



Terakreditasi: SK No.: 66b/DIKTI/Kep/2011

Terakreditasi: SK No.: 60/E/KPT/2016

Website : <http://ejournal.undip.ac.id/index.php/reaktor/>

Reaktor, Vol. 16 No. 3, September Tahun 2016, Hal. 109-115

Potensi Katalis Padat Asam Gamma Alumina Tersulfatasi pada Reaksi Esterifikasi Minyak Biji Karet

Maria Ulfah^{1*)} dan Subagjo²⁾

¹⁾Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Universitas Bung Hatta
Jl. Gajah Mada No. 19, Olo Nanggalo Gunung Pangilun, Padang

²⁾Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung
Jl. Ganesha 10, Bandung

^{*)}Penulis korespondensi : ulfah_nad@yahoo.com

Abstract

POTENTIAL OF SULFATED ALUMINA-HETEROGENEOUS ACID CATALYST IN ESTERIFICATION RUBBER SEED OIL. *Two tipe of catalysts have been synthesised and evaluated in esterification of rubber seed oil. The first and the second catalyst have content SO_3 8.821% and 40.715%, respectively. The optimum condition of reaction studied: volume ratio methanol/oil 0.9-1.8 v/v; catalyst concentration 1.67-10% wt/v; time of reaction 1-7 hours and temperature of reaction 50-70°C. This study showed, the second catalyst more active than the first catalyst. Maximum conversion from esterification reaction of rubber seed oil of the first and the second catalyst are 75% and 97%, respectively. The optimum condition of reaction achieved at volume ratio methanol/oil 1.8 v/v; catalyst concentration 1.67% wt/v; time of reaction 7 hours and temperature of reaction 70°C.*

Keywords: sulfated alumina; free fatty acid; esterification; rubber seed oil

Abstrak

Dua tipe katalis alumina tersulfatasi telah disintesis dan dievaluasi kinerjanya untuk reaksi esterifikasi asam lemak bebas (ALB) minyak biji karet. Katalis tipe 1 dan tipe 2 berturut-turut memiliki kandungan SO_3 8,821% dan 40,715%. Penelitian bertujuan untuk membandingkan kinerja katalis sulfatasi tipe I dan tipe II pada reaksi esterifikasi minyak biji karet dengan kondisi reaksi yang dipelajari: rasio volume metanol/minyak 0,9-1,8 v/v; konsentrasi katalis 1,67-10% b/v; waktu reaksi 1-7 jam dan temperatur reaksi 50-70°C. Hasil penelitian menunjukkan katalis tipe 2 lebih aktif dari tipe 1. Konversi ALB maksimum dari reaksi esterifikasi minyak biji karet dengan katalis tipe 1 dan tipe 2 berturut-turut 75% dan 97%. Kondisi optimum reaksi tersebut dicapai pada rasio volume metanol/minyak 1,8; konsentrasi katalis/minyak 1,67% b/v; waktu reaksi 7 jam dan temperatur reaksi 70°C.

Kata kunci: alumina tersulfatasi; asam lemak bebas; esterifikasi; minyak biji karet

How to Cite This Article: Ulfah, M. dan Subagjo, (2016), Potensi Katalis Padat Asam Gamma Alumina Tersulfatasi pada Reaksi Esterifikasi Minyak Biji Karet, Reaktor, 16(3), 109-115, <http://dx.doi.org/10.14710/reaktor.16.3.109-115>

PENDAHULUAN

Pengembangan sumber energi alternatif, diantaranya biosolar masih menjadi topik yang menarik

untuk dikaji. Sifat aliran dan pembakaran biosolar mirip dengan solar sehingga, biosolar dapat sebagai pengganti atau digunakan sebagai bahan pencampur

solar. Saat ini biaya produksi biosolar belum dapat bersaing dengan harga solar karena umumnya bahan baku pembuatan biosolar menggunakan minyak nabati yang telah dimurnikan. Biaya bahan baku biosolar sekitar 70-80% dari total biaya produksi dan dengan demikian, faktor kunci agar harga biosolar dapat berkompetisi dengan solar adalah pada pemilihan bahan baku. Bahan baku pembuatan biosolar dapat berupa minyak *edible* (dapat dikonsumsi) dan *non-edible* (tidak dapat dikonsumsi). Saat ini, lebih dari 95% biosolar dunia diperoleh dari minyak *edible* yang tersedia dalam jumlah besar, berasal dari industri agrikultural (Huy dkk., 2014).

Produksi biodiesel dari berbagai minyak *non-edible* telah dipelajari secara intensif dalam beberapa tahun belakangan ini. Tanaman-tanaman penghasil minyak *non-edible* yang telah dikaji sebagai bahan mentah produksi biodiesel seperti biji jarak (*Jatropha curcas*), karanja (*Pongamiapinnata*), biji tembakau (*Nicotianatabacum l.*), mahua (*Madhucaindica*), nimba (*Azadiractaindica*), biji karet (*Heveabrasiliensis*), dedak padi, mikro alga, dan sebagainya (Atabani dkk., 2013). Beberapa minyak *non-edible* tersebut merupakan bahan baku produksi biodiesel yang menjanjikan, diantaranya minyak biji karet (Pandey, 2009).

