

Bentonit Tersulfatasi sebagai Katalis dalam Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah

Puji Wahyuningsih^{1*}, Tisna Harmawan¹, dan Rahmatul Fajri¹

¹Program Studi Kimia Fakultas Teknik Universitas Samudra
Jl. Meurandeh, Langsa Aceh 24416, Indonesia

* Corresponding author: puji_wahyuningsih@unsam.ac.id

ABSTRAK

Katalis merupakan salah satu faktor penting yang mempengaruhi produksi biodiesel. Lempung (bentonit) adalah salah satu jenis katalis heterogen yang merupakan mineral filossilikat dengan struktur berlapis dan berbentuk kristalin. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi bentonit tersulfatasi sebagai katalis dalam sintesis biodiesel minyak jelantah. Karakterisasi bentonit tersulfatasi menggunakan AAS, XRD, dan FTIR. Persentase metil ester dalam biodiesel dikarakterisasi menggunakan GC-MS Berdasarkan hasil analisis XRD terhadap bentonit Aceh Tamiang menunjukkan bahwa bentonit Aceh Tamiang memiliki komponen utama montmorillonit dan kuarsa (SiO₂). Penambahan asam sulfat (H₂SO₄) pada bentonit tidak mengubah basal spacing pada difraktogram. Hasil analisis FTIR dari bentonit tersulfatasi menunjukkan bahwa bentonit tersulfatasi memiliki gugus fungsional yaitu vibrasi ulur –OH oktahedral, vibrasi ulur –OH molekul air, vibrasi tekuk Si-O-Si, vibrasi ulur simetris Si-O dari (Si-O-Si), vibrasi tekuk gugus –OH dari Al-Al-OH pada struktur lembaran tetrahedral dan oktahedral yang merupakan penyusun mineral bentonit. Hasil analisis GC-MS biodiesel menunjukkan bahwa komposisi metil ester adalah asam palmitat 3,65 % dan asam oleat 46,26% sehingga komposisi metil ester yang dominan pada produk biodiesel adalah metil oleat. Komposisi ini sesuai dengan dengan komposisi asam lemak minyak jelantah dari minyak sawit, sehingga dapat disimpulkan bahwa penggunaan katalis bentonit tersulfatasi telah berhasil mengkonversi asam lemak menjadi biodiesel.

Kata Kunci: Bentonit Tersulfatasi, Minyak Jelantah, Biodiesel

PENDAHULUAN

Biodiesel merupakan salah satu jenis bahan bakar alternatif yang dihasilkan dari minyak tumbuhan dan hewan menggunakan alkohol melalui reaksi transesterifikasi dan esterifikasi dengan adanya katalis. Salah satu sumber daya alam hayati sebagai penghasil biodiesel adalah minyak kelapa sawit. Kelapa sawit memiliki jumlah yang sangat melimpah di Aceh yang mana memberikan peluang besar bagi pengembangan biodiesel.

Selain jenis produksi yang diterapkan, keberadaan katalis juga merupakan faktor penting dalam produksi biodiesel (Pasae *et al.*, 2019). Katalis merupakan zat yang memegang peranan penting dalam industri kimia dimana katalis digunakan untuk meningkatkan laju reaksi dalam proses kimia (Peter *et al.*, 2012). Pada umumnya biodiesel diproduksi secara konvensional menggunakan katalis homogen seperti asam kuat atau basa kuat, tetapi proses ini memiliki kelemahan dalam pemisahan produk dengan katalis (Devitria *et al.*, 2013). Oleh karena itu, penelitian mengenai katalis heterogen mulai dikembangkan sebagai pengganti katalis homogen dalam produksi biodiesel diantaranya CaO superbasa dan zeolit berbasis alam (Pasae *et al.*, 2019), lempung (Armalita *et al.*, 2015; Devitria *et al.*, 2015), lempung terpillar (Ruslan *et al.*, 2017), lempung

teraktivasi (Putri *et al.*, 2018; Nurhayati *et al.*, 2013). Katalis heterogen memiliki beberapa kelebihan di antaranya stabil, selektivitas tinggi, dapat digunakan kembali, proses penanganan dan pemurnian lebih sederhana, aman digunakan serta lebih ramah lingkungan.

