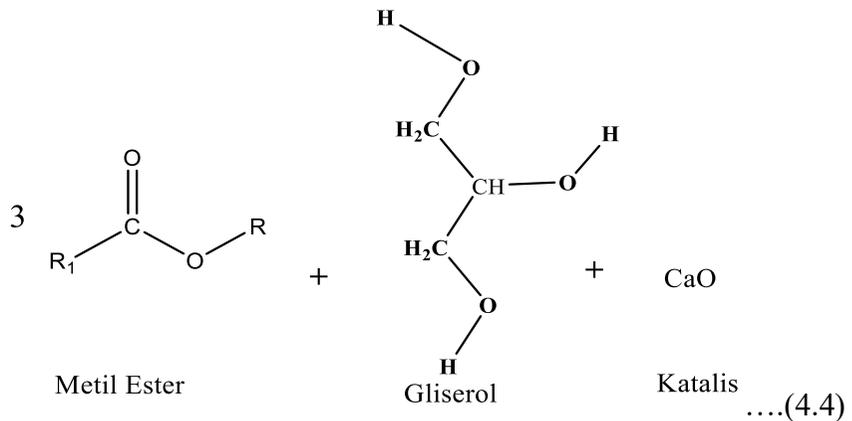
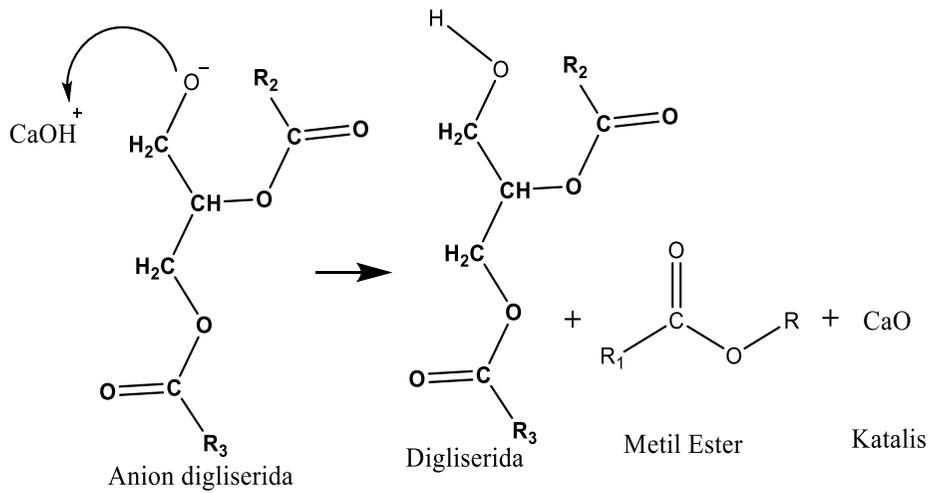
katalis basa dan alkohol bereaksi menghasilkan senyawa alkoksi dan menyebabkan katalis terprotonasi (persamaan 4.2).

Tahap 2 pembentukan biodiesel



Alkoksi yang merupakan nukleofilik akan menyerang gugus karbonil (elektrofilik) pada trigliserida, sehingga terbentuk metil ester yang diikuti dengan penataan ulang molekul antara untuk membentuk anion digliserida (persamaan 4.3).

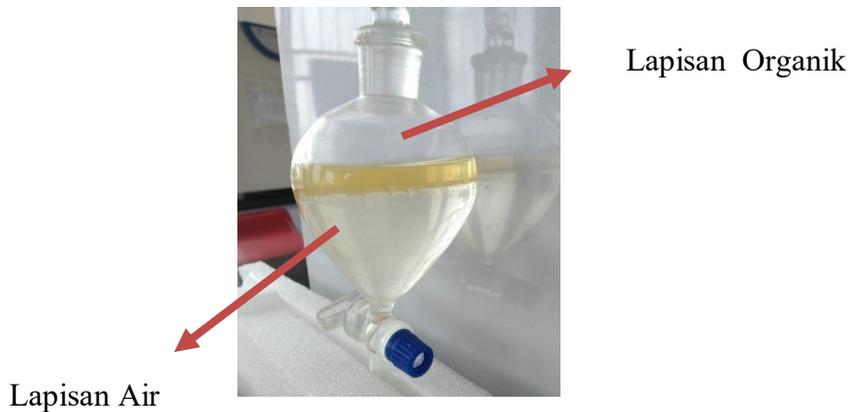
Tahap 3 deprotonasi katalis



Deprotonasi katalis menghasilkan molekul digliserida, selanjutnya alkoksi akan menyerang gugus karbonil lain dalam molekul digliserida sehingga membentuk satu mol metil ester dan monogliserida. Reaksi akan berlanjut hingga terbentuk gliserol dan metil ester (persamaan 4.4).

