

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil

4.1.1. Hasil penentuan asam lemak bebas dan kandungan air

Analisa awal yang dilakukan pada sampel CPO (*Crude Palm Oil*) yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel berkatalis kalsium oksida (CaO) adalah menentukan kandungan asam lemak bebas dan kandungan air. Hasil yang diperoleh, kandungan asam lemak bebas 3,722% dan kandungan air 0,367% seperti dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil penentuan asam lemak bebas dan kandungan air dari sampel CPO

No.	Parameter	Kandungan (%)
1.	Kandungan asam lemak bebas	3,722
2.	Kandungan air	0,367

4.1.2. Hasil perolehan biodiesel rata-rata

Pembuatan biodiesel dengan bahan baku CPO didahului dengan proses esterifikasi, yaitu dengan tujuan mengurangi kandungan asam lemak bebas (FFA). Pada proses esterifikasi dosis katalis, waktu reaksi, suhu reaksi dan perbandingan molar metanol terhadap sampel CPO tidak divariasikan, sedangkan pada proses transesterifikasi parameter reaksi tersebut divariasikan. Tabel 5 menunjukkan hasil perolehan ester rata-rata melalui proses esterifikasi sampel CPO. Pada tabel 5 dapat dilihat bahwa terjadinya perbedaan dalam perolehan hasil ester, hal ini dikarenakan terbentuknya emulsi yang berbeda dalam setiap kali penyucian. Tabel 6 menunjukkan hasil perolehan biodiesel rata-rata melalui proses transesterifikasi dari berbagai variasi. Variasi suhu reaksi yang digunakan 60°C, 70°C, dan 80°C, waktu reaksi 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 jam., jumlah katalis CaO 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 gr, dan perbandingan molar metanol/minyak 6:1; 9:1; dan 12:1.

Tabel 5. Hasil perolehan esterifikasi rata-rata

Perlakuan (P)	Minyak (gr)	Suhu reaksi (°C)	Waktu reaksi (Jam)	H₂SO_{4p} (gr)	n(metanol)/ n(minyak)	Emulsi (gr)	Berat hilang (gr)	Hasil esterifikasi (gr)
P ₁	100	70	3	1	6:1	0,997	1,231	98,541
P ₂	100	70	3	1	6:1	2,564	3,206	93,206
P ₃	100	70	3	1	6:1	11,844	1,709	90,006
P ₄	100	70	3	1	6:1	7,178	0,711	94,148
P ₅	100	70	3	1	6:1	1,183	1,393	98,609
P ₆	100	70	3	1	6:1	9,218	1,000	91,384
P ₇	100	70	3	1	6:1	4,785	2,025	94,049
P ₈	100	70	3	1	6:1	0,741	1,362	100,528
P ₉	100	70	3	1	6:1	2,364	1,951	97,764
P ₁₀	100	70	3	1	6:1	9,495	1,725	90,888
P ₁₁	100	70	3	1	6:1	4,752	1,303	95,501
P ₁₂	100	70	3	1	6:1	4,447	2,038	97,249
P ₁₃	100	70	3	1	6:1	4,118	2,386	94,609
P ₁₄	100	70	3	1	6:1	3,117	1,551	95,689

Tabel 6. Hasil perolehan biodiesel rata-rata melalui proses transesterifikasi dengan berbagai variasi yang berbeda