Lempung (*clay*) merupakan golongan mineral dari keluarga *phyllosilicate* golongan smektit yang memiliki struktur berlapis dan berbentuk kristalin. Jenis lempung yang paling banyak menarik perhatian adalah bentonit. Kandungan utama bentonit adalah mineral montmorillonit (85%) (Firmansyah, 2013). Kinerja katalitik lempung dapat ditingkatkan dengan memodifikasi struktur lempung melalui penyisipan agen pemilar pada antar lapis (Okoye dan Obi, 2011).

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi bentonit tersulfatasi sebagai katalis dalam sintesis biodiesel minyak jelantah. Penambahan asam sulfat bertujuan untuk meningkatkan situs asam pada permukaan katalis baik Bronsted maupun Lewis. Karakterisasi bentonit tersulfatasi menggunakan AAS, XRD, dan FTIR. Persentase metil ester dalam biodiesel dikarakterisasi menggunakan GC-MS.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit yang berasal dari Kabupaten Aceh Tamiang, Provinsi Aceh, asam sulfat (H_2SO_4), metanol p.a, minyak jelantah, dan akuades.

Metode

Preparasi Katalis

Bentonit ditumbuk hingga halus dan disaring dengan ayakan 250 mesh. Sebanyak 50 g serbuk bentonit dimasukkan ke dalam *ultrasonic batch* yang telah diisi dengan 2 L akuades dan diberikan gelombang ultrasonik selama 15 menit. Larutan tersebut disaring dan endapan yang dihasilkan dinamakan fraksi 1. Filtrat yang dihasilkan dari tahap I diaduk sebanyak 3 kali dan didiamkan selama 3 hari dan diambil kembali endapannya, endapan tersebut dinamakan fraksi 2. Selanjutnya, filtrat yang dihasilkan pada tahap II diaduk sebanyak 3 kali dan didiamkan selama 7 hari dan diambil endapannya, endapannya dinamakan fraksi 3. Filtrat akhir yang dihasilkan diuapkan sehingga seluruh akuadesnya menguap dan dinamakan fraksi 4 (Wahyudi, 2010). Bentonit dimasukkan dalam gelas kimia dan ditetesi H_2SO_4 secara perlahan. Kemudian larutan diaduk selama 30 menit dan didiamkan selama 24 jam. Campuran selanjutnya dikalsinasi selama 2 jam pada suhu $450^\circ C$ (Pasae *et al.*, 2019).

Karakterisasi Katalis

Analisis AAS dilakukan terhadap sampel bentonit untuk mengetahui jenis bentonit. Katalis bentonit tersulfatasi dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDX), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

Sintesis Biodiesel dari Minyak Jelantah

Minyak jelantah ditambahkan metanol dengan rasio molar 1 : 9. Selanjutnya sebanyak 1,74 gr katalis bentonit dimasukkan ke dalam labu alas tiga. Proses reaksi dilakukan pada suhu $65^\circ C$ selama 2 jam. Biodiesel dipisahkan dari gliserol dan dicuci dengan menggunakan akuades. Biodiesel yang dihasilkan diuji kandungan metil ester menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometer* (GC-MS).

HASIL DAN PEMBAHASAN

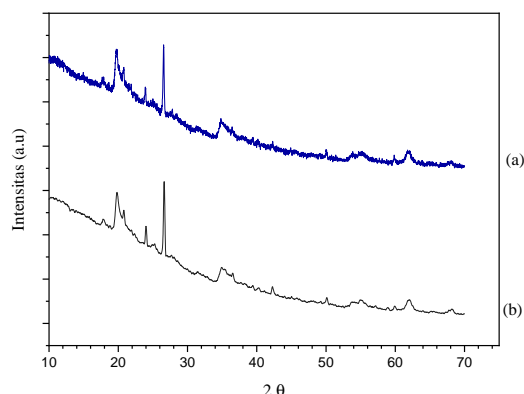
Analisis AAS

Hasil analisis kandungan kation pada bentonit menggunakan metode AAS menunjukkan bahwa bentonit memiliki kandungan kation Na^+ sebesar 0,60 % dan kation Ca^{2+} sebesar 0,04 %. Berdasarkan data tersebut,

maka bentonit yang digunakan sebagai material awal dalam mensintesis bentonit terpoliar Al_2O_3 memiliki kandungan kation Na^+ lebih banyak daripada Ca^{2+} sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel yang diambil dari Aceh Tamiang merupakan jenis Na-bentonit.

