

METYL ESTER PRODUCTION IN ASLANT SEALED TRANESTERIFICATION REACTOR

PEMBUATAN METIL ESTER DALAM REAKTOR TRANSESTERIFIKASI BERSEKAT MIRING

Edi Mulyadi

Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri UPN "Veteran" Jawa Timur
Jl. Raya Rungkut Madya Gunung Anyar Surabaya
email: ed1mulyad1@yahoo.com

ABSTRACT

Biodiesel, the environment friendly substitute alternative for solar, is made from a resource which can be renewed. Exploiting off grade fish oil as raw material for biodiesel represent the grand breakthrough in increasing value of waste industrial fish. According to research funded by PT Rekayasa Energi Alternative Mandiri (PT. REAM) and DP2M Dikti, industrial scale efficiency can be reached by continuous esterifications baffle reactor in series with transesterifications sliding reactor. Biodiesel production was done at a reactor prototype which has capacity of 20 liter/hour. From all variables studied, it seemed that temperature and catalyst concentration had the highest effect on the methyl esters conversion, so these variables are controlling parameters. The optimized set of conditions were sodium methoxide (NaOCH₃) as the catalyst at a concentration of 0.2 % volume, reaction temperature of 60°C, and 60 minute. The experiments resulted in an average product yield of 94.2%. Biodiesel density of 0.8898 kg/m³, Iodine number of 7.4, flash point 272 °C, and pour point of 2°C

Key words: *biodiesel, slanted baffles reactor, transesterification.*

PENDAHULUAN

Lebih dari 25% kebutuhan solar dalam negeri telah menjadi bagian impor yang artinya adalah pengurangan devisa Negara. Oleh karena itu, sudah saatnya dipikirkan substitusi dengan menggunakan bahan bakar alternative lainnya terutama yang bersumber dari bahan baku yang terbarukan (*renewable*). Biodiesel tersusun dari berbagai macam ester asam lemak yang dapat diproduksi dari minyak-minyak nabati dan hewani. Limbah ikan yang berwujud minyak diperoleh dari buangan industri pengolahan ikan (pengalengan ikan dan tepung ikan) yang banyak terdapat di muncar-banyuwangi. Keunggulan minyak ikan jika dipakai sebagai bahan baku biodiesel memiliki variasi asam lemak lebih tinggi (Steigers, 2002). Selain itu, jumlah asam lemak lebih banyak, rantai karbon lebih panjang dibandingkan dengan minyak atau lemak lainnya. Minyak ikan banyak mengandung jenis asam lemak tak

jenuh. Biodiesel dapat diaplikasikan langsung untuk mesin-mesin diesel yang ada tanpa diperlukan modifikasi. Selain itu, biodiesel dapat terdegradasi dengan mudah (*biodegradable*) dan 10 kali tidak beracun dibanding minyak solar, karena tidak mengandung sulfur serta senyawa aromatic sehingga emisi pembakaran yang dihasilkan ramah lingkungan. Proses pembuatan biodiesel pada dasarnya terdiri atas proses esterifikasi dan trans-esterifikasi. Methyl ester adalah senyawa hasil dari reaksi esterifikasi dan atau transesterifikasi yang melibatkan senyawa asam dan alkohol untuk esterifikasi, dan trigliserid dan alkohol untuk reaksi transesterifikasi. Alkoholisis adalah proses pertukaran gugus ester, jika alkohol yang digunakan adalah methanol maka prosesnya dinamakan dengan metanolisis.