Perlakuan (P)	Hasil esterifikasi (gr)	Suhu reaksi (°C)	Waktu reaksi (Jam)	CaO (gr)	n(metanol) / n(minyak)	Emulsi (gr)	Berat hilang (gr)	Gliserol (gr)	Biodiesel (gr)	Biodiesel (%)
P ₁	98,541	60	1,5	1,5	6:1	18,802	3,264	26,443	58,588	58,588
P ₂	98,362	70	1,5	1,5	6:1	13,856	2,939	25,802	68,088	68,088
P ₃	90,006	80	1,5	1,5	6:1	23,683	1,160	27,177	62,231	62,231
P ₄	94,148	70	0,5	1,5	6:1	46,666	1,722	20,495	29,964	29,964
P ₅	98,609	70	1,0	1,5	6:1	44,896	4,222	21,933	40,291	40,291
P ₆	91,384	70	1,5	1,5	6:1	7,846	3,836	18,975	74,173	74,173
P ₇	94,049	70	2,0	1,5	6:1	10,401	4,058	21,899	67,764	67,764
P ₈	100,528	70	1,5	0,5	6:1	49,728	2,615	25,865	29,085	29,085
P ₉	97,764	70	1,5	1,0	6:1	45,207	2,506	30,972	33,042	33,042
P ₁₀	90,888	70	1,5	1,5	6:1	10,088	2,470	17,861	73,648	73,648
P ₁₁	95,501	70	1,5	2,0	6:1	29,312	2,947	10,805	58,370	58,370
P ₁₂	97,249	70	1,5	1,5	6:1	13,839	2,366	19,362	71,203	71,203
P ₁₃	94,609	70	1,5	1,5	9:1	14,554	1,032	18,129	74,595	74,595
P ₁₄	95,689	70	1,5	1,5	12:1	16,557	3,057	31,558	70,817	70,817

4.1.3. Hasil karakterisasi sifat biodiesel

Biodiesel yang diperoleh dari sampel CPO ini kemudian dikarakterisasi sifat-sifatnya. Karakterisasi yang dilakukan meliputi penentuan bilangan asam, kandungan air, massa jenis, viskositas serta titik nyala dan hasilnya dapat dilihat pada tabel 7.

Tabel 7. Hasil perbandingan karakterisasi sifat biodiesel dengan standar biodiesel SNI-04-7182-2006.

No.	Parameter	Biodiesel	Standar biodiesel
1.	Bilangan asam , mg KOH/g	0,542	Maks 0,8
2.	Kandungan air, %-v	0,046	Maks 0,05
3.	Massa jenis pada 40°C, Kg/m ³	886	850-890
4.	Viskositas pada 40°C, mm ² /s	3,360	2,3-6,0
5.	Titik nyala, °C	175	Min 100

4.1.4. Hasil uji kemurnian biodiesel terhadap CPO

Biodiesel yang dihasilkan diuji kemurniannya terhadap sampel CPO, yaitu melalui uji kromatografi lapis tipis (KLT). Tabel 8 menunjukkan harga rata-rata R_f dari sampel (CPO) dan biodiesel.

Tabel 8. Hasil uji kemurnian biodiesel terhadap sampel dengan metode KLT

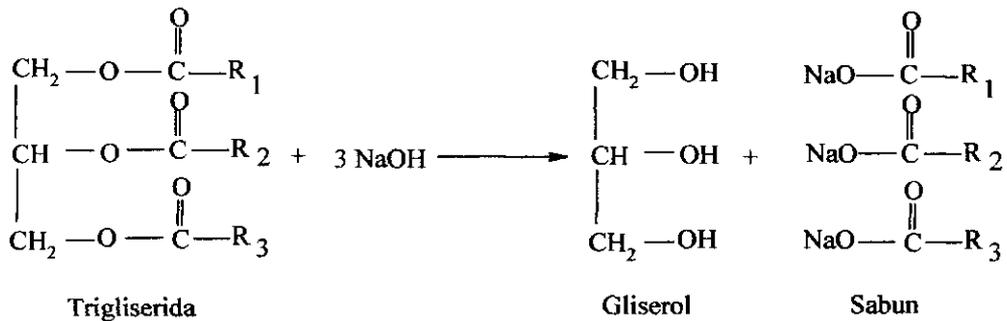
Cuplikan	Eluen	Bercak noda	Rata-rata nilai R_f
Sampel CPO	Etil asetat : Metanol 4 : 1	Memanjang	0,63
Biodiesel		Bulat	0,87

4.2. Pembahasan

4.2.1. Penentuan asam lemak bebas dan kandungan air CPO

Keberhasilan produksi biodiesel sangat ditentukan oleh besarnya kandungan air dan asam lemak bebas dari bahan baku yang digunakan. Kandungan air merupakan faktor yang lebih dominan bila dibandingkan dengan kandungan asam lemak bebas minyak, karena besarnya kandungan air minyak harus kecil dari