Karet selama ini telah menjadi komoditas perkebunan unggulan dari Indonesia. Komoditas tersebut menjadikan Indonesia sebagai dua besar eksportir ke pasar global. Dalam rentang tahun 2012-2015, luas areal kebun karet Indonesia lebih dari 3,5 juta hektar (Dirjen Perkebunan, 2014). Lahan seluas 1 hektar diperkirakan dapat menghasilkan 1500 kg biji karet per tahunnya (Widayat dkk., 2012), sehingga dapat diperkirakan kapasitas biji karet Indonesia tidak kurang dari 5 juta ton per tahun. Biji karet mengandung 40-50% minyak yang berwarna coklat (Pandey, 2009), dengan demikian dapat dihitung ketersediaan minyak biji karet Indonesia adalah di atas 2 juta ton per tahun.

Biosolar umumnya diperoleh melalui reaksi transesterifikasi antara trigliserida dan alkohol berantai pendek. Minyak *non-edible* umumnya mengandung asam lemak bebas (ALB) yang tinggi dan kandungan ALB dalam minyak biji karet sekitar 17% (Ramadhas dkk., 2005). Untuk mengkonversi minyak yang mengandung ALB tinggi (> 3%) menjadi alkil ester, proses transesterifikasi harus dilakukan dalam 2 (dua) tahap. Pada tahap pertama, reaksi dikatalisasi dengan katalis asam, mengubah ALB menjadi ester dan air. Reaksi ini lebih dikenal dengan reaksi esterifikasi. Tahap kedua sering disebut reaksi transesterifikasi, dikatalisasi dengan katalis basa, bertujuan untuk mengkonversi trigliserida menjadi alkil ester dan gliserol.

Secara komersial katalis homogen basa (NaOH, KOH) digunakan untuk mengkatalisasi reaksi transesterifikasi. Katalis basa memerlukan kondisi anhidrous dengan kandungan air < 0,1–0,5%-b dan umpan dengan kadar ALB kurang dari 3%-b (Loteri dkk., 2006). Umpan dengan kandungan ALB yang

tinggi tidak dapat direaksikan langsung menggunakan katalis homogen basa, karena membentuk sabun yang dapat mengganggu proses pemurnian produk biodiesel. Katalis homogen asam (lebih disukai: H₂SO₄) dapat digunakan untuk umpan dengan ALB yang tinggi dan secara simultan dapat mengkatalisasi reaksi esterifikasi dan transesterifikasi, akan tetapi menggunakan katalis homogen asam memberikan biaya produksi biodiesel yang tinggi (Loteri dkk., 2006). Dibanding katalis homogen asam, penggunaan katalis heterogen padat asam memberikan keunggulan: tidak mengakibatkan korosi pada peralatan, mencegah terjadinya pencemaran lingkungan dan mudah dilakukan pemisahan, yang secara signifikan mengurangi biaya produksi.

Katalis padat asam untuk produksi biodiesel harus memiliki karakter diantaranya: ukuran pori yang besar dan konsentrasi pusat asam kuat yang tinggi (Loteri dkk., 2006). Pori berukuran besar diperlukan untuk meminimasi difusi internal molekul rantai alkil yang besar dan populasi pusat asam kuat yang tinggi untuk mempercepat keberlangsungan reaksi. Pada penelitian ini, penyediaan katalis berdiameter pori yang besar dengan menggunakan gamma alumina. Alumina berukuran diameter pori 76 Å dan luas permukaan dalam rentang 150-250 m²/g telah diperoleh pada penelitian sebelumnya (Ulfah dan Subagio, 2013). Logam oksida tersulfatasi seperti zirkonia tersulfatasi, alumina tersulfatasi dan titanium tersulfatasi dilaporkan berpotensi sebagai katalis heterogen asam pada reaksi esterifikasi asam oleat (Alvarez dkk., 2009), sehingga pada penelitian ini asam sulfat konsentrat dipilih sebagai prekursor pusat aktif asam kuat. Penelitian bertujuan untuk mengevaluasi kinerja 2 tipe katalis alumina tersulfatasi hasil pengembangan dengan konsentrasi pusat aktif yang berbeda terhadap reaksi esterifikasi minyak biji karet.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah minyak biji karet yang dipersiapkan di laboratorium Operasi Teknik Kimia Jurusan Teknik Kimia Universitas Bung Hatta, katalis gamma alumina tersulfatasi hasil pengembangan, n-heksana teknis, asam pospat pro-analisis, metanol teknis, etanol teknis dan natrium hidroksida teknis.