Penelitian ini dimaksudkan untuk mendapatkan diversifikasi bahan baku biodiesel, yaitu minyak yang berasal dari limbah

industri ikan. Dengan begitu, diharapkan agar minyak dari limbah ikan memiliki nilai guna dan nilai tambah secara ekonomi yang sekaligus mempercepat pengembangan energi alternative berbasis biodiesel. Dengan memperhatikan bahan baku yang digunakan adalah minyak ikan off grade yang memiliki kadar air (4,2%) dan Asam lemak bebas (ALB 13%) yang tinggi dibandingkan dengan minyak nabati. Menurut Darnoko dan Chervan (2000), penurunan kadar ALB dilakukan dengan proses esterifikasi. Dalam penerapan yang akan dilakukan, yaitu teknologi proses pembentukan metil ester dengan proses esterifikasi dan dilanjutkan proses transesterifikasi dalam reaktor alir bersekat. Dengan begitu, proses pembentukan metil-ester dapat berlangsung satu langkah dan hemat energi, dari pada proses-proses yang selama ini ada.

Penggunaan reaktor esterifikasi bersekat dapat memberikan pencampuran yang sempurna antara katalis dan reaktan, tetapi mempunyai turbulensi rendah. Hal ini dimaksudkan agar air yang terbentuk dalam proses esterifikasi tidak tersuspensi sehingga memudahkan dalam pemisahan (Stonestreet and Harvey, 2005). Untuk proses transesterifikasi diperlukan turbulensi tinggi, maka pada penelitian ini menggunakan rancangan reaktor bersekat miring, sehingga metil-ester yang terbentuk lebih tinggi.

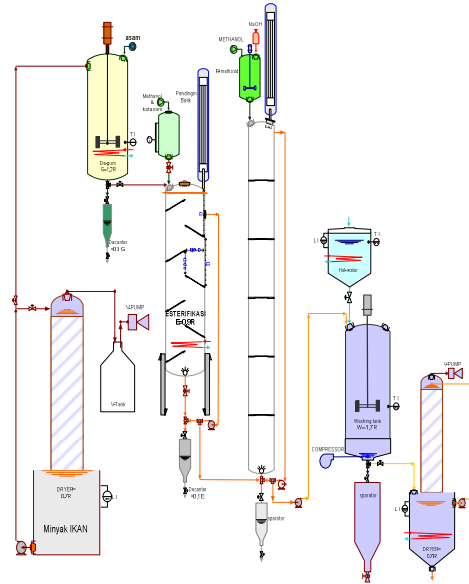
METODOLOGI

a. Bahan dan Alat

Bahan baku penelitian menggunakan minyak ikan off grade berasal dari PT Rekayasa Energi Alternatif Mandiri; metanol teknis dibeli dari Tidar Kimia Surabaya; NaOH anhidrous dan NaOH p.a; Peroxida, dan asam pospat. Sebelum dipergunakan, minyak ikan off grade dicuplik untuk analisis kadar air, zat pengotor, FFA, kekentalan dan densitynya.

Alat penelitian terdiri atas reaktor gumming tangki berpengaduk kapasitas 5 liter. Reaktor esterifikasi sebagai tempat proses penurunan FFA spesifikasi reaktor pipa bersekat; diameter 5 cm, tinggi 120cm. Reaktor Trans-esterifikasi sebagai tempat proses mereaksikan trigliserid menjadi biodiesel; spesifikasi reaktor; diameter 5 cm, tinggi 120cm, dari bahan baja tahan karat (SS-304) dilengkapi pemanas listrik menggunakan daya 600 watt dan pendingin balik. Unit pemurnian produk bio diesel kapasitas 5L/jam, terdiri dari tangki pencuci yang dilengkapi pemanas dan distributor udara. Peningkat produk biodiesel berbentuk tangki dilengkapi pemanas dan pompa vakum dan

kondensor. Rangkaian alat terlukis pada Gambar 1.



