

KARAKTERISASI KATALIS BATU PADAS *LEDGESTONE* TERAKTIVASI ASAM DAN APLIKASINYA PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH

Ika Juliana*, Ida Ayu Gede Widihati, dan Oka Ratnayani

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran, Bali

**E-mail : ikajulianna@gmail.com*

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh aktivasi asam terhadap karakteristik katalis batu padas *ledgestone*. Asam yang digunakan untuk aktivasi adalah H_2SO_4 dengan konsentrasi 1, 2 dan 3M. Karakterisasi katalis dilakukan dengan metode titrasi asam basa untuk menentukan keasaman permukaan, metode adsorpsi metilen biru untuk mengukur luas permukaan katalis dan metode pengestrak NH_4Oac untuk mengukur nilai kapasitas tukar kation katalis. Katalis batu padas *ledgestone* teraktivasi asam dengan karakter terbaik diaplikasikan pada proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. Karakterisasi biodiesel dilakukan dengan metode densitometri untuk menentukan densitas biodiesel, metode viskosimetri Oswald untuk mengukur viskositas biodiesel, dan metode *Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GCMS)* untuk menentukan komposisi senyawa kimia yang terkandung di dalam biodiesel.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi asam yang menghasilkan karakter katalis batu padas *ledgestone* terbaik adalah 1M (katalis A_1) dengan nilai keasaman permukaan, luas permukaan, jumlah situs aktif, dan kapasitas tukar kation berturut-turut sebesar $0,3530 \pm 0,0011$ mmol/gram, $35,7581$ m²/gram, $2,1258 \times 10^{20}$ atom/gram dan 5,88 me/100 gram. Konsentrasi katalis A_1 yang menghasilkan biodiesel tertinggi adalah 1% b/v. Biodiesel yang dihasilkan memiliki yield sebesar 74,71%, %FFA 0,02%, bilangan asam 0,0438 mg KOH/gram biodiesel, densitas 0,7850 g/mL, viskositas kinematik 0,4650 cSt, dan senyawa yang terkandung adalah metil heksadekanoat dengan % area 71,84% dan cis metil-9-oktadekenoat dengan % area 28,16%.

Kata kunci : katalis heterogen, batu padas *ledgestone*, teraktivasi asam (H_2SO_4), biodiesel, minyak jelantah

ABSTRACT

This research aims to improve characteristics of *ledgestone* catalyst by using acid activation with various concentrations. The acid used for activation was H_2SO_4 with concentrations of 1, 2 and 3M. The characterization of catalysts was carried out by acid-base titration method to determine the surface acidity, methylene blue adsorption to measure the specific surface area of the catalyst, and the NH_4OAc extraction method to measure the value of cation exchange capacity of the catalyst. *Ledgestone* catalyst with the best character was applied to convert waste cooking oil into biodiesel. The characterization of biodiesel was carried out by densitometry to determine the density of biodiesel, Oswald viskosimetri to measure the viscosity, and Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GCMS) to determine the composition of chemical compounds of the biodiesel.

The results showed that the concentration of acid used to activate *ledgestone* catalyst with the best character was 1M. This acid-activated *ledgestone* (catalyst A_1) had a value of surface acidity, surface area, active sites number, and high cation exchange capacity were 0.3530 ± 0.0011 mmol / gram and 35.7581 m²/gram, 2.1258×10^{20} atoms/gram, and 5.88 me/100 g, respectively. The concentration of catalyst A_1 producing the highest biodiesel yield was 1% w/v. The produced biodiesel was 74,71% with 0.02% FFA, acid value of 0.0438 mg KOH/gram biodiesel, density of 0.7850 g/mL, kinematic viscosity of 0.4650 cSt. Two major compounds of the biodiesel were methyl hexadecanoate with area of 71.84% and cis methyl-9-octadecenoate with area of 28.16%.

Keywords : heterogenous catalysts, *ledgestone*, acid-activated (H_2SO_4), biodiesel, waste cooking oil

PENDAHULUAN

Katalis telah digunakan secara luas untuk produksi berbagai macam produk baik skala industri maupun laboratorium seperti pada bidang perminyakan, farmasi, *fine chemicals*, dan penelitian di bidang katalis, yang sukar didapat atau harganya mahal. Di bidang perminyakan, katalis biasanya digunakan untuk produksi biodiesel melalui proses transesterifikasi yang dapat dikatalisis oleh katalis homogen (asam dan basa), katalis enzim, dan katalis heterogen (katalis padat) (Tang *et al.*, 2006).

Kim pada Van Gerpen *et al* (2004) pertama kali mengusulkan untuk mengkonversikan biodiesel dari minyak yang mengandung asam lemak tinggi dengan reaksi terkatalisis asam terlebih dahulu, kemudian dilanjutkan reaksi dengan katalis basa alkali. Pembuatan biodiesel selama ini lebih banyak menggunakan katalis homogen, seperti asam dan basa. Jika menggunakan katalis homogen asam pada pembuatan biodiesel dapat memberikan masalah yang serius pada lingkungan, korosi pada peralatan, dan susah untuk *direcycle* serta beroperasi pada suhu tinggi karena laju reaksinya lambat (Canakci & Van Gerpen, 2003; Lotero *et al.*, 2005).

Katalis heterogen dapat digunakan untuk mengatasi kelemahan pada katalis homogen asam dan basa. Katalis heterogen mudah untuk diregenerasi, mudah dipisahkan dari produk biodiesel, nonpolusi, tidak terbentuk sabun, tidak beracun, dan nonkorosif (Kim *et al.*, 2004).

Katalis heterogen yang sering digunakan adalah zeolit CsX, padatan kalsium karbonat, EST-10, Li/CaO, Na/NaOH/ $-Al_2O_3$ dan enzim (Xie *et al.*, 2006; Hermansyah *et al.*, 2008).