Reaktor esterifikasi minyak biji karet berupa labu leher tiga yang dilengkapi dengan pendingin balik, termometer, pengaduk magnetik dan pelat pemanas.

Persiapan Minyak Biji Karet

Biji karet diperoleh dari perkebunan rakyat yang berada di kabupaten Solok dan Damasraya. Biji karet dipecah dan kernelnya dikeringkan di bawah sinar matahari selama 7 hari. Minyak biji karet diperoleh melalui proses ekstraksi biji karet yang telah dihaluskan dengan pelarut n-heksana pada temperatur 60°C selama 4 jam.

Untuk menghilangkan kotoran dan getah yang terkandung, minyak biji karet hasil ekstraksi di-*degumming* dengan 0,5% v/v H₃PO₄ 85% pada 90°C selama 1 jam. Endapan kotoran dan getah disaring setelah minyak hasil *degumming* dibiarkan selama 2 hari.

Pembuatan Katalis

Alumina sulfatasi tipe 1 dibuat dengan prosedur berikut: boehmite (AlOOH) dicampur dengan air, asam nitrat, asam sulfat pekat dan terakhir dengan penambahan amonium hidroksida. Campuran bahan-bahan tersebut dikeringkan pada temperatur 120°C selama 2 jam dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada 570°C selama 3 jam.

Alumina sulfatasi tipe 2 disiapkan dengan mengimpregnasi alumina sulfatasi tipe 1 dengan asam sulfat pekat. Hasil impregnasi dikeringkan dan dikalsinasi dengan kondisi yang sama seperti pembuatan katalis tipe 1.

Uji Katalitik

Volume minyak dalam seluruh penelitian diambil sebanyak 30 ml dan kecepatan putaran diatur 400 rpm. Penelitian dilakukan pada rasio volume minyak biji karet metanol/MBK (0,9; 1,2; 1,5 dan 1,8), rasio katalis padat/MBK (1,67-10% b/v), temperatur (50, 60, dan 70°C) dan waktu reaksi (1, 3, 5, dan 7 jam).

Minyak biji karet dipanaskan terlebih dahulu sambil diaduk pada kecepatan putaran 400 rpm hingga mencapai temperatur reaksi yang diinginkan. Metanol teknis dan katalis dimasukkan bersamaan ke dalam labu leher tiga yang berisi minyak biji karet panas tersebut dan reaksi dilangsungkan sesuai waktu reaksi yang diatur. Hasil reaksi didinginkan dan berikutnya disaring untuk memisahkan katalisnya. Campuran metanol sisa, air yang terbentuk hasil reaksi esterifikasi dan *crude* metil ester dimasukkan ke dalam corong pisah dan dibiarkan selama semalam. Campuran air dan metanol sisa yang berada di bagian bawah corong pisah dikeluarkan dan berikutnya *crude* metil ester dilakukan analisa kadar asam lemak bebasnya dengan metoda titrasi menggunakan larutan NaOH.

Uji Reusebility Katalis

Uji *reusebility* katalis dilakukan pada kondisi reaksi esterifikasi optimum. Sebelum digunakan pada reaksi berikutnya, katalis direndam dalam metanol selama semalam, disaring dan dikeringkan pada temperatur 100 °C. Uji *reusebility* katalis dikerjakan sebanyak dua kali karena keterbatasan jumlah minyak biji karet.

Metode Analisis

Analisis karakteristik katalis

Identifikasi zat yang terkandung dalam katalis hasil pengembangan menggunakan analisis X-ray diffraksi dengan instrumen X'PertPro PANalytical, radiasi CuK α , tegangan 40 V, arus 30 mA serta rentang pemidahan (*range scanning*) 10-100°. Komposisi kimia

kedua katalis ditentukan dengan analisis XRF menggunakan PANalytical Epsilon 3. Gugus-gugus fungsi yang terbentuk pada permukaan katalis hasil pengembangan menggunakan FTIR Perkin Elmer yang dilakukan pada temperatur ruang dalam rentang 600 – 4000 cm⁻¹ kondisi atmosferik. Karakteristik tekstural katalis meliputi luas permukaan dan volume pori ditentukan dengan metoda *Brunaur, Emmet, and Teller* menggunakan instrumen Quantachrome Nova Win 2. Kadar asam lemak bebas (ALB) minyak biji karet sebelum dan sesudah reaksi esterifikasi ditentukan melalui metoda titrasi dengan menggunakan Persamaan (1).

$$\text{Kadar ALB(\%)} = \frac{M \times A \times N}{10 \times G} \times 100\% \quad (1)$$

Keterangan: A = jumlah mol NaOH, N = Normalitas larutan NaOH yang digunakan, G = bobot sampel (g) dan M = bobot molekul asam lemak dominan, yaitu 280 mol/g untuk asam linoleat.

