



Article

Sintesa Biodiesel dari Minyak Nyamplung Menggunakan Katalis Heterogen Termodifikasi

Herman Hindarso^{1*}, Aning Ayucitra¹, Nyoman Puspa Asri²

¹ Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Katolik Widya Mandala Surabaya, Jl. Kalijudan 37, Surabaya 60114, Indonesia

² Program Studi Teknologi Pangan, Fakultas Pariwisata, Universitas Ciputra, CitraLand CBD Boulevard, Surabaya 60219, Indonesia

* Corresponding author. *E-mail address:* herman@ukwms.ac.id

Abstrak: Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif terbarukan dan bersifat ramah lingkungan. Prinsip pembuatan biodiesel adalah mengubah bahan baku trigliserida menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi. Trigliserida dapat diperoleh dari minyak nabati dan lemak hewan. Pada penelitian ini biodiesel didapatkan dari proses esterifikasi dan transesterifikasi minyak nyamplung sebagai sumber minyak nabati. Proses esterifikasi dilakukan terlebih dahulu untuk mengurangi kadar asam lemak bebas pada minyak nyamplung yang awalnya memiliki kadar 26,27% hingga turun menjadi 1,71%. Selanjutnya dilakukan proses transesterifikasi untuk mereaksikan minyak nyamplung dengan methanol agar menghasilkan biodiesel menggunakan katalis heterogen yaitu zeolit dan bentonit yang telah dimodifikasi. Modifikasi katalis dilakukan dengan aktivasi zeolit dan bentonit alam menggunakan asam HCl pada suhu 100 °C selama 24 jam dan dilanjutkan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 4 jam. Katalis zeolit dan bentonit hasil modifikasi kemudian dianalisis karakteristiknya menggunakan uji XRD dan FTIR. Proses transesterifikasi untuk memperoleh biodiesel berlangsung pada suhu 50, 60, 65, dan 70 °C selama waktu reaksi 5 jam. Hasil biodiesel dengan perolehan terbesar didapatkan pada suhu 60 °C, yaitu sebesar 88,19% menggunakan katalis zeolit termodifikasi, 78,84% menggunakan katalis bentonit termodifikasi dan 82,36% menggunakan campuran katalis zeolit dan bentonit termodifikasi pada rasio 1 : 1. Biodiesel hasil pada perolehan terbesar dengan katalis zeolit termodifikasi dilakukan pengujian karakteristiknya sesuai parameter SNI, dan mendapatkan hasil yaitu memiliki densitas 887 kg/m³, viskositas 5,633 mm²/s, bilangan setana 53, titik nyala pada suhu 121 °C, dan kadar metil ester sebesar 94,55%.

Kata kunci: Minyak nyamplung; Transesterifikasi; Zeolit termodifikasi; Bentonit termodifikasi; Biodiesel

1. Pendahuluan

Kondisi saat ini cadangan bahan bakar fosil seperti minyak bumi, batubara, dan gas alam sudah semakin menipis. Hal ini disebabkan karena pemakaian yang semakin banyak dan bahan bakar tersebut tidak dapat diperbaharui. Oleh sebab itu, pengembangan bahan bakar alternatif dan terbarukan sangatlah diperlukan. Indonesia merupakan negara yang memiliki berbagai potensi sumber daya alam, mulai dari sumber daya alam yang bisa diperbaharui

sampai yang tidak bisa diperbaharui. Kebutuhan akan minyak bumi sebagai bahan bakar utama dunia sangat banyak, akan tetapi kebutuhan ini tidak diimbangi dengan kesadaran bahwa hasil pembakaran minyak bumi yang telah diolah seperti bensin, solar, dan lain-lain berdampak negatif terhadap lingkungan dan cenderung merusak bumi dalam jangka waktu yang lama. Dampak negatif dari penggunaan bahan bakar fosil yang berlebihan adalah perubahan iklim bumi akibat pemanasan global atau sering disebut pemanasan global (Rezki et al., 2017).

Saat ini, dengan semakin pesatnya penggunaan bahan bakar minyak bumi yang terus menerus membuat persediaan minyak bumi semakin berkurang. Oleh karena itu dibutuhkan sumber energi dan bahan bakar alternatif yang bisa berkembang dan mempunyai prospek untuk masa.

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif terbaru untuk mesin diesel dan berasal dari sumber daya terbarukan seperti minyak nabati, lemak hewan dan alga. Biodiesel memiliki sifat pembakaran yang sangat mirip dengan solar, sehingga memiliki potensi untuk digunakan sebagai pengganti solar dari minyak bumi. (Pratiwi, Y.D dan Sutarno, W., 2021).

Minyak nyamplung merupakan minyak nabati dan berwarna coklat kental, beraroma menyengat seperti karamel. Petani di Kebumen dan Cilacap Jawa Tengah menggunakan minyak nyamplung untuk pelapis genting, bahan bantu pembuatan batik dan pelapis jenazah. Selain itu di Jawa Barat, sebagian nelayan memanfaatkan minyak nyamplung untuk bahan bakar kapalnya bagi keperluan ke laut. Minyak nyamplung mempunyai kandungan asam lemak tidak jenuh yang cukup tinggi seperti asam oleat serta komponen-komponen tak tersabunkan diantaranya alkohol lemak, sterol, xanton, turunan kuomarin, kalofilat, isokalofilat, isoptalat, kapeliat, asam pseudobrasilat dan penyusun triterpenoat sebanyak 0,5-2% yang dapat dimanfaatkan sebagai obat (Bintang, M.T.M dan Aisyah, S.A., 2015).

Minyak nyamplung dapat diperoleh melalui beberapa tahapan proses, yaitu (Musta, et al., 2017 dan Kartika et al., 2020) :

1. pengupasan biji dari kulit yang keras
2. perajangan hingga menjadi irisan tipis
3. pengeringan dengan panas matahari selama 2 hari
4. penumbukan dan dilanjutkan ke pengukusan selama 2 jam
5. pengepresan dengan mesin hidrolik manual atau ekstruder, mendapatkan minyak yang berwarna hitam karena mengandung kotoran dari kulit dan senyawa kimia alkaloid, fosfatida, karotenoid, klorofil dan sebagainya. Hasil dari pengepresan bahan biji nyamplung kering tanpa kulit sebanyak 2,5 kg akan mendapatkan 1 liter minyak nyamplung
6. penghilangan getah, merupakan pemisahan getah dan kotoran dari minyak, dengan menggunakan larutan asam fosfat dengan kadar sebanyak 1%.

7. Penyaringan, merupakan pemisahan minyak dari kotoran agar diperoleh minyak jernih

Adapun karakteristik minyak nyamplung sebelum dan sesudah penghilangan getah terlihat pada Tabel 1 (Musta, et al., 2017 dan Towaha, J dan Udarno, L., 2022).