Keuntungan penggunaan katalis zeolit alam pada pembuatan biodiesel adalah proses esterifikasi asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak goreng bekas dapat dilakukan sekaligus dengan reaksi transesterifikasi trigliserida. Suirta (2009) dan Yuliani (2008) melakukan dua tahap reaksi untuk mendapatkan biodiesel dari minyak goreng bekas. Tahap pertama dilakukan reaksi esterifikasi asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak goreng bekas menggunakan katalis asam. Tahap kedua dilakukan reaksi transesterifikasi trigliserida dengan katalis basa. Jika menggunakan

katalis zeolit kedua reaksi tersebut dapat dilakukan sekaligus karena zeolit dapat digunakan sebagai katalis dalam reaksi esterifikasi maupun transesterifikasi (Susanto, 2008), namun katalis tersebut sangat mahal dan terlalu sulit untuk dipreparasi sebelum digunakan sebagai katalis. Berdasarkan hal tersebut maka pada penelitian ini digunakan batu padas *ledgestone* sebagai alternatif katalis heterogen, dikarenakan batu padas memiliki kelebihan yaitu kandungan mineral dominan (SiO_2 dan Al_2O_3) yang sama dengan zeolit dan tanah lempung (Diantariani, 2010) yang dapat membuat batu padas sangat potensial digunakan sebagai katalis heterogen. Selain itu harga batu padas relatif murah dan memiliki kelimpahan yang tinggi sehingga bisa didapatkan di banyak tempat.

Bahan dasar batu padas terdiri dari 70-95% silikon oksida (SiO_2), 2-10% aluminium oksida (Al_2O_3), mengandung kalium oksida (CaO), besi oksida (Fe_2O_3), dan magnesium oksida (MgO) dalam jumlah relatif kecil. Batu padas merupakan material alami yang berpori dengan pori-pori sebanyak 30% dari volumenya. Batu padas jenis *ledgestone* memiliki kapasitas adsorpsi terbesar dibandingkan dengan jenis batu padas lainnya yaitu sebesar 0,4491 mg/g dan 0,3817 mg/g untuk adsorpsi logam toksik Pb dan Cr (Budiartawan, 2003).

Mengingat batu padas *ledgestone* merupakan material berpori dan memiliki kapasitas adsorpsi yang besar, maka batu padas *ledgestone* berpotensi digunakan sebagai katalis karena pada mekanisme reaksi katalisis terdapat interaksi reaktan-reaktan dengan katalis pada permukaan katalis atau yang biasa disebut dengan fenomena adsorpsi (Wibowo, 2004).

Batu padas *ledgestone* dikenal sebagai batu padas palimanan yang berwarna cokelat terang. Menurut penelitian Diantariani (2010) batu padas jenis *ledgestone* teraktivasi H_2SO_4 memiliki keasaman permukaan yang lebih besar dibandingkan batu padas teraktivasi NaOH.

Berdasarkan penelitian tersebut, pada penelitian ini dilakukan pembuatan katalis dari batu padas jenis *ledgestone* dengan aktivasi asam (H_2SO_4) yang berfungsi untuk meningkatkan aktivitas katalisisnya kemudian diaplikasikan pada pembuatan biodiesel dari minyak jelantah.

MATERI DAN METODE

Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: minyak jelantah, batu padas *ledgestone*, etanol 96%, KOH 0,1 N, asam oksalat 0,1N, metanol p.a, H₂SO₄ p.a, NaOH 0,1M, akuades, indikator phenolptalein (pp), HCl 0,1M, Na₂CO₃ 0,1 M, metilen biru dan BaCl₂.

Peralatan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : XRD, KTK, GC-MS, Viskometer *Ostwald*, Piknometer 10 mL, labu leher dua, pengaduk magnetik, kompor listrik, statif dan klem, karet sumbat, termometer, kondensor, neraca analitik, ayakan, buret, erlenmeyer, gelas beker, gelas ukur, pipet volume, pipet ukur, labu ukur, corong, oven, kertas saring, aluminium foil, botol vial, corong pisah, cawan porselen, *ball filler*, desikator, dan pipet tetes.

Cara Kerja

Pengambilan batu padas

Batu padas diambil dari Br. Gelulung, Desa Sukawati, Kecamatan Sukawati Kabupaten Gianyar, Bali sebanyak 1000 gram batu padas dalam bentuk patahan atau tidak utuh. Batu padas yang diambil berwarna coklat terang yaitu batu padas *ledgestone* yang lebih dikenal dengan batu padas palimanan.

Preparasi katalis batu padas

Batu padas *ledgestone* yang telah diambil dari lokasi digerus dan diayak dengan ayakan 106 µm dan 250 µm. Batu padas tersebut kemudian dicuci dengan akuades, lalu disaring dengan kertas saring. Selanjutnya, batu padas dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120°C. Kemudian katalis batu padas *ledgestone* diaktivasi dengan larutan H₂SO₄.

Aktivasi katalis batu padas dengan H₂SO₄

Ke dalam 3 buah erlenmeyer 500 mL, dimasukkan masing-masing 50 gram serbuk batu padas, lalu ditambahkan 250 mL larutan H₂SO₄ 1, 2 dan 3M sambil diaduk dengan pengaduk magnet. Proses aktivasi dilakukan selama 24 jam kemudian disaring, residu yang didapat dicuci dengan air panas (sampai terbebas dari ion sulfat atau tes negatif terhadap BaCl₂) lalu dikeringkan dalam oven pada temperatur 110-120°C. Setelah kering,

batu padas diletakkan didalam desikator. Batu padas yang telah diaktivasi asam dikarakterisasi kristalinitas, keasaman permukaan dan nilai kapasitas tukar kationnya. Batu padas tanpa aktivasi digunakan sebagai kontrol (Diantariani,2010).