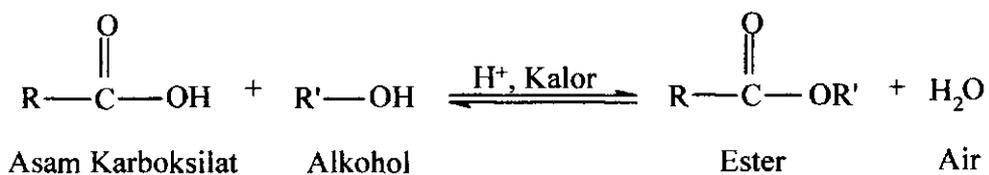
0,06% sedangkan besarnya kandungan asam lemak bebas harus kecil (0,5% - 1%) (Ma dan Hanna 1999). Jika kandungan air dan asam lemak bebas terlalu tinggi dalam reaksi, maka sabun akan terbentuk terlebih dahulu membentuk emulsi, sehingga reaksi metanolisis tidak dapat terjadi (Haryanto, 2002). Asam lemak bebas akan bereaksi dengan katalis dan menyebabkan terbentuknya sabun (proses saponifikasi) (Ketaren, 1986).



Gambar 8. Reaksi saponifikasi

Sumber: (Ketaren, 1986)

Dari data yang diperoleh (tabel 4), dapat dilihat bahwa CPO memiliki kandungan asam lemak bebas yang cukup tinggi (3,722%). Oleh sebab itu harus dilakukan proses pendahuluan untuk menurunkan kandungan asam lemak bebas CPO. Menurut Serio dkk (2005) salah satu cara untuk menurunkan kadar asam lemak bebas adalah melalui proses esterifikasi, yaitu dengan menambahkan katalis asam (H_2SO_4) ke dalam sampel.

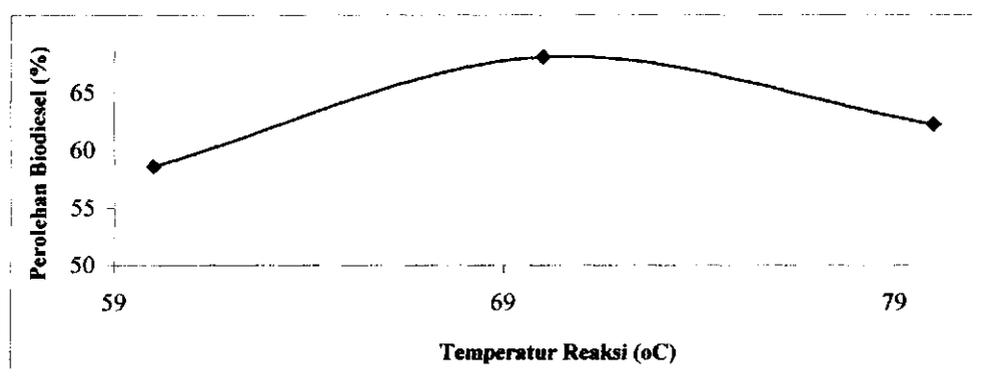


Gambar 9. Reaksi esterifikasi asam karboksilat dengan alkohol

Sumber: (Fessenden, 1994)

Umumnya, dalam suatu reaksi kimia jika temperatur dinaikkan maka laju reaksi untuk menghasilkan produk akan semakin cepat. Tetapi pada penelitian ini temperatur optimum dicapai pada suhu 70°C. Hal ini sesuai dengan kisaran dari titik didih metanol pada suhu 65°C. Jika temperatur reaksi yang digunakan kurang atau melebihi dari titik didih metanol, maka konversi biodiesel yang dihasilkan akan sedikit.

Hasil produktifitas biodiesel rata-rata dapat dilihat pada tabel 6 dengan perolehan biodiesel maksimum pada temperatur 70°C sebesar 68,088%, sedangkan perolehan biodiesel dari minyak jarak pagar yang dilakukan oleh Huaping dkk (2006) mencapai 92,3% pada temperatur yang sama. Hal ini mungkin disebabkan oleh perbedaan kemurnian dari bahan baku yang digunakan. Gambar 11 menunjukkan peningkatan perolehan biodiesel dari temperatur 60°C ke temperatur 70°C.