Konvesi asam lemak bebas dihitung dengan Persamaan (2).

$$X_{\text{ALB}}(\%) = \frac{\text{ALB}_0 - \text{ALB}_t}{\text{ALB}_0} \times 100\% \quad (2)$$

Keterangan: ALB₀ dan ALB_t, berturut-turut menyatakan asam lemak bebas awal dan akhir reaksi.

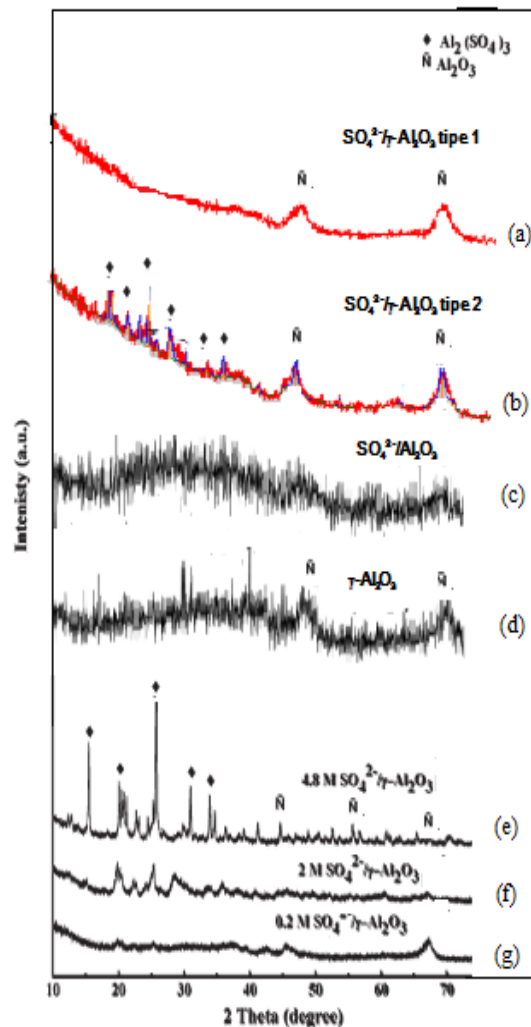
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Katalis

Gambar 1 (a)-(b) berturut-turut memperlihatkan pola XRD katalis alumina tersulfatasi (SO₄⁼/ γ -Al₂O₃) hasil pengembangan, tipe 1 dan tipe 2. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa intensitas puncak-puncak yang spesifik hadir untuk tipe γ yaitu pada 2 θ : sekitar 46° dan 67° masih jelas terlihat, sementara pada pola XRD alumina tersulfatasi yang diberikan oleh Alvarez, dkk. (2009) disajikan pada Gambar 1 (b)-(d), intensitas puncak gamma alumina tidak jelas. Menurut Rane dkk. (2016), tingginya intensitas puncak γ -Al₂O₃, hadirnya puncak Al₂(SO₄)₃ yang spesifik pada 2 θ = 25,5° serta tinggi rendahnya intensitas puncak Al₂(SO₄)₃ pada permukaan alumina dipengaruhi oleh konsentrasi asam sulfat yang dipakai, ditampilkan pada Gambar 1 (e)-(h). Pada penggunaan 0,2 M H₂SO₄ tidak terlihat adanya puncak Al₂(SO₄)₃. Peningkatan pemakaian konsentrasi asam sulfat meningkatkan intensitas puncak Al₂(SO₄)₃. Hal yang sama juga diperoleh dalam penelitian ini, pada katalis SO₄⁼/ γ -Al₂O₃ tipe 2 dengan konsentrasi sulfat yang lebih banyak (ditunjukkan dalam Tabel 1), intensitas puncak Al₂(SO₄)₃ lebih tinggi (lihat Gambar 1b) dibanding katalis tipe 1.

Jika dibandingkan dengan pola XRD yang diberikan oleh Alvarez dkk. (2009) dan Rane dkk. (2016), masih tingginya puncak gamma pada katalis hasil pengembangan peneliti tipe 2 mungkin disebabkan oleh efek kalsinasi tahap pertama yang mampu memperkokoh kehadiran puncak gamma

alumina meskipun dengan penambahan asam sulfat yang lebih banyak.



Gambar 1. Pola difraksi alumina tersulfatasi: (a)-(b) hasil pengembangan peneliti, (c)-(d) hasil penelitian Alvarez dkk., (e)-(f) hasil penelitian Rane dkk.