Karakterisasi katalis batu padas

Penentuan keasaman permukaan batu padas

Penentuan keasaman permukaan secara kuantitatif dilakukan pada batu padas tanpa aktivasi (A₀) dan batu padas teraktivasi H₂SO₄ (A₁, A₂, dan A₃) dengan cara titrasi asam-basa. Masing-masing sampel batu padas *ledgestone* A₀, A₁, A₂, dan A₃ ditimbang teliti seberat 0,5 gram, kemudian dimasukan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 15,0 mL larutan NaOH 0,1M sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 15 menit, setelah diaduk kedalam campuran tersebut ditambahkan 3-4 tetes indikator phenolptalein (pp) sampai berwarna merah muda (adanya NaOH yang berlebihan). Campuran dititrasi dengan larutan HCl 0,1M yang telah dibakukan sampai terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi coklat terang (warna batu padas). Volume HCl yang digunakan dalam titrasi dicatat dengan teliti (Diantariani,2010). Untuk menghitung keasaman batu padas digunakan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Keasaman} = \frac{(\text{mmol NaOH}_{\text{awal}} - \text{mmol NaOH}_{\text{bebas}})}{\text{Berat Batu Padas}}$$

Penentuan luas permukaan batu padas

Luas permukaan batu padas diukur dengan menggunakan metode adsorpsi metilen biru. Untuk menentukan panjang gelombang maksimum dibuat larutan metilen biru 2 ppm, kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometri UV-Vis pada berbagai panjang gelombang antara 500 nm sampai 700 nm. Kurva standar metilen biru dibuat berdasarkan pengukuran absorbansi dari berbagai konsentrasi 1, 2, 3, dan 4 ppm pada panjang gelombang maksimumnya.

Waktu kontak optimum ditentukan dengan cara menambahkan masing-masing 0,1 gram serbuk batu padas A₀, A₁, A₂, dan A₃ ke dalam 20,0 mL larutan metilen biru 50 ppm, diaduk dengan pengaduk magnet dengan waktu yang bervariasi 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50 dan 60 menit. Larutan hasil pengocokan disaring dan diukur absorbansinya untuk mendapatkan berat

teradsorpsi maksimum (mg/g) (Diantariani, 2010) dan dimasukkan ke dalam persamaan :

$$s = \frac{X_m \cdot N \cdot a}{Mr}$$

Keterangan :

- s : luas permukaan adsorben (m²/g)
 N : bilangan Avogadro (6,022.10²³ mol⁻¹)
 X_m : berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)
 a : luas penutupan oleh 1 molekul metilen biru (197.10⁻²⁰ m²)
 Mr : massa molekul relatif metilen biru (320,5 g/mol)

(Harvey, 1956)

Kristalinitas katalis batu padas dan kapasitas tukar kation

Katalis batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi dan teraktivasi asam dikarakterisasi sifat kristal atau kristalinitas dengan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan diukur nilai kapasitas tukar kationnya.

Pembuatan biodiesel

Sebelum pembuatan biodiesel dari minyak jelantah, pertama dilakukan proses pemurnian minyak jelantah dengan cara menyaring minyak jelantah, untuk memisahkan antara minyak dengan kotoran. Minyak jelantah yang telah disaring dihilangkan kandungan air yang masih tersisa dengan cara dipanaskan sampai suhu 100°C. Setelah air yang mendidih dalam minyak mulai hilang, dipanaskan sampai suhu 130°C selama 10 menit kemudian didinginkan.

Katalis 1, 3 dan 5% b/v batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi dan batu padas *ledgestone* dengan aktivasi H₂SO₄ yang menghasilkan karakter terbaik dicampurkan dengan 200 mL metanol dan 50 mL minyak jelantah kemudian dipanaskan pada suhu 60°C selama 5 jam di dalam labu leher dua yang sudah dilengkapi dengan termometer. Produk yang dihasilkan dibiarkan dalam corong pisah selama 1 malam sampai terbentuk 2 lapisan. Lapisan atas merupakan biodiesel dan lapisan bawah gliserol. Lapisan biodiesel dipisahkan dan disaring (Aziz *et.al*, 2012). Biodiesel yang dihasilkan ditimbang dan dihitung *yieldnya* dengan rumus :

$$\text{Yield Biodiesel} = \frac{\text{massa biodiesel}}{\text{massa minyak}} \times 100\%$$

Biodiesel di uji sifat fisik dan kimianya meliputi: penentuan bilangan asam dan kadar FFA sebelum dan sesudah menjadi biodiesel, analisa komposisi kimianya menggunakan GC-MS, densitas dengan menggunakan piknometer, dan viskositas menggunakan viskometer *Ostwald*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Keasaman Permukaan Batu Padas

Keasaman permukaan katalis batu padas *ledgestone* merupakan jumlah situs asam (asam Brønsted dan asam Lewis) yang terikat pada batu padas *ledgestone*. Nilai keasaman permukaan dan jumlah situs aktif dari batu padas ditampilkan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Nilai keasaman permukaan dan jumlah situs aktif batu padas *ledgestone*

Jenis Sampel	Keasaman Permukaan (mmol/gram)	Jumlah Situs Aktif (atom/gram)
A ₀	0,3182 ± 0,0042	1,9162 x 10 ²⁰
A ₁	0,3530 ± 0,0011	2,1258 x 10 ²⁰
A ₂	0,2475 ± 0,0053	1,4904 x 10 ²⁰
A ₃	0,2289 ± 0,0037	1,3784 x 10 ²⁰

Keterangan :

A₀= batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi

A₁= batu padas *ledgestone* teraktivasi H₂SO₄ 1 M

A₂ = batu padas *ledgestone* teraktivasi H₂SO₄ 2M

A₃ = batu padas *ledgestone* teraktivasi H₂SO₄ 3M

Hasil analisis keasaman permukaan batu padas *ledgestone* menunjukkan bahwa dengan aktivasi asam sulfat ke dalam batu padas *ledgestone* terjadi peningkatan keasaman permukaan pada aktivasi 1M sebesar 0,3530 ± 0,0011 mmol/gram dengan jumlah situs aktif sebesar 2,1258 x 10²⁰ atom/gram.