Tabel 1. Sifat fisika kimia minyak nyamplung

Parameter	Sebelum penghilangan getah	Setelah penghilangan getah
Kadar air (%)	0,25	0,41
Densitas 20 °C (g/mL)	0,944	0,940
Viskositas (cP)	56,7	53,4
Bilangan asam (mg KOH/g)	198,1	194,7
Bilangan iod (mg/g)	86,42	85,04
Indeks refraksi	1,447	1,478
Penampakan	Hijau gelap kental dan bau tajam	Kuning kemerahan kental

Adapun kandungan asam lemak penyusun minyak nyamplung dapat dilihat pada tabel 2 (Towaha, J dan Udarno, L., 2022).

Tabel 2. Komposisi asam lemak minyak nyamplung

Asam lemak	Komposisi
Asam Palmitoleat (C16:1)	0,5 – 1 %
Asam Palmitat (C16)	15 – 17 %
Asam Oleat (C18:1)	30 – 50 %
Asam Linoleat (C18:0)	25 – 40 %
Asam Stearat (C18:0)	8 – 16 %
Asam Arachidat (C20)	0,5 – 1 %
Asam Gadoleat (C19:1)	0,5 – 1 %

Kadar asam lemak bebas minyak nyamplung sebelum penghilangan getah sangat tinggi. Adapun hal ini disebabkan karena minyak

nyamplung berasal dari biji yang umurnya telah lama, dimana proses oksidasi terhadap minyak telah berlangsung mulai saat masih berbentuk biji. Dengan proses penghilangan getah, kadar asam lemak bebas akan mengalami penurunan, demikian juga dengan nilai beberapa parameter lainnya (Hartono et al., 2012, Fawziah, R dan Siswani, E.D., 2018). Menurunnya nilai viskositas dan densitas tersebut disebabkan hilangnya getah dan kotoran dari larutan minyak. Penurunan bilangan penyabunan karena adanya penambahan asam fosfat, sedangkan penurunan bilangan iod berhubungan dengan menurunnya jumlah asam lemak ikatan rangkap karena proses penghilangan getah. Hasil dari proses penghilangan getah memperlihatkan warna minyak dengan perbedaan yang sangat jelas dari warna asalnya, yaitu dari warna hijau gelap menjadi warna kuning hingga kemerahan. Minyak nyamplung hasil penghilangan getah kemudian dilanjutkan dengan proses berikutnya yaitu berupa proses netralisasi dengan NaOH untuk dapat menjadi biokerosen, yaitu sebagai bahan pengganti minyak tanah yang sangat bermanfaat untuk pemanas pada masyarakat pedesaan (Alamsyah, R dan Lubis, E.H., 2012). Sebagai minyak bakar memperlihatkan bahwa minyak nyamplung memiliki daya bakar 2 kali lebih lama dibandingkan minyak tanah, yaitu dari hasil percobaan didapatkan bahwa 1 ml minyak nyamplung memiliki waktu pembakaran selama 11,8 menit, sedangkan 1 mL minyak tanah memiliki waktu pembakaran selama 5,6 menit. Sementara itu, saat uji coba untuk mendidihkan air, didapatkan bahwa minyak tanah yang dibutuhkan sebanyak 0,9 mL, sedangkan saat pengujian menggunakan minyak nyamplung ternyata hanya membutuhkan sebanyak 0,4 mL saja. Hasil ini menunjukkan bahwa minyak nyamplung dapat digunakan sebagai bahan bakar rumah tangga yang bermanfaat bagi keperluan harian masyarakat. Minyak nyamplung tergolong minyak dengan asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh yang berantai karbon panjang dengan kandungan utama berupa asam oleat sebesar 37,57%, asam linoleat 26,33% dan asam stearat 19,96%, dan selebihnya berupa asam miristat, asam palmitat, asam linolenat, asam arachidat, asam erukat (Majid et al., 2019 dan Sarwono et al., 2017).

Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati maupun hewani. Minyak nabati dan biodiesel tergolong dalam kelompok besar senyawa organik yang sama, yaitu gugus ester asam lemak. Minyak nabati adalah trimer asam lemak dengan gliserol atau trigliserida, sedangkan biodiesel adalah monoester asam lemak dengan metanol. Perbedaan wujud molekuler ini memiliki konsekuensi penting dalam penilaian keduanya sebagai kandidat bahan bakar mesin diesel, yaitu (Sarwono et al., 2017) :

1. Minyak nabati (trigliserida) memiliki berat molekul jauh lebih besar daripada biodiesel (ester metil). Sifat ini menyebabkan trigliserida relatif mudah mengalami perengkahan (cracking) menjadi aneka molekul kecil saat dipanaskan tanpa kontak dengan udara.
2. Minyak nabati mempunyai kekentalan yang jauh lebih besar daripada minyak diesel atau solar maupun biodiesel, sehingga pompa penginjeksi bahan bakar di dalam mesin diesel tak mampu menghasilkan pengkabutan yang baik ketika minyak nabati di semprotkan ke dalam ruang pembakaran.
3. Molekul minyak nabati relatif lebih bercabang dibanding ester-metil asam lemak, sehingga angka setana minyak nabati lebih rendah dari pada angka setana ester metil.
4. Angka setana adalah tolak ukur kemudahan menyala atau terbakar dari suatu bahan bakar di dalam suatu mesin diesel.

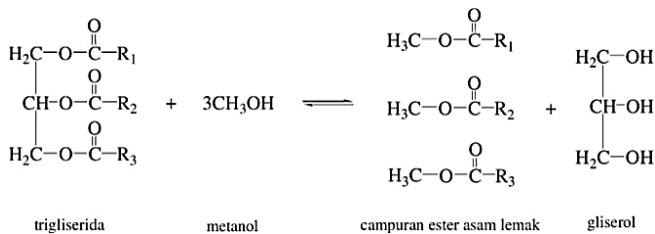
Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis yang tepat adalah zat berkarakter asam kuat, di antaranya adalah asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan contoh katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial (Majid et al., 2019). Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada temperatur rendah, reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih (biasanya lebih besar dari 10 kali nisbah stoikiometri) dan air produk yang ikut ke dalam reaksi harus disingkirkan dari fasa reaksi, yaitu fasa minyak. Melalui kombinasi-kombinasi yang tepat dari kondisi-kondisi reaksi dan metode penyingkiran air, konversi sempurna asam lemak ke ester metilnya dapat dituntaskan dalam waktu sampai beberapa jam. Reaksi esterifikasi dapat dilihat pada reaksi di bawah ini (Handayani et al., 2018).



Gambar 1. Reaksi esterifikasi minyak nyamplung

Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi (angka asam sebesar 5 mg-KOH/g). Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversikan menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasa diikuti dengan tahap transesterifikasi. Namun sebelum produk esterifikasi diumpungkan ke tahap transesterifikasi, air dan bagian terbesar katalis asam yang dikandungkan harus disingkirkan terlebih dahulu (Sarwono et al., 2017).