Analisis XRD

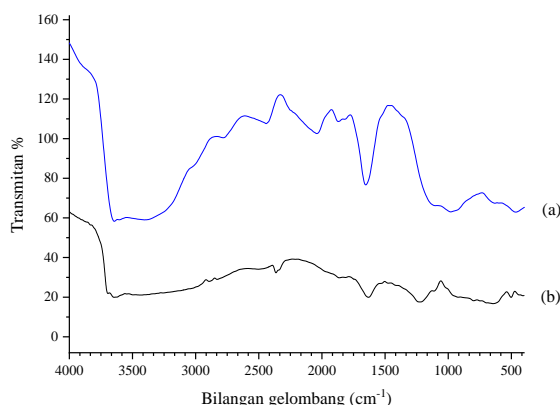
Analisis XRD pada bentonit tersulfatasi bertujuan untuk mengetahui kandungan mineral-mineral yang terdapat pada bentonit tersulfatasi dan melihat pola difraksi pada harga 2θ dan jarak antar bidang datar (*basal spacing*) dari kisi kristalin (Mahmudha dan Irwan, 2016). Hasil analisis XRD terhadap bentonit tersulfatasi ditunjukkan pada Gambar 1. Berdasarkan difraktogram pada Gambar 1 terlihat adanya puncak-puncak difraksi yang khas dari Montmorillonit yaitu pada daerah $2\theta = 19,7^\circ$, $20,7^\circ$ dan $26,5^\circ$ berdasarkan data *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) Card dengan No 96-901-0958. Puncak difraksi pada daerah 2θ yaitu $19,7^\circ$ (68%) dan $20,7^\circ$ (44%) menunjukkan bahwa sampel mengandung mineral montmorillonit. Selain itu, pada pola difraktogram juga terdapat puncak pada daerah 2θ $26,5^\circ$ merupakan puncak dari mineral kuarsa (SiO_2). Oleh karena itu, bentonit memiliki mineral penyusun berupa montmorillonit dan mineral alam lainnya yaitu mineral kuarsa sebagai impuritis dengan jumlah yang sangat kecil. Puncak difraksi dari mineral kuarsa ini memiliki tingkat intensitas refleksi yang tinggi. Berdasarkan data hasil analisis XRD menunjukkan bahwa bentonit mengandung komponen utama montmorillonit dan kuarsa (SiO_2). Penambahan asam sulfat (H_2SO_4) pada bentonit tidak mengubah *basal spacing* d_{001} pada difraktogram.



Gambar 1. Analisis XRD (a) Bentonit (b) Bentonit Tersulfatasi

Analisis FTIR

Spektra inframerah dari bentonit dan bentonit tersulfatasi pada bilangan gelombang antara 4000- 400 cm^{-1} disajikan pada Gambar 2 berikut. Gambar 2 menunjukkan bahwa proses aktivasi bentonit menggunakan H_2SO_4 tidak menghasilkan perubahan yang signifikan pada serapan bilangan gelombang karakteristik gugus fungsional yang terdapat pada bentonit yaitu -OH yang berasal dari kerangka bentonit dan molekul air, Si-O-Si, dan Al-Al-OH yang merupakan struktur pada lembaran oktahedral dan tetrahedral pada bentonit (Tabel 1).