Keasaman katalis teraktivasi diduga berasal dari ion H⁺ yang menempati situs pertukaran pada permukaan antar lapis batu padas *ledgestone*, dengan metode titrimetri ini keasaman permukaan yang terhitung adalah keasaman total

yang merupakan gabungan dari keasaman Brønsted dan keasaman Lewis (Diantarian, 2010).

Keasaman permukaan batu padas *ledgestone* teraktivasi H₂SO₄ lebih tinggi daripada keasaman permukaan batu padas tanpa aktivasi (A₀), hal ini disebabkan karena H₂SO₄ dapat melarutkan pengotor-pengotor pada batu padas *ledgestone* sehingga situs asam mineral (situs asam Brønsted dan situs asam Lewis) yang semula tertutup menjadi terbuka dan terjadi substitusi dengan H⁺, sehingga situs H⁺ pada batu padas menjadi bertambah (Diantariani, 2010). Peningkatan konsentrasi asam yang digunakan untuk aktivasi katalis batu padas *ledgestone* tidak meningkatkan keasaman permukaan karena H₂SO₄ dapat mengurangi adanya kation-kation alkali (Na⁺, K⁺) dan alkali tanah (Ca²⁺, Mg²⁺) pada batu padas *ledgestone* (Diantariani, 2010). Kation-kation alkali dan alkali tanah tersebut berfungsi sebagai akseptor elektron bebas (asam Lewis). Menurut Widihati (2002) keasaman permukaan yang relatif tinggi dapat disebabkan oleh terbentuknya situs asam Lewis, semakin tinggi jumlah situs asam Lewis maka keasaman permukaan akan semakin bertambah dan semakin kecil jumlah situs asam Lewis maka keasaman permukaan akan semakin berkurang.

Luas Permukaan Batu Padas

Luas permukaan batu padas *ledgestone* dapat diketahui dengan menggunakan metode adsorpsi metilen biru. Hasil perhitungan luas permukaan batu padas *ledgestone* ditampilkan dalam Tabel 2.

Tabel 2. Luas permukaan katalis batu padas *ledgestone*

Sampel	S (m ² /gram)
A ₀	26,7197
A ₁	35,7581
A ₂	35,0896
A ₃	33,4413

Luas permukaan katalis batu padas *ledgestone* A₁ lebih besar dibandingkan luas permukaan katalis batu padas *ledgestone* A₀, A₂, dan A₃. Hal ini dapat disebabkan oleh jumlah situs aktif pada katalis batu padas *ledgestone* A₁ yang

lebih banyak sehingga menyebabkan jumlah metilen biru yang diserap menjadi lebih banyak karena proses ini merupakan adsorpsi kimia yang terjadinya ikatan kimia pada permukaan batu padas. Maka pada permukaan batu padas dapat membentuk suatu lapisan dan apabila hal ini berlanjut maka batu padas tidak akan mampu lagi menyerap zat lainnya. Dan proses adsorpsi secara kimia ini bersifat irreversible (Weber, 1972).

Kapasitas Tukar Kation

Kapasitas tukar kation adalah banyaknya kation yang dapat ditukarkan dalam satuan berat ekuivalen tiap satuan berat mineral dari bahan galian alam. Pada penelitian ini selain diukur nilai KTK total dengan menggunakan pengestrak NH₄OAc, juga dianalisis kadar air kering udara dari katalis batu padas *ledgestone* dengan menggunakan metode gravimetri. Berikut hasil pengukuran nilai KTK dari batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi (A₀) dan teraktivasi H₂SO₄ (A₁, A₂, dan A₃).

Tabel 3. Nilai kapasitas tukar kation katalis batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi dan teraktivasi H₂SO₄

No	Kode Sampel	KTK (me/100g)	Kadar Air (KU (%))
1	A ₀	5,49 R	1,68
2	A ₁	5,88 R	1,30
3	A ₂	5,88 R	1,38
4	A ₃	3,88 SR	2,10

Keterangan :

KTK : Kapasitas Tukar Kation

R : Rendah

SR : Sangat Rendah

KU : Kering Udara

Berdasarkan hasil pengukuran KTK terlihat bahwa aktivasi batu padas *ledgestone* dengan menggunakan H₂SO₄ dapat meningkatkan kapasitas tukar kation, akan tetapi peningkatan konsentrasi asam tidak meningkatkan kapasitas tukar kation secara signifikan hal ini dapat

disebabkan karena terdapat kation-kation alkali (Na^+ , K^+) dan alkali tanah (Ca^{2+} , Mg^{2+}) yang larut dengan peningkatan konsentrasi asam yang digunakan (Hanan, 2010).

Difraksi Sinar X

Hasil karakterisasi katalis batu padas *ledgestone* dengan metode difraksi sinar X ditunjukkan pada Gambar 1.

Berdasarkan hasil difraktogram, terlihat bahwa tidak terjadi perubahan struktur kristal pada katalis batu padas *ledgestone* akibat proses aktivasi asam. Namun terlihat bahwa katalis batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi dan teraktivasi asam memiliki refleksi intensitas yang ramping hal tersebut menandakan bahwa tingkat kristalinitas katalis batu padas *ledgestone* dikategorikan baik. Menurut West (1984) intensitas difraksi sinar X mengindikasikan kesempurnaan kristal dan kerapatan susunan atom dalam kristal. Semakin ramping refleksi intensitas suatu material maka kekristalannya semakin baik dengan susunan atom semakin rapat.