Gambar 11. Variasi temperatur reaksi vs hasil perolehan biodiesel

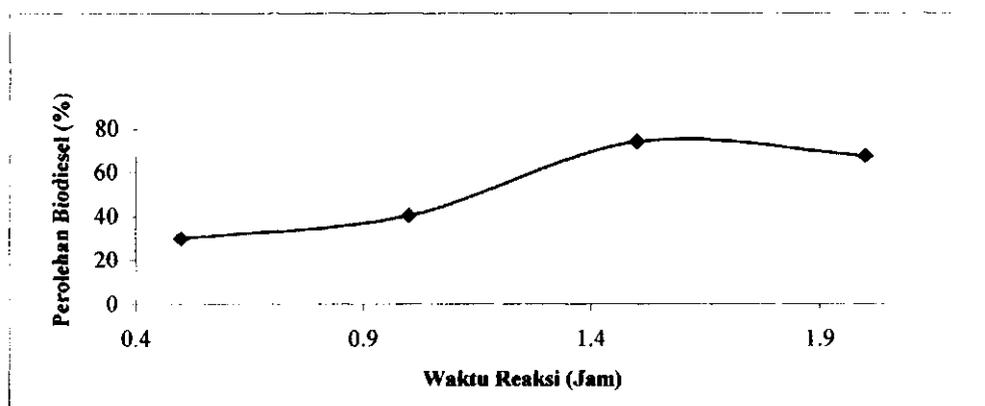
4.2.2.2. Pengaruh waktu reaksi

Menurut Huaping dkk (2006), konversi biodiesel yang dihasilkan akan meningkat seiring dengan meningkatnya waktu reaksi. Oleh sebab itu, untuk mengoptimalkan waktu reaksi, pada penelitian ini dilakukan variasi waktu reaksi pada 0,5; 1,0; 1,5 dan 2 jam. Konsentrasi molar metanol terhadap sampel 6:1, konsentrasi katalis 1,5% dan suhu reaksi 70°C yang tetap konstan selama proses transesterifikasi berlangsung.

Dalam penelitian ini katalis yang digunakan adalah katalis heterogen, oleh karena itu diperlukan waktu reaksi yang lebih lama untuk memperoleh konversi

biodiesel. Prinsip kerja dari katalis heterogen adalah adsorpsi, sehingga dengan semakin lamanya waktu reaksi maka konversi biodiesel yang dihasilkan akan semakin meningkat, namun jika telah mencapai kondisi optimum konversi biodiesel yang dihasilkan akan menurun karena akan dihasilkan produk gliserol dan emulsi yang lebih banyak.

Gambar 12 menunjukkan hasil produktivitas biodiesel optimum pada waktu 1,5 jam dengan perolehan biodiesel sebesar 74,173%. Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Harmita (2007), pembuatan biodiesel dari bahan baku minyak jelantah menggunakan katalis CaCO_3 membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama, dengan konversi biodiesel optimum tercapai pada waktu 4 jam sebesar 62,27%.