Gambar 1. Rangkaian Alat Proses Biodiesel

b. Prosedure Penelitian

Minyak ikan off grade sebanyak 5 Liter dimasukkan ke dalam pengering lalu pemanas dan pengatur suhu dijalkan dan diikuti dengan menghidupkan pompa sirkulasi dan pompa vakum. Minyak ikan yang telah dikurangi kadar airnya dimasukan ke reaktor *degumming*. Pemanas dan pengaduk

dihidupkan, setelah suhu mencapai 90C waktu mulai dihitung dan proses dihentikan saat waktu 20 menit. Hasil proses gumming dilanjutkan dengan proses Esterifikasi. Proses esterifikasi berlangsung selama 60 menit dengan suhu 110 C, dengan katalis asam sulfat. Hasil proses esterifikasi dilanjutkan dengan proses Trans-esterifikasi dengan menggunakan berbagai dosis katalis dan memvariasi suhu dan waktu proses. Pemurnian Produk biodiesel dilakukan dalam pengering vakum.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisa bahan baku meliputi, kadar air, kadar pengotor, bilangan peroksid, bilangan Iod, dan FFA. Pengujian secara asidimetri dilakukan untuk menentukan bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan ester, asam lemak bebas, jumlah asam lemak total, dan asam lemak yang terikat sebagai ester. Analisis asam lemak dalam bahan baku limbah minyak ikan didominasi oleh oleic 50,3% (Mulyadi dkk,2009). Kandungan asam lemak bebas (ALB) rerata 13%. Untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dilakukan proses esterifikasi.

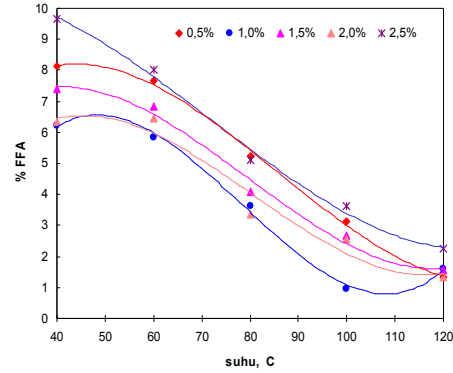
a. Peran Katalisator pada Proses Esterifikasi

Proses esterifikasi dimaksudkan untuk menurunkan kadar ALB (asam lemak bebas). Bahan baku minyak dari limbah ikan yang digunakan berkadar asam lemak bebas 13 %. Hasil percobaan pengaruh suhu terhadap penurunan kadar asam lemak bebas (ALB) pada berbagai kadar katalis ditunjukkan dalam table 1.

Tabel 1. Asam Lemak Bebas (ALB) dari Berbagai Suhu dan Volume Metanol

Volume Metanol (%)	Suhu (°C)	% FFA	% Konversi FFA
9,09	40	6,221	51,074
10,7143	60	5,858	53,928
11,7637	80	3,633	71,427
12,5974	100	0,954	92,497
13,79	120	1,589	87,503

Katalisator esterifikasi menggunakan asam sulfat pekat dengan kisaran kadar 0,5 sampai 1,5%. Nilai ALB 0,9541 % yang terkecil dan terjadi pada suhu 100°C dengan dosis katalis 1%volum minyak (gambar-2). Dengan begitu konversi ALB yang dapat dicapai sebesar 92,497 %.



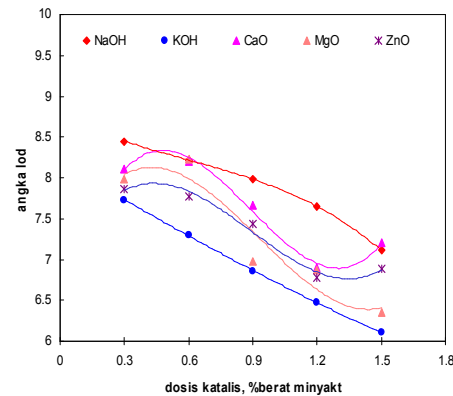
Gambar 2. Hubungan % FFA dengan Suhu dan dosis katalis

b. Peran Katalisator pada Proses Trans-esterifikasi

Proses pembentukan metil ester (biodiesel) sebagian besar terjadi pada reaksi transesterifikasi. Pengaruh dosis katalis pada proses transesterifikasi terhadap bilangan Iod, heating value, pour point, dan nilai flash point dipelajari dalam berbagai jenis katalis.

b.1. Pengaruh jenis katalis dan dosis katalis terhadap angka Iod

Angka iod berpengaruh terhadap besar kecilnya angka setan, semakin besar angka iod maka perhitungan angka setan semakin kecil. Gambar 3 menunjukkan pengaruh dosis katalis terhadap angka Iod.