Tabel 1. Analisis XRF dari katalis alumina tersulfatasi

	SO ₄ ²⁻ /γ-Al ₂ O ₃ tipe 1	SO ₄ ²⁻ /γ-Al ₂ O ₃ tipe 2
Al ₂ O ₃ , % b	89,487	57,957
SiO ₂ , % b	0,814	0,645
P ₂ O ₅ , % b	0,645	0,53
SO ₃ , % b	8,821	40,715
CaO, % b	0,159	0,101
Ti, % b	0,061	0,045
V, % b	0,001	0
Fe ₂ O ₃ , % b	0,002	0,004

Kedua peneliti sebelumnya mempersiapkan katalis alumina tersulfatasi dengan metoda sol-gel dan menambahkan asam sulfat secara bersamaan dengan pembuatan alumina fasa gamma tersebut sehingga, prekursor pembentuk gamma alumina bereaksi dengan asam sulfat membentuk Al₂(SO₄)₃ yang kehadirannya dalam katalis esterifikasi bukan merupakan komponen aktif katalis. Ini didukung oleh hasil penelitian Rane dkk. (2016) yang menunjukkan bahwa aktifitas katalis

alumina tersulfatasi yang paling baik untuk reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat glasial tidak diperoleh pada katalis dengan intensitas puncak Al₂(SO₄)₃ yang paling tinggi yaitu pada pemakaian 4,8 M H₂SO₄, namun pada katalis yang dipersiapkan dengan 2 M H₂SO₄.

Luas permukaan, volume pori total dan diameter pori rata-rata kedua katalis disajikan pada Tabel 2. Katalis tipe 2 dipersiapkan dengan mengimpregnasi asam sulfat pekat teknis selama 1 jam pada katalis tipe 1 yang memiliki kandungan SO₃ 8,821%. Setelah diimpregnasi, luas permukaan katalis tipe 1 berkurang sebesar 30%. Pengaruh yang sama juga terlihat pada volume pori, penambahan asam sulfat menurunkan volume pori katalis. Ini disebabkan oleh penambahan asam sulfat yang lebih banyak menyebabkan struktur katalis runtuh selama kalsinasi dan spesies SO₄²⁻ menutupi pori katalis (Rane dkk., 2016). Sebaliknya, penambahan asam sulfat yang lebih banyak meningkatkan diameter pori katalis. Hasil penelitian Rane dkk. (2016) juga menunjukkan bahwa bertambahnya konsentrasi SO₄²⁻ pada γ-Al₂O₃, meningkatkan diameter pori katalis.

Tabel 2. Karakteristik tekstur permukaan katalis

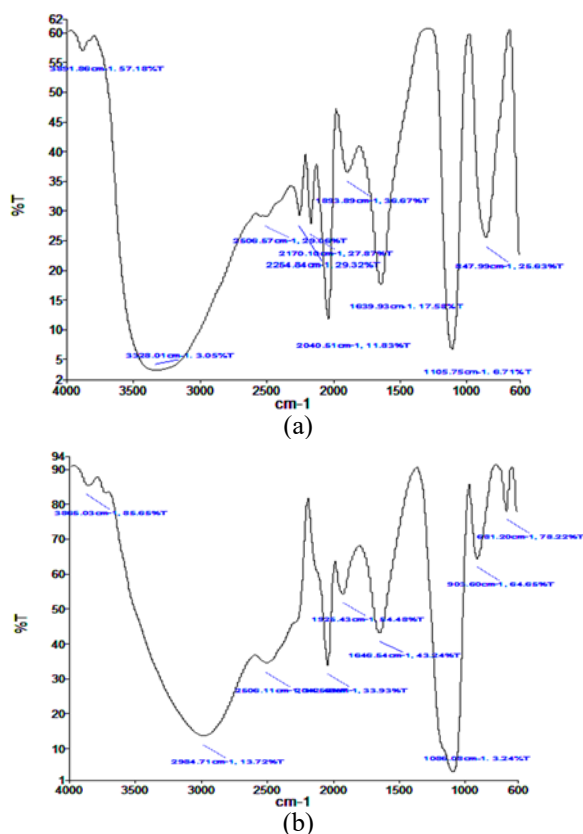
	SO ₄ ²⁻ /γ-Al ₂ O ₃ tipe 1	SO ₄ ²⁻ /γ-Al ₂ O ₃ tipe 2
S _{BET} (m ² g ⁻¹)	295,30	76,387
V _p (cm ³ g ⁻¹)	0,3936	0,11
D _p (Å)	53,31	63,64

Gambar 2 menampilkan spektrum FTIR dari katalis alumina tersulfatasi hasil pengembangan. Pita dengan panjang gelombang sekitar 3000-3400 cm⁻¹ dan 1640 cm⁻¹ berturut-turut menunjukkan *stretching* dan *bending vibration* gugus hidroksil dari molekul air yang teradsorb pada permukaan padatan. Puncak dengan gelombang sekitar 1100 cm⁻¹ menyatakan vibrasi simetrik (*vibration symmetric*) dari gugus S=O. Dari Gambar 2 ditunjukkan bahwa intensitas puncak gugus S=O (puncak gelombang 1100 cm⁻¹) dari katalis SO₄²⁻/γ-Al₂O₃ tipe 2 lebih tinggi (90% T) dibanding tipe 1 (60% T). Menurut Rane dkk. (2016), intensitas gelombang 1100 cm⁻¹ meningkat dengan bertambahnya kandungan sulfat.