Transesterifikasi atau umumnya disebut dengan alkoholisis adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkyl ester, melalui reaksi dengan alkohol dan menghasilkan produk samping gliserol. Di antara alkohol monohidrik yang menjadi kandidat sumber atau pemasok gugus alkil, metanol adalah yang paling utama digunakan, karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi dapat disebut metanolisis). Jadi biodiesel identik dengan ester metil asam lemak. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester dapat dilihat pada Gambar 2 (Kustanto et al., 2022).



Gambar 2. Reaksi transesterifikasi dari trigliserida menjadi metil ester

Transesterifikasi juga menggunakan katalis dalam tahap reaksinya. Tahap adanya katalis, konversi yang dihasilkan maksimum namun reaksi berjalan dengan lambat. Katalis yang sering digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa, karena katalis ini dapat mempercepat reaksi. Produk yang diinginkan dari reaksi transesterifikasi adalah metil ester asam lemak. Berdasar prinsip reaksi kesetimbangan, terdapat beberapa cara agar kesetimbangan reaksi bergeser ke arah produk, yaitu (Ong et al., 2019) :

1. menambahkan metanol berlebih ke dalam reaksi
2. memisahkan gliserol segera

3. menurunkan temperatur reaksi (transesterifikasi merupakan reaksi eksoterm)

Penelitian pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung mulai banyak dilakukan berbagai peneliti. Penelitian biodiesel dari minyak nyamplung dengan pemanasan gelombang mikro dilakukan oleh Muhammad, et al., 2014, dengan menggunakan katalis padat CaO sebanyak 2-6 % dari berat minyak. Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesa biodiesel dari minyak nyamplung dengan proses transesterifikasi dengan menggunakan variabel penelitian perbandingan mol minyak dan methanol 1:9 dan 1:12, daya gelombang mikro 100, 264, 400 W. Penelitian ini mendapatkan kondisi terbaik perolehan biodiesel sebesar 94% pada daya pemanasan gelombang mikro 100 W, jumlah katalis 4% dan perbandingan mol minyak dan methanol 1:9 (Muhammad, et al., 2014).

Penelitian yang dilakukan oleh Reski et al., 2017, dari biji nyamplung menggunakan proses esterifikasi dengan asam fosfat untuk melakukan penghilangan getah, mendapatkan hasil minyak nyamplung sebesar 85%. Minyak nyamplung ini kemudian dikonversi menjadi biodiesel menggunakan transesterifikasi dengan etanol dan katalis NaOH sebanyak 1% dari berat minyak. Kondisi percobaan adalah suhu reaksi 60 °C dan waktu reaksi 60 menit. Biodiesel yang didapatkan sebanyak 80,89% dan uji spesifikasinya memenuhi parameter SNI (Reski et al., 2017). Penelitian berikutnya dilakukan oleh Sarwono et al., 2017, dengan menggunakan minyak nyamplung dan dari proses transesterifikasi dengan methanol dan katalis KOH sebanyak 1,25% mendapatkan hasil biodiesel sebesar 88,27% pada kondisi suhu reaksi 60 °C dan waktu reaksi selama 121 menit. Biodiesel yang dihasilkan memiliki spesifikasi sesuai parameter SNI (Sarwono et al., 2017). Percobaan pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung juga dilakukan oleh Nurhidayanti, 2017, dengan menggunakan katalis KOH padat sebanyak 1% dalam reaktor gelombang mikro. Tujuan penelitian itu adalah mempelajari pengaruh daya gelombang mikro, waktu dan suhu reaksi terhadap perolehan biodiesel hasil. Proses transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan variasi daya 100, 200 dan 400 W, variasi waktu 5-15 menit dan variasi suhu 50-70 °C. Hasil penelitian mendapatkan kondisi terbaik pada daya 200 W, suhu reaksi 65 °C dan waktu 5 menit yang memperoleh hasil biodiesel sebesar

84,62% dan uji kualitas biodiesel memenuhi standar SNI 04-7182-2006. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa penggunaan iradiasi gelombang mikro dapat mengurangi waktu reaksi transesterifikasi menjadi 1/6 kali lebih cepat dibandingkan metode konvensional (Nurhidayanti, 2017).

Penelitian biodiesel dari minyak nyamplung selanjutnya adalah dilakukan dengan menggunakan reaktor gelombang mikro pada kondisi suhu reaksi 60 °C dan waktu selama 60 menit. Jenis katalis yang digunakan adalah cairan 1 butyl-3 methyl imidazolium hydrogensulphate (BMIMHSO₄) yang bersifat ion sebanyak 15% dari berat minyak. Hasil penelitian tersebut mendapatkan biodiesel dengan perolehan sebesar 81,2% dan karakteristik spesifikasinya memenuhi parameter SNI (Handayani, et al., 2018). Berbagai penelitian pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung tersebut diatas menggunakan katalis cair dan padat, tanpa adanya modifikasi katalis yang digunakan. Hal terbaru dari penelitian yang dilakukan ini adalah menggunakan katalis yang berasal dari bahan alam dan selanjutnya dimodifikasi. Dengan adanya modifikasi katalis ini diharapkan dapat meningkatkan perolehan biodiesel hasil dan memberikan spesifikasi yang memenuhi parameter uji SNI. Dalam penelitian ini, proses pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung dilakukan dengan menggunakan proses transesterifikasi yang berlangsung pada fasa cair dengan katalis heterogen zeolit dan bentonit yang dimodifikasi dengan asam dan kalsinasi. Hasil biodiesel yang diperoleh selanjutnya dianalisa karakteristiknya sesuai SNI, yaitu meliputi densitas, viskositas, *cetane number*, *titik nyala* dan kadar metil ester.

2. Bahan dan metode

2.1. Bahan

Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini meliputi buah nyamplung yang didapatkan dari kawasan Ampel Surabaya, zeolit dan bentonit alam didapatkan dari Pacitan. Untuk bahan pereaksi yang digunakan adalah meliputi n-heksana, asam klorida (kemurnian 33%) dan methanol Merck (kemurnian 99,9%) didapatkan dari PT. Kurniajaya, Surabaya.

2.2. Tahap penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap yaitu tahap persiapan katalis, tahap ekstraksi biji nyamplung dengan pelarut n-heksana untuk mendapatkan minyak nyamplung dan analisis karakteristiknya, tahap esterifikasi untuk menurunkan kadar asam lemak bebas pada minyak nyamplung dan tahap transesterifikasi untuk mendapatkan biodiesel. Selanjutnya biodiesel yang dihasilkan dihitung perolehannya. Biodiesel hasil pada perolehan produk terbesar kemudian dianalisis karakteristiknya sesuai prosedur *American Society for Testing and Materials* (ASTM) dan mengikuti ketentuan Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk biodiesel (SNI 04-7182-2006) diantaranya adalah viskositas, densitas, bilangan setana, titik nyala, dan kadar metil ester yang terkandung dalam produk biodiesel.