Gambar 12. Variasi waktu reaksi vs hasil perolehan biodiesel

4.2.2.3. Pengaruh dosis katalis CaO

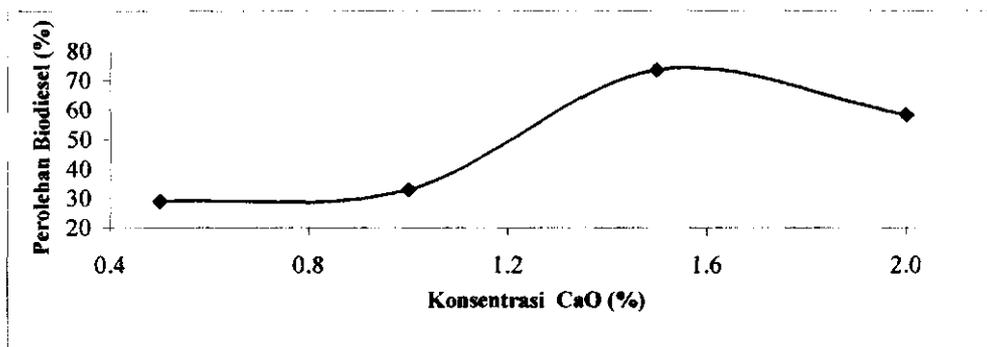
Dalam proses pembuatan biodiesel, biasanya katalis yang digunakan adalah katalis homogen. Namun, dalam penelitian ini katalis yang digunakan adalah katalis heterogen yaitu kalsium oksida (CaO). Kelebihan dari katalis heterogen adalah mudahnya pemisahan katalis dari produk biodiesel (Huaping dkk, 2006). Selain itu, CaO merupakan basa kuat, mudah didapat dan harganya relatif murah bila dibandingkan dengan katalis homogen (NaOH atau KOH) (McGraw-Hill, 1960).

Faktor lain yang bisa mempercepat laju reaksi adalah konsentrasi katalis. Semakin besar konsentrasi katalis maka semakin cepat laju reaksi meskipun tidak selalu demikian (Achmad, 2001). Variasi konsentrasi katalis CaO yang digunakan

adalah 0,5; 1,0; 1,5, dan 2,0% dengan konsentrasi molar metanol terhadap sampel 6:1, waktu reaksi 1,5 jam dan suhu reaksi 70°C yang tetap konstan selama proses transesterifikasi.

Pada penelitian ini, konsentrasi katalis memberikan pengaruh yang signifikan. Jika konsentrasi katalis ditingkatkan maka akan diperoleh produk yang semakin meningkat yaitu pada konsentrasi katalis 1,5%. Jika konsentrasi katalis melebihi kondisi optimum, maka konversi biodiesel yang dihasilkan akan menurun. Karena, akan dihasilkan jumlah emulsi yang lebih banyak.

Hasil perolehan biodiesel rata-rata dapat dilihat pada tabel 6, diperoleh konversi biodiesel optimum pada konsentrasi katalis 1,5% sebesar 73,648%. Menurut Foon dkk (2004) yang menggunakan bahan baku CPO dan katalis NaOH, semakin cepat waktu reaksi (3 menit) dan semakin banyak jumlah katalis yang digunakan (1%), atau dengan sedikit saja konsentrasi katalis (0,5%) dan waktu reaksi yang digunakan semakin lama (7 menit) konversi biodiesel yang dihasilkan akan sama yaitu sebesar 99%. Sedangkan penelitian yang dilakukan Huaping dkk (2006), diperoleh kondisi optimum sebesar 92,3% dengan konsentrasi katalis CaO 1,5% dan waktu reaksi 1,5 jam.



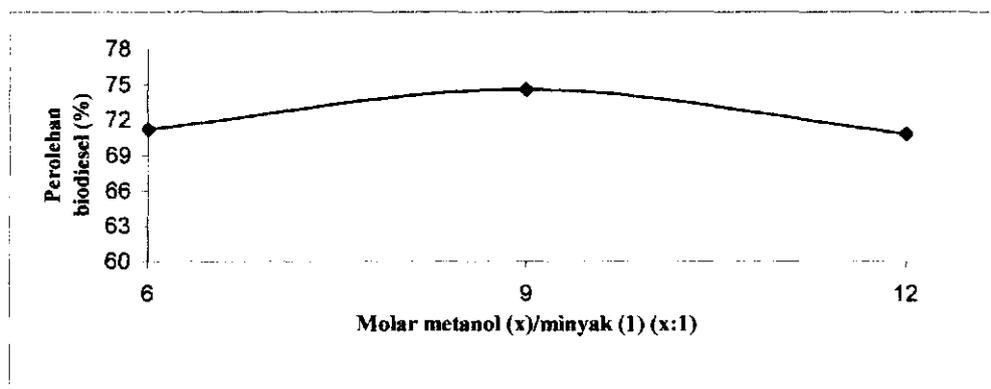
Gambar 13. Variasi konsentrasi CaO vs hasil perolehan biodiesel

4.2.2.4. Pengaruh konsentrasi metanol

Biasanya dalam proses pembuatan biodiesel digunakan metanol berlebih supaya minyak ataupun lemak yang digunakan terkonversi secara total membentuk ester (Haryanto, 2002). Oleh karena itu, untuk mengoptimalkan konsentrasi metanol, maka dilakukan variasi molar metanol terhadap minyak,

yaitu 6:1; 9:1 dan 12:1. Sedangkan variabel lain tetap konstan selama proses transesterifikasi berlangsung dengan konsentrasi CaO 1,5%, waktu reaksi 1,5 jam dan temperatur reaksi 70°C.