Selanjutnya setelah reaksi selesai, campuran terbentuk menjadi 3 lapisan, yaitu lapisan berwarna bening (metanol), lapisan kuning bening (biodiesel dan gliserol) dan lapisan keruh (katalis). Prasetyoko [50], hasil produk transesterifikasi setelah didiamkan terbentuk 3 lapisan. Lapisan *aqueous* (metanol sisa) lapisan tengah metil ester (biodiesel), gliserol, dan lapisan bawah katalis yang tidak bereaksi.

Selanjutnya campuran biodiesel dan gliserol direaksikan dengan larutan n-heksana. Penambahan n-heksana bertujuan untuk memisahkan dan mengekstrak metil ester. Campuran terbentuk menjadi 2 lapisan yaitu lapisan organik (biodiesel dalam n-heksana), dan lapisan air yang merupakan gliserol dan sisa metanol (Gambar 4.2 Irsan, 2017 [54], hasil pemisahan biodiesel terbentuk menjadi dua fasa yaitu lapisan metil ester berwarna kuning bening, sedangkan lapisan berwarna kuning dengan sedikit lebih pekat.



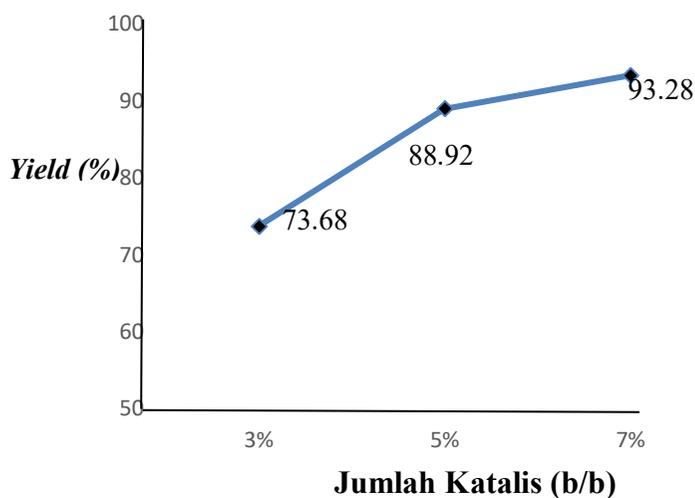
Gambar 4.2 Hasil reaksi transesterifikasi

Selanjutnya lapisan atas yang diperoleh diuapkan untuk menghilangkan n-heksana, suhu yang digunakan berdasarkan pada titik didih n-heksana yaitu 68°C . Biodiesel ditimbang untuk mengetahui jumlah

biodiesel yang dihasilkan. Biodiesel hasil transesterifikasi dianalisa dengan GCMS, tujuannya adalah untuk mengetahui komposisi metil ester dan *yield* biodiesel. Hasil Analisa GCMS (tabel 4.1) menunjukkan bahwa metil ester tertinggi adalah metil palmitat. Senyawa metil palmitat tersebut, sesuai dengan kandungan asam lemak palmitat yang terdapat pada bahan baku minyak. Selanjutnya berdasarkan hasil perhitungan, *yield* variasi jumlah katalis dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Tabel 4.2 Persentase kandungan tertinggi hasil GCMS.

No	Katalis (%)	Persentase	Kandungan tertinggi
1.	3	56.72 %	Metil palmitat
2.	5	47.62 %	Metil palmitat
3.	7	53.01 %	Metil palmitat

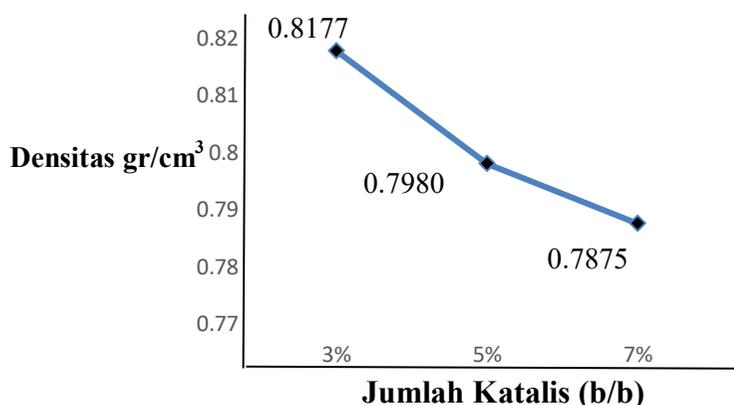


Gambar 4.3 Hubungan Jumlah Katalis terhadap *Yield* Biodiesel.