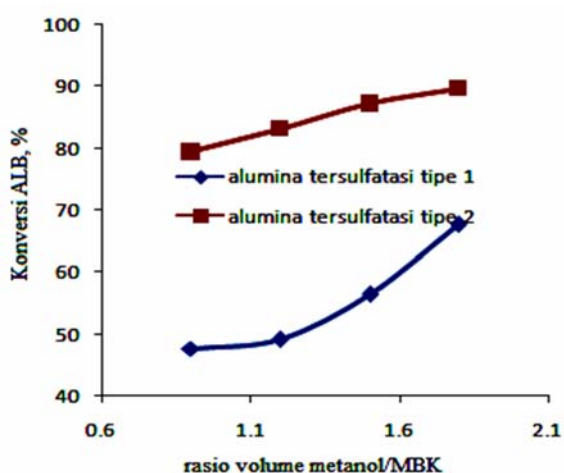
Pengaruh Rasio Volume Metanol/ MBK

Gambar 3 menyajikan pengaruh rasio metanol/MBK terhadap konversi ALB. Dalam rentang rasio volume metanol/MBK 0,9-1,8, kecenderungan kedua katalis sama, konversi ALB meningkat dengan bertambahnya volume metanol. Meningkatnya konsentrasi alkohol menyebabkan berkurangnya viskositas campuran, pencampuran minyak, alkohol dan katalis yang lebih baik dan meningkatkan laju perpindahan massa sehingga, konversi ALB bertambah (Vieira dkk., 2013). Untuk katalis tipe 2, konversi ALB meningkat masing-masing sekitar 4% pada rasio metanol/MBK: 0,9-1,2 dan 1,2-1,5 sedangkan, kenaikan konversi ALB untuk metanol/MBK 1,5-1,8

sekitar 2,4%. Pada katalis tipe 1, konversi ALB dalam rentang rasio volume metanol/MBK 0,9-1,2 naik 3,05% ; rasio metanol/MBK 1,2-1,5 naik sebesar 12,94% dan 11,2% untuk rentang metanol/MBK 1,5-1,8.



Gambar 2. Spektrum FTIR dari alumina tersulfatasi hasil pengembangan (a). $SO_4^{2-}/\gamma-Al_2O_3$ tipe 1, dan (b) $SO_4^{2-}/\gamma-Al_2O_3$ tipe 2



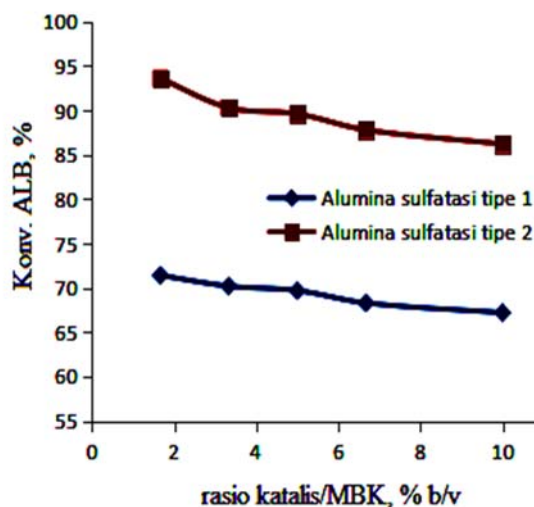
Gambar 3. Pengaruh rasio volume metanol/MBK terhadap konversi ALB

Dari Gambar 3 dapat juga dilihat bahwa katalis $SO_4^{2-}/\gamma-Al_2O_3$ tipe 2 dengan konsentrasi asam yang tinggi lebih aktif dibanding tipe 1, dalam waktu reaksi yang sama (5 jam) menghasilkan tingkat konversi ALB

mencapai 89,6% dan tipe 1 hanya mencapai 67,6%. Berdasarkan Gambar 3 dapat juga dianalisa bahwa reaksi esterifikasi dengan bantuan katalis tipe 1, konversi ALB dapat mencapai 89,6 jika menggunakan volume metanol yang lebih besar, dan dengan bantuan katalis tipe 2, peningkatan jumlah metanol tidak meningkatkan konversi ALB, konsekuensinya menambah biaya pengadaan metanol. Oleh karena itu, pada kajian pengaruh jumlah katalis ditetapkan rasio volume metanol/MBK 1,8.

Pengaruh Jumlah Katalis

Optimasi jumlah katalis diamati pada 1,67; 3,33; 5,0; 6,67 dan 10% v/v untuk volume minyak 30 ml, rasio metanol/minyak 1,8, temperatur reaksi $60 \pm 2^\circ C$ dan lama reaksi 5 jam. Pengaruh jumlah katalis terhadap konversi ALB disajikan pada Gambar 4. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa kecenderungan kedua tipe katalis sama, konversi ALB meningkat dengan berkurangnya jumlah katalis. Berkurangnya konversi ALB ini mungkin disebabkan oleh bergabungnya reaktan, produk dan katalis dalam sistem herogen katalis tersebut (Ilgen dkk., 2009). Meningkatnya jumlah katalis dalam rentang 0,5-3 gram (1,67-10% b/v), massa reaktan, produk dan katalis yang bergabung semakin bertambah sehingga luas kontak reaktan dan katalis berkurang.