Hasil perolehan biodiesel rata-rata dari proses transesterifikasi CPO ditunjukkan pada tabel 6. Dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa konsentrasi molar metanol yang efektif adalah 9:1 terhadap sampel. Menurut Syah (2006), bila konsentrasi metanol ditingkatkan di atas atau dikurangi di bawah konsentrasi optimalnya, tidak ada peningkatan yang berarti dalam produksi biodiesel, tetapi kelebihan atau kekurangan konsentrasi metanol mengakibatkan terjadinya peningkatan pembentukan gliserol dan emulsi.



Gambar 14. Variasi konsentrasi metanol vs hasil perolehan biodiesel

Pada gambar 14, dapat dilihat bahwa konsentrasi molar metanol terhadap sampel adalah 9:1 dengan konversi biodiesel yang diperoleh sebesar 74,59%. Sedangkan konversi biodiesel optimum yang diperoleh Huaping dkk (2006) sebesar 93% dengan konsentrasi metanol yang sama. Perbandingan molar metanol terhadap sampel tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap konversi biodiesel yang dihasilkan (Huaping dkk, 2006).

4.2.3. Karakterisasi sifat biodiesel

Sifat-sifat biodiesel yang diuji meliputi bilangan asam, kandungan air, massa jenis, viskositas dan titik nyala. Hasil pengujian sifat-sifat tersebut dibandingkan dengan standar mutu biodiesel Indonesia yang ditetapkan dalam SNI-04-7182-2006.

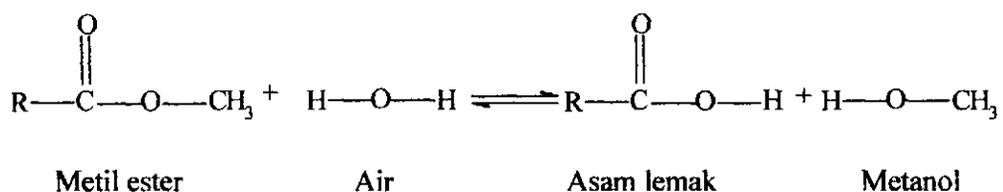
4.2.3.1. Bilangan asam

Dari tabel 7 dapat dilihat bahwa bilangan asam yang diperoleh tidak melebihi batasan yang ditetapkan oleh SNI yaitu sebesar 0,542. Hal ini berarti biodiesel yang dihasilkan cukup baik untuk digunakan sebagai bahan bakar.

Bilangan asam yang tinggi merupakan indikator biodiesel masih mengandung asam lemak bebas. Berarti, biodiesel bersifat korosif dan dapat menimbulkan jelaga atau kerak di injektor mesin diesel (Prihandana dkk, 2006).

4.2.3.2. Kandungan air

Keberadaan air bisa menyebabkan korosi dan memicu pertumbuhan mikroorganisme yang dapat menyumbat aliran bahan bakar. Kandungan air yang nilainya di atas ketentuan akan menyebabkan reaksi yang terjadi pada konversi minyak nabati tidak sempurna (terjadi reaksi penyabunan). Bisa juga terjadi proses hidrolisis pada biodiesel sehingga akan meningkatkan bilangan asam dan meningkatkan sifat korosif (Prihandana dkk, 2006).



Gambar 15. Reaksi hidrolisis metil ester

Sumber: (Fessenden, 1994)

Hasil yang diperoleh setelah pengukuran kadar air biodiesel dari bahan baku CPO yaitu sebesar 0,046%. Ini menunjukkan hasil yang cukup baik untuk penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar karena kadar air yang diperoleh tidak melebihi batasan yang telah ditetapkan oleh SNI yaitu maksimum 0,05%.