2.3. Persiapan katalis termodifikasi

Katalis heterogen termodifikasi yang digunakan adalah zeolit dan bentonit. Untuk persiapan katalis zeolit dilakukan dari serbuk zeolit alam ditimbang sebanyak 100 g dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan ditambahkan larutan HCl 0,5 M sebanyak 400 mL hingga semua serbuk zeolit terendam. Campuran kemudian dipanaskan sampai suhu 100°C dan diaduk selama 24 jam. Campuran ini selanjutnya disaring dan hasil padatan zeolit ini dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 550°C. Perlakuan yang sama dilakukan pada bentonit.

2.4. Ekstraksi minyak nyamplung

Proses ekstraksi pada biji nyamplung (*Callophyllum inophyllum*) kering dilakukan untuk mendapatkan minyak nyamplung dengan menggunakan pelarut n-heksana dengan perbandingan 1:4 (berat:volume). Hasil ekstrak dipisahkan dari campuran pelarut dengan distilasi untuk mendapatkan minyak nyamplung murni (Fawziah, R dan Siswani, E.D., 2018).

2.5. Analisis kadar asam lemak bebas minyak nyamplung

Minyak nyamplung sebanyak 10 g ditimbang dan dicampur dengan alkohol 96% netral sebanyak 25 mL dan dipanaskan dalam pemanas air hingga mendidih kemudian didinginkan sampai suhu kamar dan ditambahkan indikator *phenolphthalein* sebanyak 2 tetes. Larutan ini selanjutnya dititrasi menggunakan larutan NaOH 0,1 N hingga berubah warna menjadi merah muda dan kemudian dihitung kadar asam lemak bebas minyak nyamplung. Pengujian ini juga dilakukan

pada minyak hasil dari proses esterifikasi (Fawziah, R dan Siswani, E.D., 2018).

2.6. Esterifikasi

Proses esterifikasi dilakukan untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dengan cara mereaksikan minyak nyamplung dengan metanol pada perbandingan mol 1:20 menggunakan katalis asam kuat yaitu HCl pekat. Minyak nyamplung dalam labu leher tiga ditambah metanol sebanyak 370 mL dan larutan HCl pekat sebagai katalis sebanyak 10% dari volume minyak. Campuran direaksikan selama 2 jam pada suhu 60°C, kemudian setelah reaksi selesai metil ester yang dihasilkan dipisahkan dari campuran menggunakan corong pisah dan hasilnya dianalisa kadar asam lemak bebasnya (Alamsyah, R dan Lubis, E.H., 2012).

2.7. Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan menambahkan katalis termodifikasi yaitu zeolit dan bentonit. Perbandingan mol yang digunakan antara minyak nyamplung dengan metanol adalah sebesar 1:6, dengan jumlah katalis sebanyak 10% dari berat minyak. Pada penelitian ini, minyak nyamplung hasil esterifikasi sebanyak 100 mL dimasukkan dalam labu leher tiga dan ditambahkan metanol sebanyak 24,3 mL dan katalis zeolit atau bentonit termodifikasi sebanyak 10% berat. Selanjutnya dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk magnet dan reaksi berlangsung selama 5 jam pada berbagai suhu, yaitu 50, 60, 65 dan 70°C. Setelah reaksi selesai, campuran disaring menggunakan corong buchner untuk memisahkan katalis dengan campuran cairan biodiesel dan gliserol. Selanjutnya dilakukan pemisahan biodiesel dan gliserol menggunakan corong pisah. Biodiesel hasil kemudian dikeringkan dalam rotary evaporator untuk menghilangkan kadar airnya. Biodiesel hasil ini kemudian dihitung perolehan dan karakteristiknya.

2.8. Karakterisasi biodiesel dan katalis

Biodiesel produk yang didapatkan diuji karakterisasinya pada kondisi perolehan biodiesel terbesar, sesuai parameter uji SNI, yaitu meliputi densitas, viskositas, titik nyala, bilangan setana dan kadar metil ester. Pengujian densitas dilakukan dengan piknometer, uji viskositas dengan Viscometer Brookfield spindle no.21 pada kecepatan 100 rpm, titik nyala dengan Pensky Marten Closed Tester sesuai ASTM D93, bilangan setana dengan Cetane

Number Tester GD-R3035 sesuai ASTM D613 dan D6887, dan kadar metil ester dengan Gas Chromatography (GC). Pengujian ini dilakukan di laboratorium Pertamina, Jagir, Surabaya.

Karakterisasi katalis zeolit dan bentonit termodifikasi meliputi uji X-ray diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) yang dilakukan di laboratorium Energi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya. Pengujian XRD menggunakan Philips X-pert, dengan sinar X-difraktometer pada 30 kV dan 15 mA dan FTIR menggunakan Invenio-Bruker Corp.

3. Hasil dan pembahasan

3.1. Analisis minyak nyamplung

Minyak nyamplung hasil ekstraksi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel memiliki karakteristik seperti terlihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Analisis karakteristik minyak nyamplung

Parameter	Satuan	Nilai
Densitas	g/cm ³	0,92
Viskositas kinematik	cP (pada 25,6°C)	98
Asam lemak bebas	(%)	26,27

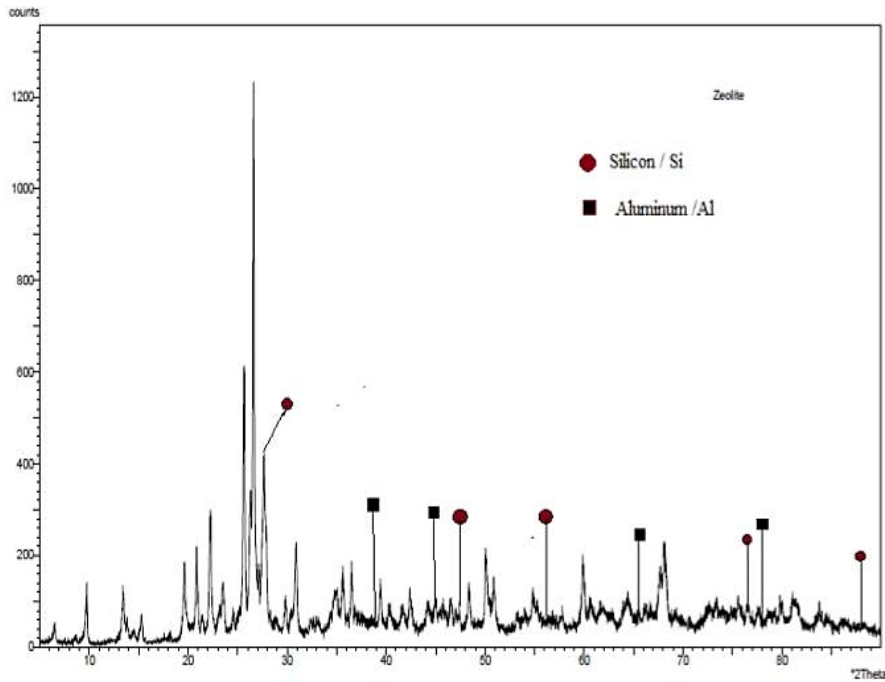
Minyak nyamplung tersebut tidak memenuhi syarat sebagai bahan baku untuk pembuatan biodiesel karena kandungan asam lemak bebas diatas 2%. Oleh karena itu, diperlukan proses esterifikasi pada minyak nyamplung agar dapat memenuhi syarat sebagai bahan baku pembuatan biodiesel, yaitu untuk menurunkan kadar asam lemak bebas hingga kisarannya sesuai untuk proses transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel. Syarat minyak yang dapat digunakan sebagai bahan baku biodiesel adalah memiliki kadar asam lemak bebas maksimal 2% (Nurhidayanti, N, 2017). Tabel 4 dibawah ini menyajikan karakteristik minyak nyamplung setelah mengalami proses esterifikasi. Dari hasil tahap esterifikasi yang telah dilakukan pada minyak nyamplung tersebut didapatkan penurunan kadar asam lemak bebas menjadi 1,71%, sehingga minyak nyamplung hasil proses esterifikasi ini dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel untuk diproses lebih lanjut dengan transesterifikasi.