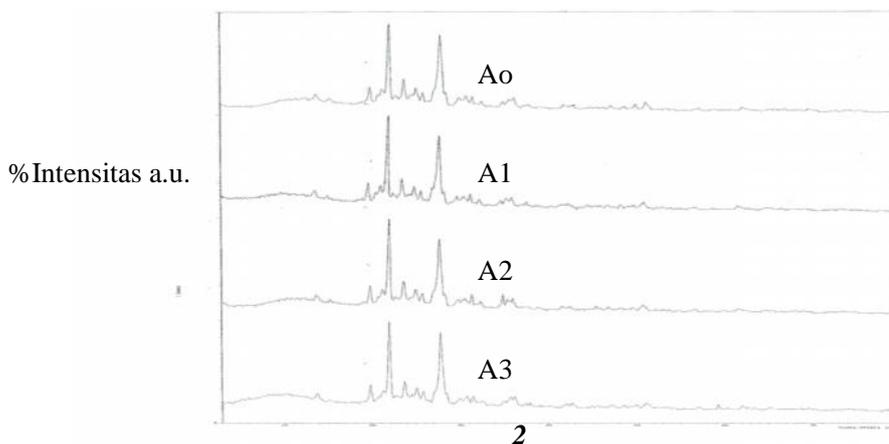
Aktivasi katalis batu padas *ledgestone* dengan menggunakan H_2SO_4 1, 2 dan 3M tidak mempengaruhi struktur kristal dari batu padas itu sendiri yang terlihat dari tidak adanya perubahan

basal spasing yang spesifik dan tidak terjadi pergeseran sudut 2θ .

Pembuatan Biodiesel

Berdasarkan hasil karakterisasi katalis batu padas *ledgestone* didapatkan katalis dengan karakteristik sifat kimia fisik yang terbaik sehingga pada penelitian ini digunakan sebagai katalis, sebagai pembandingnya digunakan juga katalis batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi. Karakteristik kimia fisik katalis batu padas *ledgestone* disajikan pada Tabel 4.

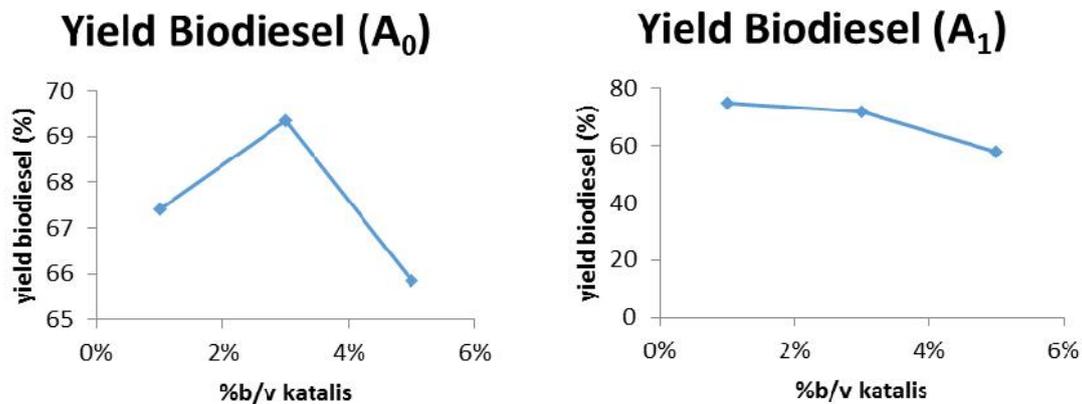
Katalis batu padas dengan karakterisasi diatas kemudian digunakan sebagai katalis heterogen dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. Variasi yang dilakukan pada proses pembuatan biodiesel adalah persen berat katalis batu padas *ledgestone*. Temperatur reaksi pada proses pembuatan biodiesel dipertahankan pada 60°C . Pada proses pembuatan biodiesel digunakan rasio molar metanol terhadap minyak jelantah sebesar 4:1, variasi berat katalis 1, 3 dan 5 % b/v terhadap reaktan dan waktu reaksi 5 jam. Biodiesel yang dihasilkan dari berbagai variasi persen berat katalis tersebut dihitung *yieldnya* dan didapatkan hasil seperti pada Gambar 2.



Gambar 1. Difraktogram katalis batu padas *ledgestone* A₀, A₁, A₂, dan A₃

Tabel 4. Karakterisasi katalis batu padas *ledgestone*

Parameter	A ₀	A ₁
Keasaman permukaan (mmol/gram)	$0,3182 \pm 0,0042$	$0,3530 \pm 0,0011$
Jumlah situs aktif (atom/gram)	$1,9162 \times 10^{20}$	$2,1258 \times 10^{20}$
Luas permukaan (m^2/gram)	26,7197	35,7581
Kapasitas tukar kation (me/100gram)	5,49	5,88



Gambar 2. Grafik perbandingan yield biodiesel yang dihasilkan dari variasi persen berat katalis batu padas *ledgestone* tanpa aktivasi (A₀) dan teraktivasi H₂SO₄ 1M (A₁).

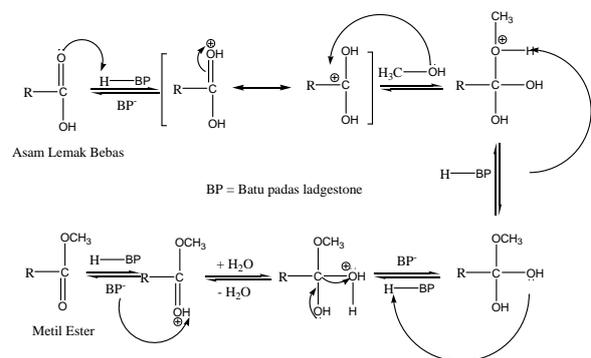
Tabel 5. Karakterisasi biodiesel dari minyak jelantah

Parameter	Minyak Jelantah	Biodiesel A ₀	Biodiesel A ₁	Biodiesel SNI 2006
%FFA	0,09	0,02	0,02	-
Bilangan Asam (mg KOH/g sampel)	0,1972	0,0438	0,0438	Maks. 0,8
Densitas (g/cm ³)	0,9190	0,7980	0,7850	0,85-0,89
Viskositas Kinematik (cSt)	25,5710	0,4420	0,4650	2,3-6,0
Yield Biodiesel (%)	-	69,34	74,71	-