4.2.3.3. Massa jenis

Massa jenis menunjukkan perbandingan berat per satuan volume. Karakteristik ini berkaitan dengan nilai kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel per satuan volume bahan bakar (Prihandana, 2006).

Pada tabel 7 terlihat bahwa massa jenis biodiesel dari bahan baku CPO adalah 886 Kg/m^3 . Dari data yang diperoleh menunjukkan hasil yang cukup baik dan tidak melebihi batasan yang telah ditetapkan oleh SNI yaitu $850\text{-}890 \text{ Kg/m}^3$. Jika biodiesel mempunyai massa jenis melebihi ketentuan yang telah ditetapkan, maka akan terjadi reaksi yang tidak sempurna pada konversi minyak nabati. Biodiesel dengan mutu seperti ini seharusnya tidak digunakan karena akan meningkatkan kerusakan pada mesin (Prihandana, 2006).

4.2.3.4. Viskositas

Viskositas adalah tahanan yang dimiliki fluida yang dialirkan dalam pipa kapiler terhadap gaya gravitasi, biasanya dinyatakan dalam watu yang diperlukan untuk mengalir pada jarak tertentu. Karakteristik ini sangat penting karena mempengaruhi kinerja injektor pada mesin diesel. Biodiesel yang memiliki viskositas besar menyebabkan sulit diinjeksikan ke ruang pembakaran (Madja, 2007).

Bahan bakar dengan viskositas lebih rendah memproduksi spray yang terlalu halus dan tidak dapat masuk terlalu jauh ke dalam silinder pembakaran. Pada umumnya, bahan bakar harus mempunyai viskositas yang relatif rendah agar dapat mudah mengalir. Hal ini dikarenakan putaran mesin yang cepat membutuhkan injeksi bahan bakar yang cepat pula. Namun tetap ada batas minimal karena diperlukan sifat pelumasan yang cukup baik untuk mencegah terjadinya keausan akibat gerakan piston yang cepat (Anonymous, 2001).

Setelah pengukuran viskositas biodiesel dari CPO menunjukkan hasil yang cukup baik yaitu sebesar 3,360 cSt. Hasil yang diperoleh tidak melebihi batasan yang telah ditetapkan SNI yaitu 2,3-6,0 cSt.

4.2.3.5. Titik nyala (*flash point*)

Titik nyala biodiesel merupakan temperatur terendah biodiesel bercampur dengan udara dan akan menyala jika dikenai nyala uji pada kondisi tertentu. Titik nyala merupakan faktor penting untuk keamanan terhadap bahaya kebakaran.

Pengujian titik nyala biodiesel menggunakan alat *tag closed tester* diperoleh hasil 175°C . Hasil yang diperoleh cukup baik, karena batasan titik nyala

berdasarkan ketentuan SNI 04-1728-2006 minimum 100°C. Sedangkan titik nyala CPO yang dilakukan oleh Manjang (2005) sangat tinggi, yaitu 249°C. Oleh karena itu, CPO harus dikonversikan melalui proses transesterifikasi untuk bisa dijadikan sebagai bahan bakar.

4.3. Uji kemurnian biodiesel terhadap CPO

4.3.1. Uji kemurnian biodiesel dengan metode kromatografi lapis tipis (KLT)

Uji kemurnian biodiesel dapat dilakukan dengan menggunakan dua sistem pelarut, yaitu campuran antara etil asetat dan metanol (4:1). Dari uji KLT ini, terdapat perbedaan harga R_f antara sampel (CPO) dengan biodiesel. Harga rata-rata R_f biodiesel adalah 0,87 sedangkan harga rata-rata R_f sampel adalah 0,63. Sampel memiliki bercak noda yang memanjang, sedangkan biodiesel memiliki bercak noda bulat kecil. Hal ini menunjukkan bahwa, biodiesel yang dihasilkan relatif murni bila dibandingkan dengan sampel yang memiliki banyak komponen penyusunnya.