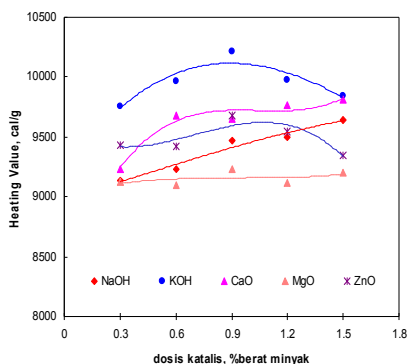
Gambar 3. Hubungan angka Iod dengan dosis katalis

Angka Iod juga dipengaruhi oleh angka penyabunan. Jika dilihat dari standarisasi biodiesel untuk angka iod, yaitu 7 – 9,5 Berdasarkan tabel itu dapat dipastikan bahwa biodiesel yang dihasilkan dalam penelitian ini

tidak semuanya memenuhi standart biodiesel yang ada.

b.2. Pengaruh jenis katalis dan dosis katalis terhadap Heating Value

Heating value adalah suatu angka yang menyatakan jumlah panas/kalori yang dihasilkan dari proses pembakaran sejumlah tertentu bahan bakar dengan udara / oksigen. Nilai heating value ini didapat dengan ASTM D-240. Pengaruh dosis katalis terhadap Heating Value pada berbagai jenis katalis terlukis pada gambar 4. Nilai heating value yang tertinggi dengan katalis KOH yaitu pada dosis 9%berat minyak, sebesar 10211 cal/g. Hasil analis heating value, nilai itu sedikit dibawah persyaratan (10.160 - 11.000 cal/g).

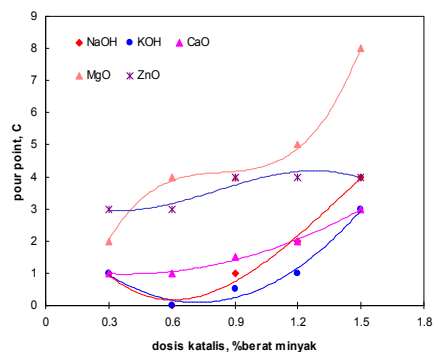


Gambar 4. Hubungan Heating Value dengan dosis katalis

b.3. Pengaruh jenis katalis dan dosis katalis terhadap Pour Point (Titik Beku)

Pour point adalah suatu angka yang menyatakan suhu terendah dari bahan bakar minyak sehingga minyak tersebut masih dapat mengalir karena gravitasi. Nilai pour points ini didapat dengan menggunakan alat ASTM D-97. Hasil percobaan pengaruh suhu dan volume metoxid terhadap Pour Point (Titik Beku) dilukis pada gambar 5. Berdasarkan gambar 5. hasil analisa pour point biofuel antara 0°C sampai 8°C yang berarti berada jauh dibawah batas maksimum spesifikasi minyak diesel yaitu 18,33°C. Pour Point tersebut menyatakan suhu terendah dari bahan bakar agar masih dapat mengalir. Pour Point sangat penting untuk menstarter mesin dalam keadaan dingin dan untuk menangani minyak didalam mesin maupun penyimpanannya. Pour Point juga berhubungan dengan cuaca dalam suatu wilayah. Keunggulan biodiesel berbasis minyak ikan dibandingkan dengan solar yaitu

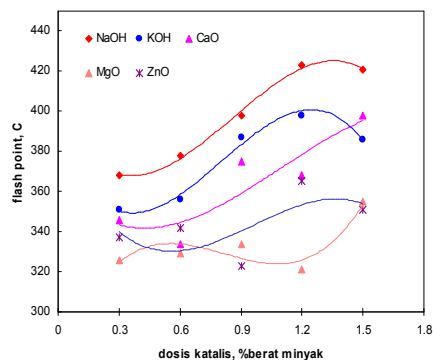
pada suhu 0°C sampai 1°C, biodiesel ini masih dapat digunakan di daerah yang dingin.