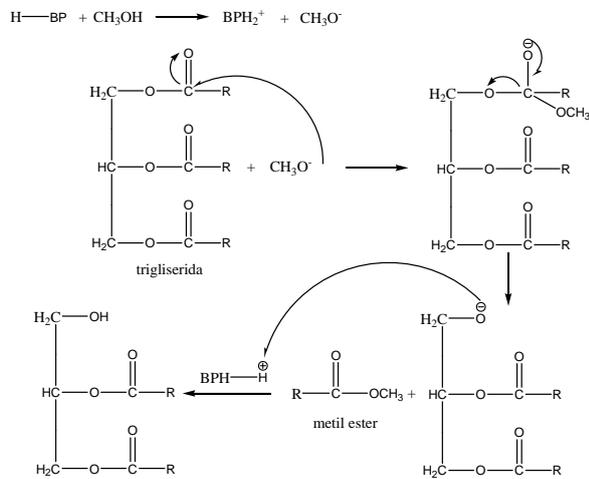
Berdasarkan Gambar 2 dapat dilihat bahwa *yield* tertinggi dihasilkan oleh katalis batu padas *ledgestone* teraktivasi 1%b/v sebesar 74,71% sedangkan untuk katalis yang tidak teraktivasi *yield* tertinggi sebesar 69,34% dengan berat katalis sebesar 3%b/v. Hal tersebut menunjukkan bahwa katalis batu padas teraktivasi memiliki efektivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan katalis tanpa aktivasi. Karakterisasi biodiesel yang dihasilkan disajikan pada Tabel 5.

Berdasarkan Tabel 5. dapat dilihat bahwa biodiesel dengan katalis batu padas A₀ dan A₁ memiliki densitas dan viskositas yang rendah dari Standar Nasional Indonesia, hal ini dapat disebabkan karena komposisi senyawa yang terkandung pada biodiesel tersebut. Viskositas biodiesel dengan katalis batu padas *ledgestone* ini lebih besar jika dibandingkan dengan viskositas biodiesel dengan katalis zeolit alam pada penelitian Aziz *et.al.* (2012) yaitu sebesar 0,35 cSt.

Mekanisme reaksi yang terjadi pada saat proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis batu padas *ledgestone* dapat dilihat pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. Mekanisme reaksi esterifikasi asam lemak bebas dengan katalis batu padas *ledgestone*, analogi dengan reaksi esterifikasi Fischer (Chi, 1999)



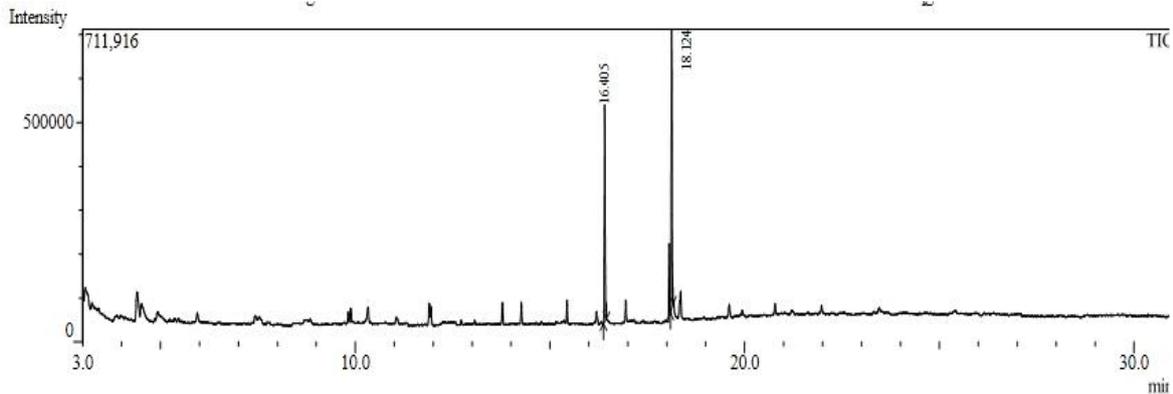
Gambar 4. Mekanisme reaksi transesterifikasi (Fessenden, 1992).

Komposisi senyawa yang terkandung di dalam biodiesel ditentukan dengan kromatografi

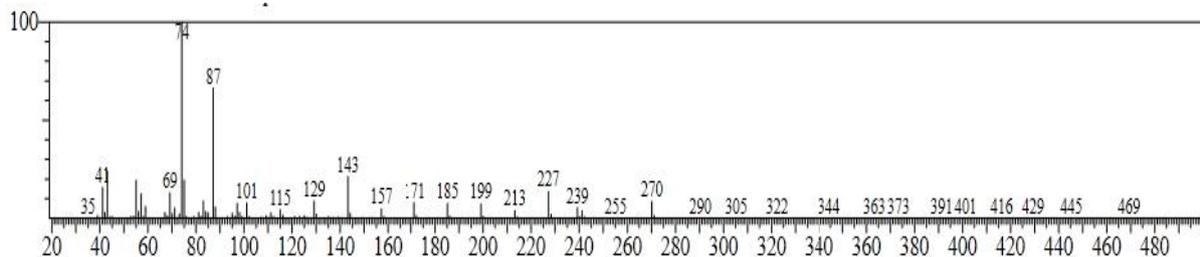
gas spektroskopi masa (GCMS), kromatogram biodiesel tersebut dapat dilihat pada Gambar 5.

Kromatogram diatas menunjukkan 2 puncak kromatogram dengan intensitas tertinggi yaitu pada waktu retensi 16,406 dan pada waktu retensi 18,124. Analisis lebih lanjut terhadap puncak-puncak utama dari kromatogram dilakukan dengan spektroskopi masa (MS). Puncak-puncak fragmentasi dapat diidentifikasi sebagai senyawa biodiesel (metil ester) berdasarkan pada alur pemecahan yang diketahui dengan senyawa standar. Hasil analisis tersebut diuraikan pada Gambar 4.8 dan 4.9.