Gambar 2. Karakteristik FTIR (a) Bentonit (b) Bentonit Tersulfatasi

Tabel 3. Karakteristik Adsorpsi Bentonit dan Bentonit Tersulfatasi

No	Wave Number (cm^{-1})		Functional Groups
	Bentonite	Sulfated Bentonite	
1	3645,46	3693,84	O-H Streching
2	3606,89	3646,58	O-H Streching
3	1654,95	1631,85	O-H Bending (H_2O)
4	1103,28	1113,94	Si-O-Si Streching
5	979,84	920,08	Al-Al-OH Bending
6	632,65	645,22	Si-O Streching ($\text{SiO}_2/\text{quartz}$)
7	466,77	501,51	Si-O-Si Bending

Berdasarkan Gambar 5 tersebut dapat dilihat bahwa sampel bentonit tersulfatasi menunjukkan puncak serapan pada bilangan gelombang yaitu 466,77; 632,65; 979,84; 1103,28; 1654,92; 2040,69; 2441,88; 2781,35; 3402,43; 3606,89; dan 3645,46 cm^{-1} yang menginterpretasikan

puncak serapan beberapa gugus fungsional yang ditunjukkan pada Tabel 2 berikut. Spektrum FTIR dari bentonit tersulfatasi menunjukkan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3645,46 dan 3606,89 cm^{-1} menunjukkan gugus -OH yang terikat dengan kation pada lembaran oktahedral dan ikatan antara gugus -OH dengan kation Al^{+3} (Caccamo *et al.*, 2020). Puncak vibrasi pada bilangan gelombang 466,77 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk Si-O-Si (Soleman, 2011). Berdasarkan Tabel 2 diketahui bahwa bentonit tersulfatasi memiliki gugus-gugus fungsional seperti -OH yang berasal dari kerangka montmorilonit dan molekul air, Si-O, dan Al-Al-OH yang merupakan struktur pada lembaran oktahedral dan tetrahedral pada bentonit.

Analisis GC-MS

Hasil analisis GC-MS biodiesel yang disintesis menggunakan katalis bentonit tersulfatasi ditunjukkan pada Gambar 6 berikut. Kandungan metil ester yang terdapat pada biodiesel minyak jelantah diperlihatkan pada Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Perbandingan Komposisi Metil Ester dari Biodiesel Minyak Jelantah

Komposisi Metil Ester	Biodiesel yang dihasilkan	Biodiesel Pemanding (Yulanda <i>et al.</i> , 2018)
Metil Palmitat	3,65%	54,49%
Metil Linoleat	-	4,98%
Metil Oleat	46,26%	2,86%

Berdasarkan Tabel 1 di atas terlihat bahwa komposisi metil ester yang dominan pada produk biodiesel dari minyak jelantah yang dihasilkan menggunakan katalis bentonit tersulfatasi adalah metil oleat. Hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan Taufiqurrahmi *et al* (2011) yang melaporkan bahwa komposisi asam lemak pada minyak jelantah secara berurutan dari persentase terkecil sampai terbesar adalah asam linoleat (1,59%), asam miristat (3,21%), asam stearat (13%), asam linoleat (13,58%), asam palmitat (21,47%), dan asam oleat (28,64%). Komposisi ini sesuai dengan dengan komposisi asam lemak minyak jelantah dari minyak sawit, sehingga dapat disimpulkan bahwa penggunaan katalis bentonit tersulfatasi telah berhasil mengkonversi asam lemak menjadi biodiesel. Hasil analisa GC-MS juga menunjukkan bahwa tidak adanya kandungan asam lemak bebas di dalam

biodiesel, sehingga dapat dinyatakan bahwa bentonit tersulfatasi berfungsi juga sebagai adsorben dalam menyerap impuritis pada pembuatan biodiesel (Adhari, 2016).

KESIMPULAN

Biodiesel telah berhasil disintesis dari minyak jelantah menggunakan katalis bentonit tersulfatasi. Berdasarkan hasil analisis PSA terhadap bentonit Aceh Tamiang menunjukkan bahwa bentonit Aceh Tamiang dan telah berukuran nano yaitu antara 437 hingga 710,9 nm. Penambahan asam sulfat (H_2SO_4) pada bentonit tidak mengubah *basal spacing* d_{001} pada difraktogram. Hasil analisis FTIR dari bentonit tersulfatasi menunjukkan bahwa bentonit tersulfatasi memiliki gugus fungsional yaitu vibrasi ulur $-OH$ oktahedral, vibrasi ulur $-OH$ molekul air, vibrasi tekuk $Si-O-Si$, vibrasi ulur simetris $Si-O$ dari ($Si-O-Si$), vibrasi tekuk gugus $-OH$ dari $Al-Al-OH$ pada struktur lembaran tetrahedral dan oktahedral yang merupakan penyusun mineral nanomontmorilonit. Hasil analisis GC-MS biodiesel menunjukkan bahwa komposisi metil ester adalah asam palmitat 3,65 % dan asam oleat 46,26% sehingga dapat disimpulkan bahwa penggunaan katalis bentonit tersulfatasi telah berhasil mengkonversi asam lemak menjadi biodiesel.