Gambar 4.3 menyatakan bahwa semakin tinggi jumlah katalis, *yield* biodiesel yang dihasilkan akan semakin tinggi. Bertambahnya jumlah variasi katalis memberikan pengaruh peningkatan konversi asam lemak menjadi ester. Kandungan jumlah CaO yang tinggi meningkatkan aktifitas katalis sehingga hasil *yield* biodiesel semakin tinggi [27]. Faktor kemurnian biodiesel merupakan salah satu pengaruh dari nilai *yield* biodiesel, faktor kemurnian menyatakan komposisi metil ester yang terkandung dalam biodiesel.

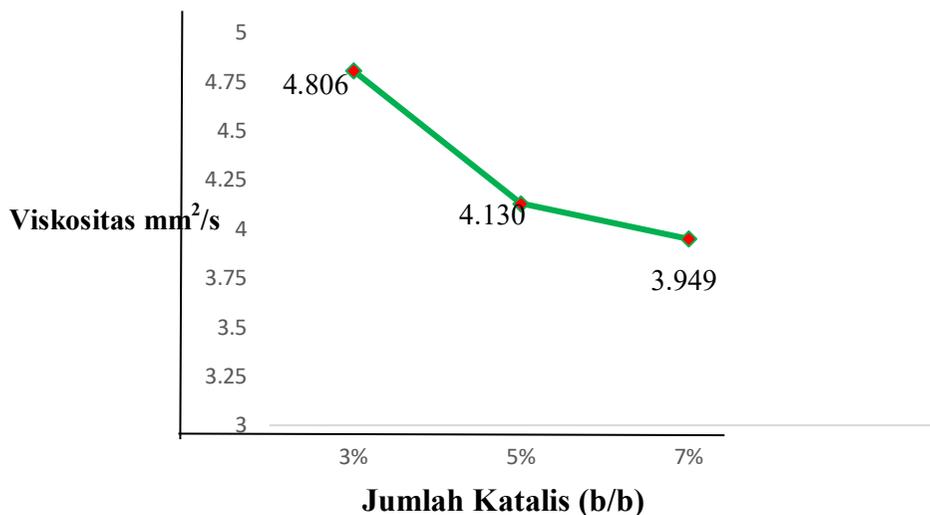
4.2.3 Uji Karakteristik Biodiesel

Uji karakteristik biodiesel dilakukan untuk membandingkan mutu biodiesel dengan standar mutu biodiesel menurut SNI 7128:2015. Adapun uji karakteristik yang dilakukan meliputi uji densitas dan viskositas. Berdasarkan hasil pengujian yang dilakukan, nilai densitas pada sampel dengan variasi jumlah katalis 3%, 5%, dan 7% berturut-turut adalah 0,8117 gr/ cm³, 0,7980 gr/cm³, dan 0,7875gr/ cm³ (Gambar 4.4), sedangkan viskositas berturut-turut adalah 4.806 mm²/s, 4.130 mm²/s, dan 3.949 mm²/s (Gambar 4.5). Hasil tersebut mendekati nilai densitas dan viskositas SNI 7182:2015 yaitu 0,85 – 0,89 g/cm³ dan 2,3 – 6,0 mm²/s.



Gambar 4.4 Hubungan Jumlah Katalis terhadap densitas.

Gambar 4.4 menunjukkan hubungan densitas dan jumlah katalis. Densitas biodiesel dipengaruhi oleh konversi asam lemak. Densitas asam lemak lebih tinggi dari metil ester, karena jumlah rantai karbon asam lemak lebih panjang dan ikatan rangkap yang lebih banyak dibandingkan metil ester, sehingga semakin tinggi konversi asam lemak maka densitas akan kecil. Selain itu, faktor kemurnian metil ester juga berpengaruh pada nilai densitas biodiesel.



Gambar 4.5 Hubungan Jumlah Katalis terhadap viskositas.

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa semakin tinggi jumlah katalis yang digunakan maka viskositas yang dihasilkan akan semakin kecil. Hal tersebut dikarenakan peningkatan jumlah katalis meningkatkan *yield* biodiesel. Semakin tinggi *yield* biodiesel konversi asam lemak menjadi metil ester semakin tinggi sehingga viskositas akan semakin kecil. Selain itu komposisi pengotor seperti digliserida atau monogliserida dapat meningkatkan

viskositas. Molekul digliserida dan monogliserida memiliki ikatan hidrogen yang berasal dari gugus hidroksi. Ikatan tersebut dapat meningkatkan nilai kerapatan biodiesel. Sebaliknya jika biodiesel mengandung sedikit pengotor kerapatan biodiesel akan menurun [26].