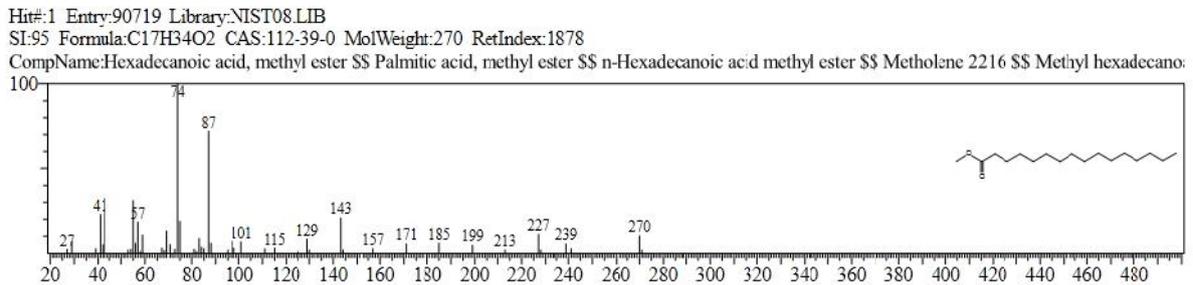
Hasil identifikasi senyawa puncak nomor I dengan waktu retensi 16,406 berarti senyawa ini telah terpisah pada waktu 16,406 menit. Luas area spektra adalah 71,84% yang menunjukkan persentase kandungan senyawa tersebut dalam biodiesel. Spektra senyawa dengan puncak nomor I tersajikan pada Gambar 6.



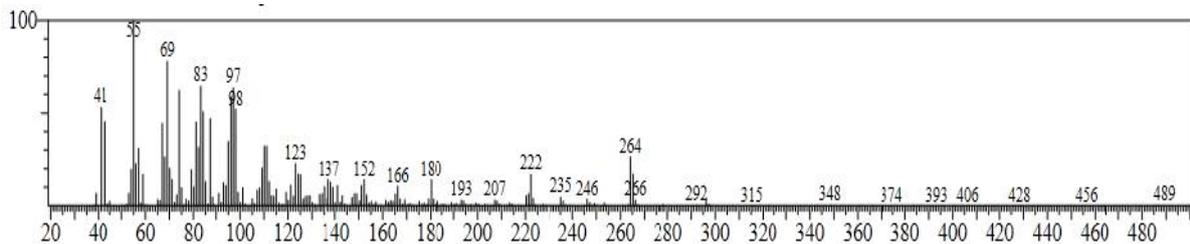
Gambar 5. Kromatogram biodiesel hasil analisis GCMS dengan katalis batu padas *ledgestone*



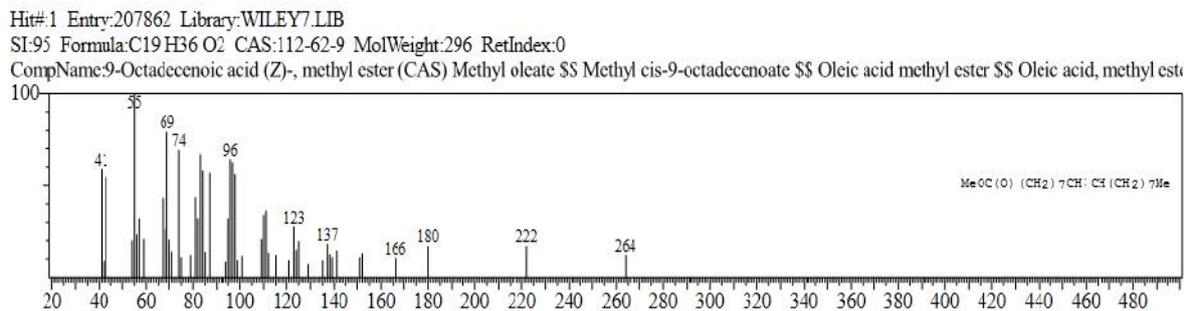
Gambar 6. Spektra massa senyawa dengan waktu retensi 16,406



Gambar 7. Spektra massa senyawa standar metil heksadekanoat



Gambar 8. Spektra massa senyawa dengan waktu retensi 18,124



Gambar 9. Spektra massa senyawa standar cis metil-9-oktadekenoat

Berdasarkan spektra pada Gambar 6 maka spektra senyawa pada puncak nomor I mengacu pada pola fragmentasi senyawa metil heksadekanoat dengan rumus molekul $C_{17}H_{34}O_2$ yang mempunyai kemiripan (SI) 95 seperti pada Gambar 7.

Sedangkan senyawa pada puncak nomor II dengan waktu retensi 18,124 yang berarti senyawa ini telah terpisah pada waktu 18,124 menit memiliki luas area spektra adalah 28,16% yang menunjukkan persentase kandungan senyawa tersebut dalam biodiesel. Spektra senyawa dengan puncak nomor II tersajikan pada Gambar 8.

Berdasarkan spektra pada Gambar 8 maka spektra senyawa pada puncak nomor II mengacu pada pola fragmentasi senyawa cis metil-9-

oktadekenoat dengan rumus molekul $C_{19}H_{36}O_2$ yang mempunyai kemiripan (SI) 95 seperti pada Gambar 9.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Batu padas *ledgestone* teraktivasi asam (H_2SO_4) 1M mengalami peningkatan pada nilai keasaman permukaan, luas permukaan, jumlah situs aktif, dan kapasitas tukar kation berturut-turut sebagai berikut $0,3530 \pm 0,0011$ mmol/gram,

35,7581 m²/gram, 2,1258x10²⁰ atom/gram dan 5,88 me/100 gram.