Tabel 4. Karakteristik minyak nyamplung setelah proses esterifikasi

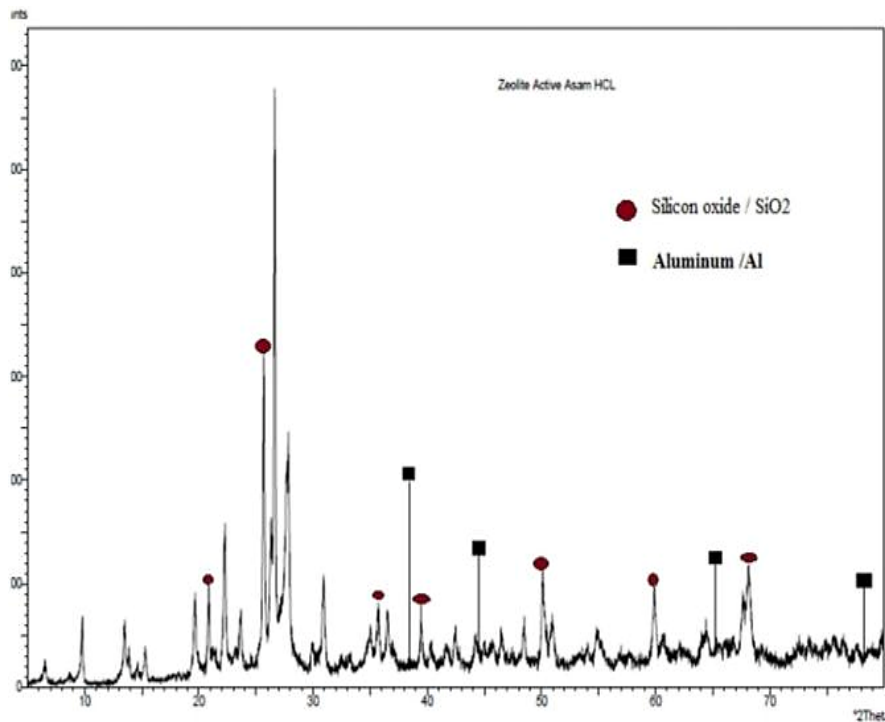
Parameter	Satuan	Nilai
Densitas	g/cm ³	0,90
Viskositas kinematik	cP (pada 25,6 °C)	45
Asam lemak bebas	%	1,71

3.2. Karakterisasi katalis termodifikasi

Karakterisasi katalis termodifikasi dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*. Karakterisasi menggunakan *X-Ray diffraction (XRD)* bertujuan untuk mengetahui kandungan senyawa Si/Al (Silika/Aluminum) yang terdapat pada kedua jenis katalis tersebut. Hasil karakterisasi XRD yang dilakukan terlihat pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 3. Hasil XRD zeolit alam



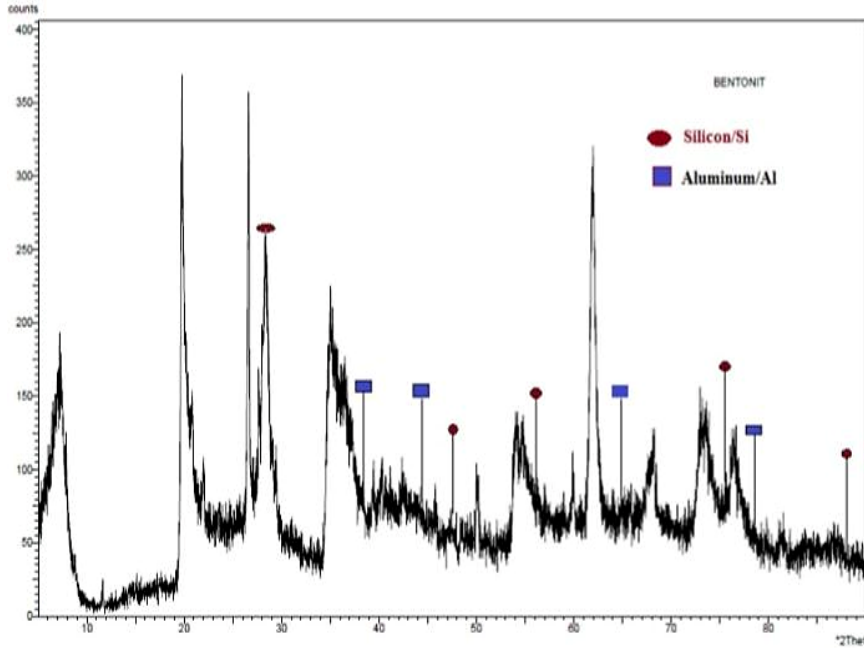
Gambar 4. Hasil XRD zeolit termodifikasi

Gambar 3 dan 4 menunjukkan hasil analisis XRD untuk zeolit alam dan sesudah dimodifikasi dengan asam. Berikutnya Gambar 5 dan 6 menunjukkan hasil analisis XRD untuk bentonit alam dan sesudah dimodifikasi dengan asam.