Gambar 4. Pengaruh jumlah katalis terhadap konversi ALB

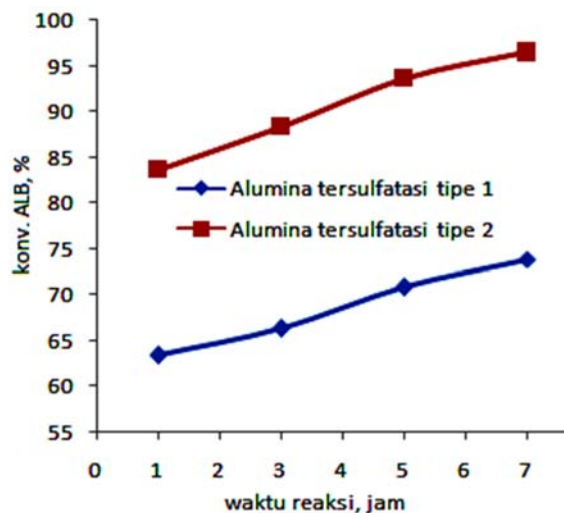
Pengaruh Waktu Reaksi

Setelah memperoleh kondisi optimum rasio volume metanol/MBK 1,8 dan jumlah katalis 2% b/v, berikutnya dipelajari pengaruh reaksi, disajikan pada Gambar 5. Waktu reaksi divariasikan dalam rentang 1 hingga 7 jam dan dalam rentang waktu tersebut ditunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak reaktan dan katalis, konversi ALB meningkat. Konversi ALB menggunakan katalis tipe 1 dengan waktu reaksi 7 jam mencapai 75% dan dengan tipe 2 sebesar 97%. Hasil penelitian Viera dkk. (2013) menunjukkan bahwa konversi maksimum dari reaksi esterifikasi asam oleat yang dikatalisasi dengan katalis padat asam lantulum

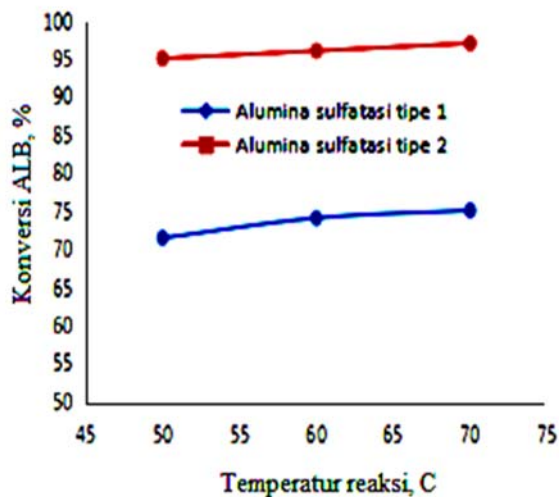
oksida, lantulum oksida tersulfatsi, HZSM-5 dan HZSM-5 tersulfatsi diperoleh pada waktu reaksi 7 jam.

Pengaruh Temperatur Reaksi

Parameter reaksi penting lainnya adalah temperatur dan efek temperatur reaksi yang dikatalisasi dengan gamma alumina tersulfatsi hasil pengembangan terhadap konversi ALB minyak biji karet disajikan pada Gambar 6.



Gambar 5. Pengaruh waktu reaksi terhadap konversi ALB

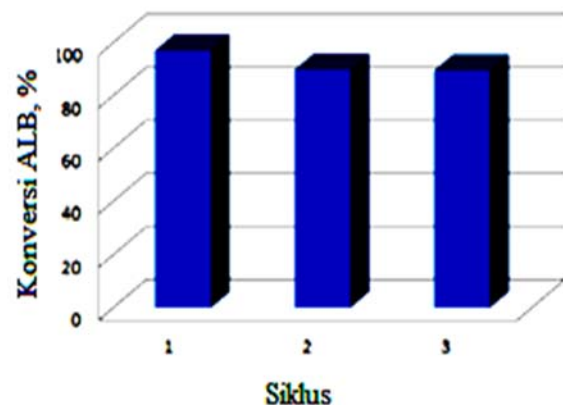


Gambar 6. Efek temperatur reaksi terhadap konversi ALB

Dalam rentang 50-70°C, konversi ALB meningkat dengan naiknya temperatur, sesuai dengan teori kinetika (Arrhenius) dan teori termodinamika. Meningkatnya temperatur meningkatkan energi molekul untuk bergerak lebih cepat, dengan demikian pemutusan ikatan karbon dalam trigliserida oleh alkohol dan katalis lebih mudah, sehingga laju reaksi meningkat. Reaksi esterifikasi bersifat endotermis, secara termodinamika: konversi reaksi meningkat dengan naiknya temperatur.