2. Konsentrasi H₂SO₄ yang digunakan untuk aktivasi katalis batu padas *ledgestone* yang menghasilkan karakter terbaik sebesar 1M.
3. Konsentrasi katalis batu padas *ledgestone* teraktivasi asam yang menghasilkan *yield* tertinggi pada pembuatan biodiesel adalah 1% b/v dengan *yield* biodiesel yang dihasilkan sebesar 74,71%.
4. Biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis batu padas *ledgestone* memiliki %FFA sebesar 0,02% dengan bilangan asam sebesar 0,0438 mg KOH/gram biodiesel, karakterisasi densitas biodiesel A₁ 0,7850 g/mL, viskositas kinematik 0,4650 cSt, senyawa yang terkandung pada biodiesel dengan katalis batu padas *ledgestone* adalah metil heksadekanoat dengan % area 71,84% dan cis metil-9-oktadekanoat dengan % area 28,16%.

Saran

Berdasarkan hasil penelitian dan kesimpulan, maka dapat disarankan untuk melakukan penelitian lebih lanjut terhadap aktivasi katalis batu padas *ledgestone* dengan penambahan zat aktif pada katalis dan perlu variasi waktu reaksi pada saat pembuatan biodiesel menggunakan katalis batu padas *ledgestone*.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Anak Agung Bawa Putra, S.Si.,M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, dan kepada Bapak Drs. Made Siaka, M.Sc (Hons), Bapak Putu Suarya, S.Si., M.Si, dan Ibu Dr. Dra. Wiwik Susanah Rita, M.Si. atas segala saran dan masukannya, serta semua pihak yang telah membantu untuk menyelesaikan jurnal ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Aziz, I., Siti N., and Arif R. H., 2012, Uji Karakteristik Biodiesel yang dihasilkan dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Zeolit Alam (H-Zeolit) dan KOH, *Valensi*, 2 (5) : 1978-8193
- Budiartawan, I. G., 2003, Adsorpsi Batu Padas terhadap Ion Logam Pb²⁺ dan Cr³⁺ dalam Larutan, *Skripsi*, Universitas Udayana, Jimbaran
- Canakci, M., and Van Gerpen, J., 2003, A pilot plant to produce biodiesel from high free fatty acid feedstocks, *Transactions of the American Society of Agricultural Engineers*, 46 : 945-954
- Chi, L., 1999, The Production of Methyl Ester from Vegetable Oil/fatty Acid Mixtures, *Thesis*, Department of Chemical Engineering and Applied. University of Toronto, Toronto
- Diantariani, N. P., 2010, Peningkatan Potensi Batu Padas Ladgestone sebagai Adsorben Ion Logam Berat Cr (III) dalam Air Melalui Aktivasi Asam dan Basa, *Jurnal Kimia*, 4 (1) : 91-100
- Fessenden, R. J. dan Fessenden, J. S., 1992, *Kimia Organik*, Edisi Ketiga., a.b. Pudjatmaka, H., Gramedia, Jakarta
- Hanan, S., 2010, Application of Zeolite Prepared From Egyptia Kaolin for Removal of Heavy Metals: II. Isotherm models, *Journal of Hazaourous Materials*, 182 : 842-841
- Harvey, David, 1956, *Modern Analytical Chemistry*, DePauw University, McGraw-Hill Higher Education
- Hermansyah, H., Arbianti, R., Utami, T.S., dan Andani, D., 2008, Pengaruh Kondisi Reaksi Hidrogenasi Metil Laurat terhadap Aktivitas dari Surfaktan Perbahan Baku Minyak Kelapa, *Prosiding: Seminar Nasional Rekayasa dan Proses*, Universitas Diponegoro Semarang, Hal.115-122
- Kim, H., Kang, B., Kim, M., Park, Y., Kim, D., Lee, J., Lee, K., 2004, Transesterification of Vegetable Oil to Biodiesel using Heterogeneous Base Catalyst, *Catalysis Today*, 93 : 315-320
- Lotero, E., Lopez, D.E., Goodwin Jr., J.G., and Bruce, D.A., 2005, Transesterification of Triacetin with Methanol on Solid Acid and Base Catalysts. *Applied Catalysis A: General*, 295 : 97-105

- Suirta, 2009, Preparasi Biodiesel dari Minyak Jelantah Kelapa Sawit, *Jurnal Kimia*, 3 (1) : 1-6
- Susanto H.B., 2008, Sintesis Pelumas Dasar Bio Melalui Esterifikasi Asam Oleat Menggunakan Katalis Asam Heteropoli/Zeolit, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Jakarta
- Tang, H., Ren, Yu., Yue, B., Yan, S., He, H., 2006, Cu- Incorporated Mesoporous Materials: Synthesis, Characterization and Catalytic Activity in Phenol Hydroxilation, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 260 : 121-127
- Van Gerpen, J., Shanks, B., Pruszko, R., Clements D., and G. Knothe, 2004, *Biodiesel Production Technology*, National Renewable Energy Laboratory, Colorado, USA
- Weber, W. J., 1972, *Physics Chemical Process for Water Quality Control*, John. Wiley and Sons, New York
- West, A.R., 1984, *Solid State Chemistry and It's Application*, John Wiley and Son Inc., New Delhi
- Widihati, I.A.G., 2002, Sintesis Lempung Montmorillonit Terpilar Fe_2O_3 dan Kajian Sifat-sifat Kimia Fisiknya, *Tesis*, Universitas Gadjah mada, Yogyakarta
- Whiston, C., 1991, *X Ray Methods Analytical Chemistry by Open Learning*. John Willey and Sons Ltd, London
- Wibowo, W., 2004, *Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*, Universitas Indonesia, Depok
- Xie, W., Peng, H., & Chen, L., 2006, Transesterification of Soybean Oil Catalyzed by Potassium Loaded on Alumina as A solid-base catalyst. *Applied Catalysis A : General.* , 300, 67-74
- Yuliani, 2008, Pengaruh Katalis Asam Sulfat dan Suhu Reaksi pada Esterifikasi Minyak Biji Karet (*Hevea brasiliensi*) menjadi Biodiesel, *Skripsi*, Institut Sepuluh Nopember, Surabaya