Gambar 5 Pengaruh dosis katalis terhadap nilai Pour Point

b.4. Pengaruh jenis katalis dan dosis katalis terhadap Flash Point (Titik Nyala)

Flash point adalah suatu angka yang menyatakan suhu terendah dari bahan bakar minyak dimana akan timbul penyalaaan api sesaat, apabila pada permukaan minyak tersebut didekatkan pada nyala api. Nilai flash points ini didapat dengan menggunakan alat ASTM D-925. Pengaruh suhu dan volume alkohol terhadap Flash Point (Titik Nyala).



Gambar 5. Pengaruh jenis dan dosis katalis terhadap Flash Point

Berdasarkan gambar 5. hasil analisa diperoleh, flash point biofuel ini antara 321°C – 423°C, berarti melebihi spesifikasi batas minimum flash point minyak diesel yang diijinkan yaitu 65,55°C. Hal ini berarti, semakin aman dan memudahkan dalam penyimpanan dan pengangkutan minyak, akan tetapi sedikit sulit menstarter mesin dalam keadaan dingin.

KESIMPULAN

1. Minyak ikan off grade merupakan campuran trigliserida dengan kadar asam lemak bebas 13 %, mempengaruhi teknologi proses produksi biodiesel dan karakteristik bahan bakar.
2. Proses esterifikasi mampu mengkonversi asam lemak bebas 92,47%, dan produk esterifikasi secara rerata berkadar asam lemak bebas 0,95%.
3. Hasil Penelitian diperoleh biodiesel yang terbaik pada kondisi suhu reaksi 60 °C dan waktu 60 menit dengan karakteristik biodiesel yaitu densitas 0,8898 kg/m³, angka iod 74, titik nyala 272 °F, dan pour poin 2 °C

UCAPAN TERIMA KASIH

1. Kepada DP2M Dikti atas dukungan beaya penelitian melalui hibah bersaing tahun 2009 dan 2010
2. PT Rekayasa Energi Alternatif Mandiri atas bantuan bahan baku minyak ikan off grade dan penggunaan bengkel rekayasa.
3. Laboratorium biomassa dan energi dan Lab instrumen atas dukungan keperluan analisis hasil

DAFTAR PUSTAKA

- Darnoko, D. and Cheryan, M., 2000, *Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor*, *JAOCS*, Vol. 77, No. 12, pp. 1263-1267.
- Ghazi, A., M., Resul, M. F. M. G, and Shean Yaw, 2008, *Preliminary Design of Oscillatory Flow Biodiesel Reactor for Continuous Biodiesel Production from *Jatropha Triglycerides**, *Journal of Engineering Science and Technology*, Vol. 3, No. 2, 138 – 145.
- Mulyadi, E., Wahyudi, B., dan Trianna, W.T., 2009, *Crude Fish Oils Transesterification in an Oscillatory Reactor*, *Proceeding of Soebardjo Brotohardjono seminar WasteBased Energy and Chemicals*
- Trianna, N.W. dan Mulyadi, E., 2006, *Kajian Kinetika Reaksi dalam Oscillatory flow Reactor pada pembentukan Metil Ester*, ISSN 0216-163X, Vol-1, USB, Solo.
- Stonestreet, P., and Harvey, A. P., 2005, *A Mixing-Based Design Methodology for Continuous Oscillatory Flow Reactors*, *Institution of Chemical Engineers*, 80(A), 31-44.
- Steigers, J. A., 2002, *Demonstrating The Use of Fish Oil as Fuel in a Large Stationary Diesel Engine*. Pacific Biodiesel, www.biodiesel.com