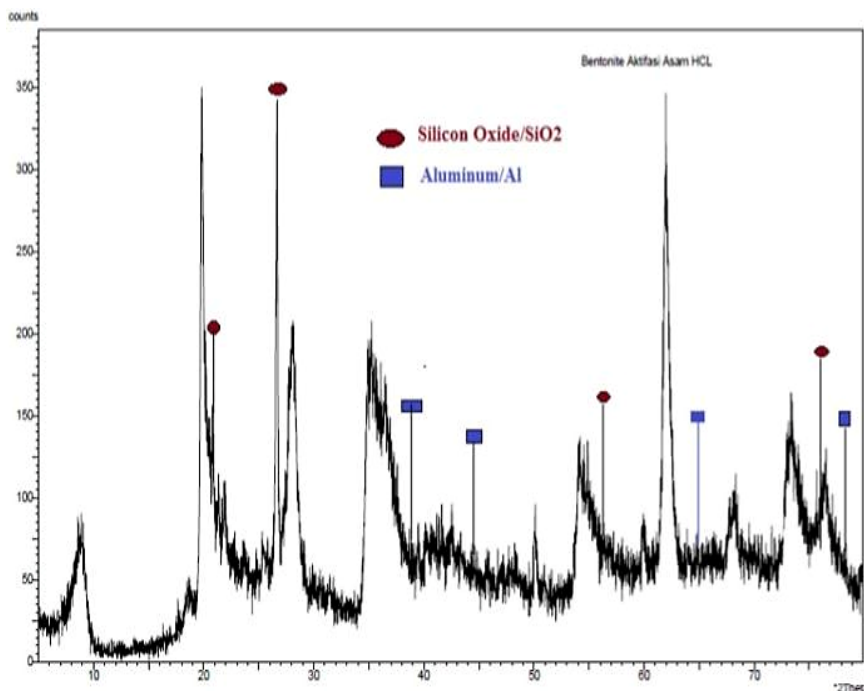
Hasil analisis karakterisasi XRD menunjukkan adanya perubahan karakter pada kedua katalis sebelum dan sesudah modifikasi. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3 dan 4 untuk Zeolit. Perbandingan kedua gambar tersebut menunjukkan adanya perubahan pada kandungan Si, yaitu lebih banyak terbentuk senyawa SiO_2 , sedangkan senyawa Al menjadi berkurang. Hal tersebut sesuai dengan prinsip

aktivasi katalis dengan asam yaitu melepaskan atom Al untuk mengoptimalkan kandungan aluminium dalam katalis sehingga meningkatkan sifat katalitik dan absorpsi dari katalis tersebut.

Hal yang sama juga terlihat pada Gambar 5 dan Gambar 6 untuk katalis bentonit, yaitu terjadi peningkatan jumlah SiO_2 setelah proses modifikasi. Perubahan akibat adanya modifikasi dari kedua katalis ini tidak terlihat signifikan karena konsentrasi asam yang digunakan untuk modifikasi katalis tersebut yang terlalu kecil.



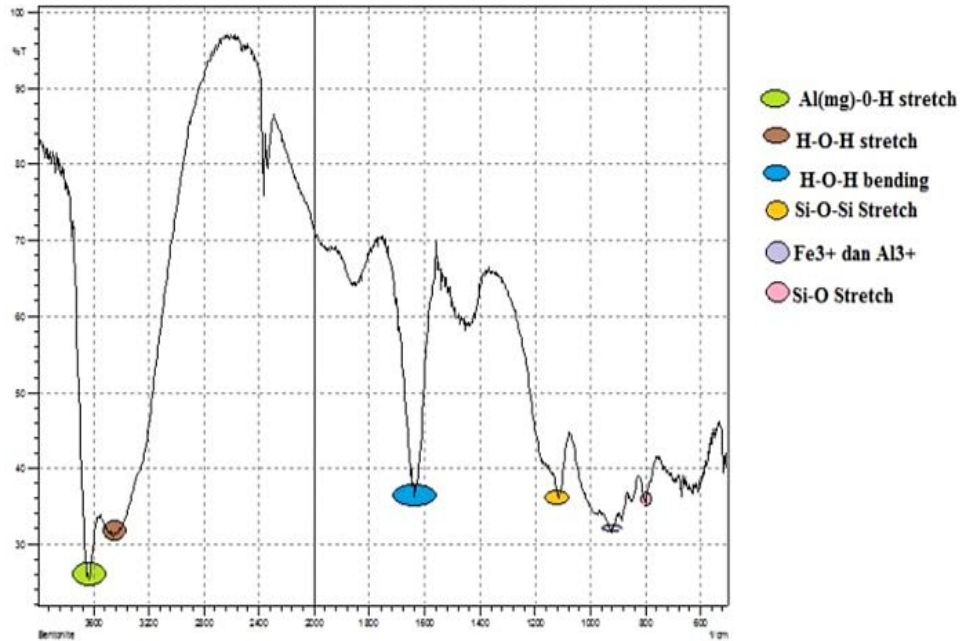
Gambar 5. Hasil XRD bentonit alam



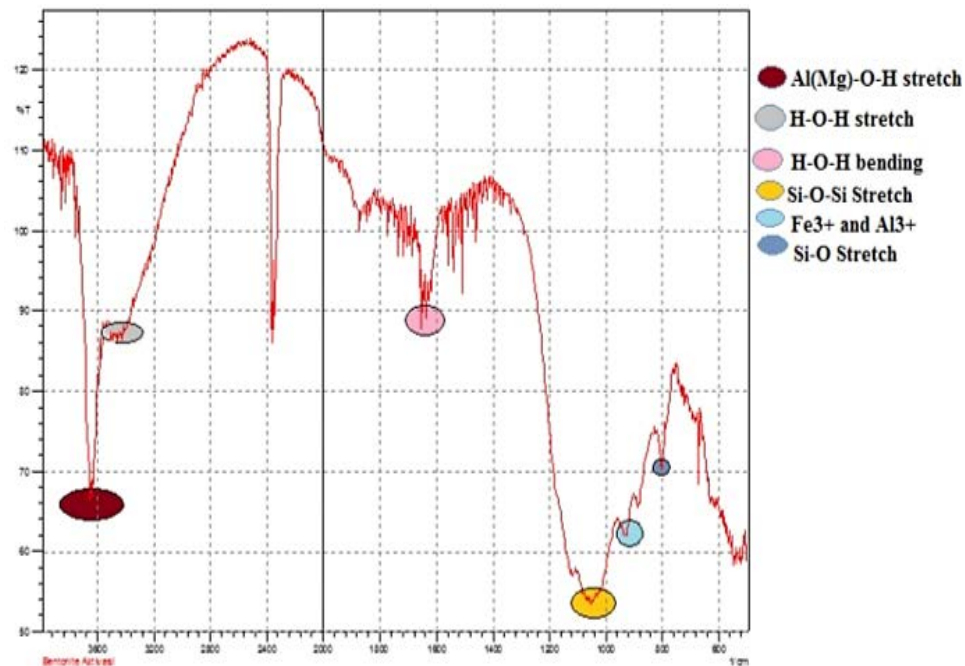
Gambar 6. Hasil XRD bentonit termodifikasi

Gambar 7 dan Gambar 8 merupakan hasil analisis FTIR untuk bentonit alam dan hasil modifikasinya. Berikutnya Gambar 9 dan Gambar 10 merupakan hasil analisis FTIR untuk zeolit alam

dan hasil modifikasinya. Karakterisasi katalis dengan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus yang dimiliki oleh kedua jenis katalis sebelum dan sesudah proses modifikasi asam.