REFERENSI

1. Adhari, H., Yusnimar, Syelvia, P.U., 2016, Pemanfaatan Minyak Jelantah menjadi Biodiesel Dengan Katalis ZnO Persipitan Zink Karbonat : Pengaruh Waktu Reaksi dan Jumlah Katalis, *Jom FTEKNIK*, vol 3 (2), pp. 1-7.
2. Armalita, R.D., S. Bahri, Yusnimar, 2015, Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Biji Bintaro Dengan Reaksi Transesterifikasi Dari Katalis Lempung, *Jom FTEKNIK*, vol 2, pp. 1-6.
3. Caccamo, M. T., Giuseppe, M., Letterio, M., Domenico, L., dan Salvatore, M, 2020, Self-Assembly Processes in Hydrated Montmorillonite by FTIR Investigations. *Materials*, 13 (1100), 1-16.
4. Devitria, Rosa., Nurhayati., Anita., Sofia, 2013, Sintesis Biodiesel Dengan Katalis Heterogen Lempung Cengar Yang Diaktivasi Dengan NaOH: Pengaruh NaOH Loading. *Prosiding SEMIRATA FMIPA Universitas Lampung*.
5. Firmansyah, M., 2013, Isolasi dan Karakterisasi Nanopartikel Montmorilonit Dari Bentonit Kabupaten Bener Meriah, *Skripsi*, F-MIPA USU, Medan.
6. Nurhayati, Muhdarina, Susanto, T, A, Amri., 2013, Sintesis Biodiesel Dengan Katalis

- Lempung Palas Aktivasi NaOH Yang diKalsinasi Pada Suhu $300^{\circ}C$. *Prosiding SEMIRATA FMIPA Universitas Lampung*.
7. Okoye, I, P., and Obi, C., 2011, Synthesis and Characterization of Titanium Pillared Bentonite Clay Minerals, *J. App. Sci. Technol*, vol. 2, pp. 84-89.
8. Pasae, Y., Leste, J., Bulu, L., Tandiseno, T., Tikupadang, K., 2019, Biodiesel Production From Waste Cooking Oil With Catalyst From Clamshell. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, vol. 14, pp 596-599.
9. Pasae, Y., Bulu, L., Lola, N., Seno, T, T., Tikupadang, K, 2019, Produksi Biodiesel Dari Minyak Jelantah Menggunakan Proses Reactive Separation, *Prosiding Seminar Nasional Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat*.
10. Peter, O, I., Obi, C., and Maduakolam, A, I., 2012, The Preparation and Application of Environmentally Benign Titanium Pillared Clay Catalyst for Esterification of Ethanol and Acetic Acid, *Am. Chem. Sci. J.*, vol. 2, pp. 45-49.
11. Putri E, Y., S. Bahri, E. Saputra., 2018, Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk Dengan Katalis Lempung Teraktivasi : Pengaruh Kecepatan Pengadukan. *Jom FTEKNIK*, vol 5.
12. Ruslan, J. Hardi, M. Mirzan, 2017, Sintesis dan Karakterisasi Katalis Lempung Terpilar Zirkonia Tersulfatasi Sebagai Katalis Perengkah, *Prosiding Seminar Nasional kimia Universitas Yogyakarta*, pp. 325-334.
13. Soleman, P, 2011, Identifikasi Gugus Fungsi Dan Kandungan Mineral Lempung Pacitan Dengan Spektroskopi Infra Red (IR) *X-Ray Diffraction (XRD)*. *Jurnal Photon*, 2 (1), 31-35.