Reusibility Katalis

Gambar 7 menyajikan penggunaan ulang katalis tipe 2 pada reaksi esterifikasi minyak biji karet sebanyak dua kali. Uji dilangsungkan pada kondisi reaksi optimum yaitu rasio volume minyak/metanol 1,8 v/v; jumlah katalis 1,67% b/v ; temperatur 60°C dan lama reaksi 7 jam. Setelah pemakaian pertama, kinerja katalis berkurang dari 97% menjadi 89,7%, dan pada pemakaian kedua, konversi ALB 89,4%. Kadar ALB minyak biji karet pada siklus ke-1 sebesar 27% dan pada siklus ke-2 dan ke-3 sekitar 49%.



Gambar 7. Penggunaan ulang katalis tipe 2

KESIMPULAN

Alumina tersulfatsi hasil pengembangan berpotensi sebagai katalis pada reaksi esterifikasi asam lemak bebas minyak biji karet. Katalis alumina tersulfatsi tipe 2 dengan kandungan SO_3 40,715% lebih aktif dari tipe 1 yang memiliki konsentrasi SO_3 8,821%. Konversi ALB maksimum yang dapat dicapai dengan katalis tipe 1 : 75% dan tipe 2 : 97%. Kondisi reaksi esterifikasi asam lemak bebas minyak biji karet yang optimum dicapai pada rasio volume metanol/MBK 1,8; konsentrasi katalis/minyak 1,67% b/v; lama reaksi 7 jam dan temperatur reaksi 70°C.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Ristek Dikti yang telah mendanai penelitian ini melalui pemberian hibah fundamental tahun 2016.

DAFTAR PUSTAKA

- Direktorat Jenderal Perkebunan (2014), *Statistik Perkebunan Indonesia Komoditas Karet 2013 – 2015*.
- Alvarez, M., Ortiz, M.J., Roperro, J.L., Nini, M.E., Rayon, R., Tzompantzi, F., and Gomez, R. (2009), Evaluation of Sulfated Alumina Synthesized via the Sol-Gel Method in the Esterification of Oleic Acid with Ethanol, *Chem. Eng. Comm.*, 196, pp. 1152-1162.
- Atabani, A.E., Silitonga, A.S., Ong, H.C., Mahlia, T.M.I., Masjuki, H.H., Badruddin, I.A., and Fayaz, H., (2013), Non-edible Vegetable Oils: A Critical

- Evaluation of Oil Extraction, Fatty Acid Compositions, Biodiesel Production, Characteristics, Engine Performance and Emmissions Production, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 18, pp. 211-245.
- Huy, H.T., Viet, T.T., and Phung, L.T.K., (2014), Biodiesel Production from Rubber Seed Pil using SCM, *International Journal of Renewable Energy and Enviromental Engineering*, 2(4), pp. 306-314.
- Ilgen, O., Akin, A.N., and Boz, N., (2009), Investigation of Biodiesel Production from Canola Oil Using Amberlyst-26 as a Catalyst, *Tuk. J. Chem.*, 33, pp. 289-294.
- Lotero, E., Liu, Y., Lopez, D.E., Suwannakarn, K., Bruce, D.A., and Goodwin, J.G.Jr., (2006), Synthesis of Biodiesel via Acid Catalysis, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 44, pp. 5353-5363.
- Pandey, A., (2009), *Handbook of Plant-Based Biofuels*, CRC Press, Boca Raton, Florida, pp. 281-290.
- Ramadhas, A.S., Jayaraj, S., and Muraleedharan, C. (2005), Biodiesel Production from High FFA Rubber Seed Oil, *Fuel*, 84, pp. 335-340.
- Rane, A.S., Pudi, S.M., and Biswas, P. (2016), Esterification of Glycerol with Acetic Acid with Highly Active and Stable Alumina-Based Catalyst: A Reaction Kinetics Study, *Chem. Biochem. Eng.*, 30(1), pp. 33-45.
- Ulfah, M. dan Subagio (2013), Hidrodesulfurisasi Dibenzothiophene (HDS DBT) dengan Katalis NiMo/ γ -Al₂O₃ : Sintesa Penyangga Alumina, *Reaktor*, 16(3), hal. 151-157.
- Viera, S.S., Magriotis, Z.M., Santos, N.A.V., and Saczk, A.A., (2013), Biodiesel Production by Free Fatty Acid Esterification Using Lanthanum and HZSM-5 Based Catalysts, *Bioresource Technology*, 133, pp. 248-255.
- Widayat, Wibowo, A.D.K., and Hadiyanto, (2013), Study on Production Process of Biodiesel from Rubber Seed (*Hevea brasiliensis*) by In Situ (Trans)Esterification Method with Acid Catalyzed, *Energy Procedia*, 32, pp. 64 – 73.