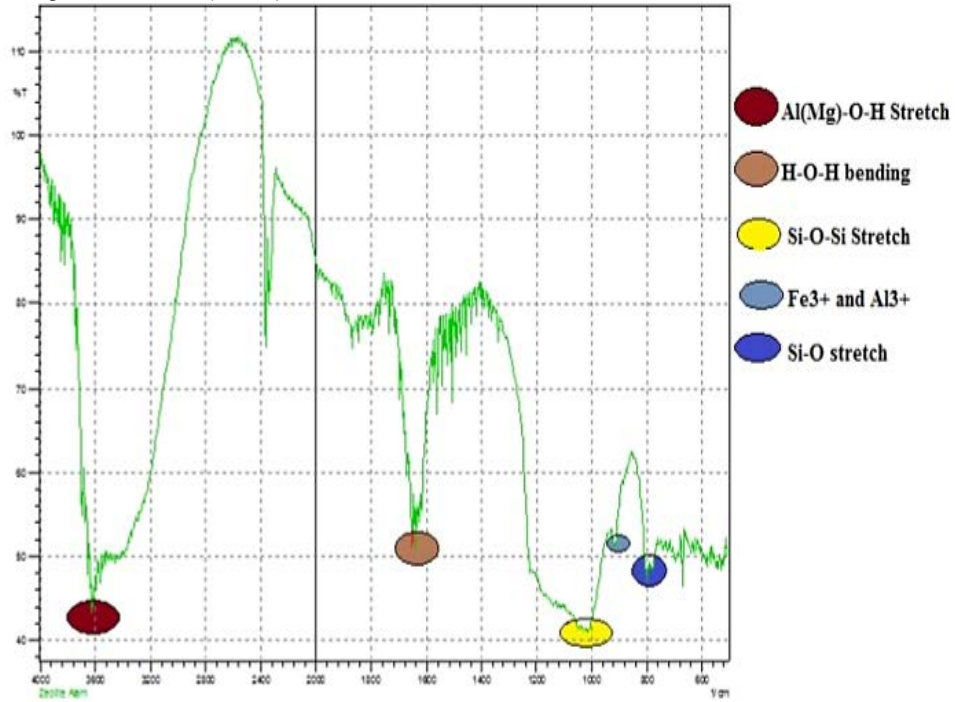
Gambar 7. Hasil FTIR bentonit alam



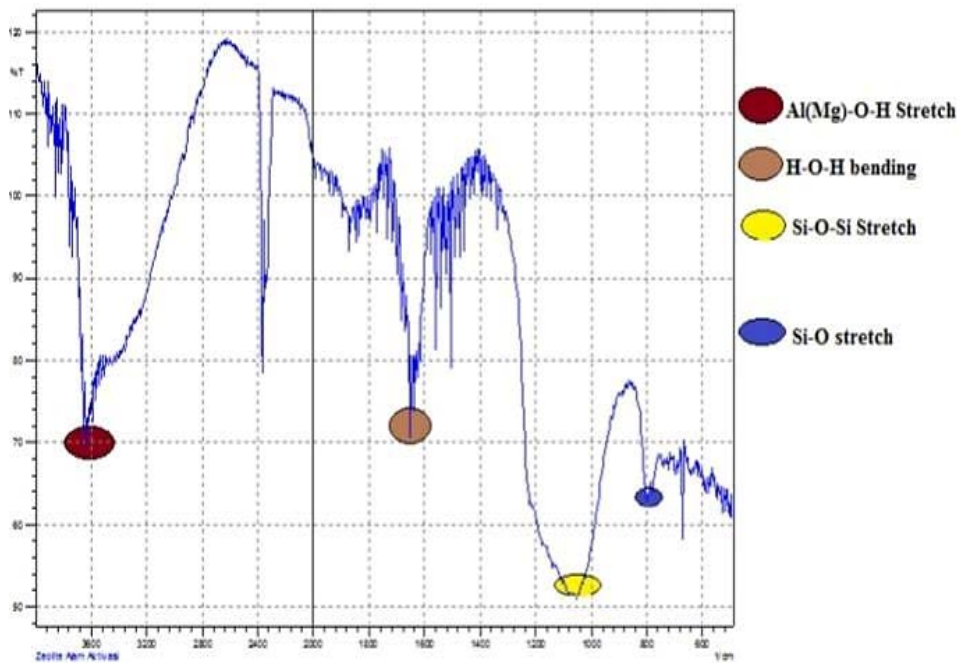
Gambar 8. Hasil FTIR bentonit termodifikasi

Berdasarkan hasil analisis FTIR, terlihat bahwa tidak ada gugus baru yang terbentuk pada katalis. Modifikasi menggunakan asam menyebabkan ikatan menjadi meningkat yang ditunjukkan dengan adanya peningkatan

prosentase *transmittance* pada panjang gelombang dari hasil analisis FTIR. Tetapi peningkatan tersebut tidak tampak signifikan karena konsentrasi asam yang digunakan relatif rendah.



Gambar 9. Hasil FTIR zeolit alam



Gambar 10. Hasil FTIR zeolit termodifikasi

3.3. Pengaruh suhu reaksi terhadap perolehan biodiesel hasil

Pengaruh suhu reaksi transesterifikasi sebesar 50, 60, 65, dan 70 °C terhadap perolehan biodiesel yang dihasilkan dengan menggunakan

katalis zeolit termodifikasi, bentonit termodifikasi dan campuran zeolit dan bentonit termodifikasi dengan perbandingan 50:50 yang ditunjukkan oleh Tabel 5.

Tabel 5. Perolehan biodiesel hasil dengan katalis termodifikasi

Jenis katalis dan perbandingan jumlah katalis	Perolehan biodiesel berdasarkan suhu reaksi			
	50°C	60°C	65°C	70°C
Zeolit termodifikasi (100:0)	78,36	88,19	83,19	81,15
Bentonit termodifikasi (100:0)	67,73	78,84	72,09	70,58
Zeolit dan Bentonit termodifikasi (50:50)	70,83	82,36	75,49	73,11

Berdasarkan data tersebut terlihat bahwa peningkatan suhu reaksi transesterifikasi yang digunakan dari 50 °C hingga 60 °C menyebabkan peningkatan pada hasil perolehan biodiesel dan selanjutnya perolehan biodiesel mengalami penurunan untuk kenaikan suhu reaksi transesterifikasi diatas 60 °C hingga 70 °C.

Pada suhu 60 °C didapatkan perolehan biodiesel terbesar untuk tiga jenis katalis yang digunakan. Adapun perolehan biodiesel terbesar tersebut adalah sebesar 88,19% dengan katalis Zeolit termodifikasi, 78,84% dengan katalis Bentonit termodifikasi dan 82,36% dengan campuran katalis Zeolit dan Bentonit termodifikasi dengan rasio 1 : 1.

3.4. Pengaruh jenis katalis termodifikasi terhadap perolehan biodiesel hasil

Hasil percobaan menunjukkan bahwa jenis katalis termodifikasi yang digunakan pada proses transesterifikasi berpengaruh terhadap perolehan biodiesel hasil, seperti yang ditunjukkan Tabel 5 diatas.

Penggunaan katalis zeolit termodifikasi memberikan hasil biodiesel yang lebih besar daripada katalis bentonit termodifikasi dan campuran antara zeolit dan bentonit termodifikasi pada rasio 50:50. Hal ini terjadi pada berbagai suhu reaksi transesterifikasi yang digunakan, mulai dari 50, 60, 65 dan 70 °C. Peristiwa ini terjadi disebabkan karena perbedaan sifat dan karakteristik dari tiga jenis

katalis termodifikasi yang digunakan pada proses transesterifikasi tersebut.

Salah satu sifat dan karakteristik dari zeolit yang merupakan adsorben adalah memiliki luas permukaan besar dan pori berukuran mikro. Bentonit juga merupakan adsorben, tetapi memiliki luas permukaan yang lebih kecil dari zeolit dan porinya berukuran makro. Sifat dan karakteristik ini sangat mendukung pada reaksi transesterifikasi, karena minyak yang digunakan adalah minyak dengan kadar asam lemak tinggi yang disebabkan oleh besarnya kadar air dalam minyak tersebut. Sifat adsorben dari zeolit ini sangat berperan dalam penyerapan air saat berlangsungnya proses reaksi transesterifikasi, sehingga dapat diperoleh hasil perolehan biodiesel yang lebih besar daripada bentonit. Faktor inilah yang menjadi kekurangan bentonit sehingga pengaruhnya terhadap perolehan biodiesel tidak sebesar pada katalis zeolit.

3.5. Hasil analisis karakteristik biodiesel pada perolehan terbesar

Biodiesel yang dihasilkan pada kondisi proses dengan perolehan terbesar dianalisa karakteristiknya sesuai dengan persyaratan SNI untuk biodiesel dengan parameter meliputi densitas, viskositas, titik nyala, bilangan setana, dan analisa kandungan metil ester menggunakan GC, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 6.

Tabel 6. Karakteristik biodiesel hasil pada perolehan terbesar dengan katalis zeolit termodifikasi pada suhu reaksi 60 °C

Parameter	Hasil uji	SNI
Titik nyala, °C	121	Min 100
Viskositas, mm ² /s	5,633	2,3-6
Densitas, kg/m ³	887	850-887
Bilangan setana	53	Min 51

Pengujian nilai densitas dilakukan untuk mengetahui apakah memenuhi syarat sebagai biodiesel dan dibandingkan nilainya dengan SNI. Hasil dari analisa densitas tersebut didapatkan yaitu memiliki harga densitas sebesar 0,887 g/cm³ (887 kg/m³). Parameter SNI untuk densitas biodiesel memiliki kisaran nilai 850-887 kg/m³, sehingga biodiesel yang diperoleh dari penelitian ini sudah memenuhi standar SNI untuk produk biodiesel.

Viskositas biodiesel yang dihasilkan dianalisa untuk memastikan bahwa biodiesel tersebut telah memenuhi syarat untuk dinyatakan sebagai metil ester dengan parameter

standar SNI. Viskositas suatu bahan bakar mempengaruhi profil aliran, atomisasi, dan efektifitas pelumasan. Dari hasil analisis didapatkan nilai viskositas biodiesel hasil pada pengukuran suhu 40°C adalah sebesar 5,633 mm²/s dan sebagai pembanding adalah nilai pada parameter standar SNI adalah 2,3-6,0 mm²/s, sehingga produk biodiesel telah memenuhi standar SNI.

Pengujian berikutnya adalah bilangan setana dan perlu dilakukan karena merupakan sifat utama produk biodiesel yang menunjukkan spontanitas bahan bakar mesin diesel untuk terbakar setelah diinjeksikan ke dalam ruang bakar (Ong et al., 2019). Nilai bilangan setana yang didapatkan untuk biodiesel dari minyak nyamplung adalah 53, dengan parameter SNI untuk bilangan setana biodiesel minimal 51, sehingga produk biodiesel sudah memenuhi SNI.

Uji titik nyala pada biodiesel dilakukan untuk mengetahui berapa suhu/titik bakarnya jika diaplikasikan sebagai bahan bakar. Titik nyala bahan bakar yang tinggi akan memudahkan penyimpanan sehingga tidak mudah terbakar pada suhu ruang (Ong et al., 2019). Hasil uji menunjukkan bahwa biodiesel dari minyak nyamplung yang dihasilkan pada kondisi perolehan terbesar memiliki *titik nyala* 121°C. Hasil uji menunjukkan bahwa biodiesel hasil telah memenuhi kriteria SNI, yaitu minimal 100°C.

Pengujian lainnya adalah mengukur kadar metil ester pada biodiesel. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui besarnya kandungan asam lemak yang terkonversi menjadi metil ester. Analisa metil ester ini dilakukan dengan alat GC (Ong et al., 2019). Hasil dari analisis kandungan metil ester untuk biodiesel hasil dari minyak nyamplung ini sebesar 94,55%.

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa minyak nyamplung dapat diproses menjadi biodiesel menggunakan tahap proses esterifikasi dan transesterifikasi dengan katalis zeolit dan bentonit termodifikasi. Biodiesel hasil dari minyak nyamplung memenuhi standard spesifikasi biodiesel yang ditetapkan oleh SNI, sehingga dapat dipergunakan sebagai bahan bakar terbarukan.

Kontribusi penulis

Semua penulis memberikan sumbangsih dan terlibat secara aktif mulai dari penyusunan proposal untuk mencari dana penelitian, pelaksanaan kegiatan penelitian dan penulisan artikel untuk publikasi, termasuk berbagai kegiatan didalamnya yang meliputi berbagai hal, yaitu konseptual, metodologi, persiapan bahan dan alat penelitian, penelusuran literature, pelaksanaan penelitian dan penyiapan bahan uji untuk analisis karakteristik produk katalis dan biodiesel.

Konflik kepentingan

Pada penelitian dan publikasi yang dilakukan ini penulis menyatakan bahwa tidak ada konflik kepentingan, mulai dari bahan baku yang digunakan, teknologi proses pemurnian minyak nyamplung, proses pembuatan biodiesel, uji karakterisasi katalis dan biodiesel yang didapatkan.

Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Penelitian dan Kemasyarakatan Pelayanan, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Kementerian Riset dan Teknologi, Republik Indonesia yang mendanai penelitian ini melalui Penelitian Berbasis Kompetensi (PBK) Hibah pada tahun anggaran 2019 berdasarkan Kontrak No. 011/SP2H/AMD/LT/MULTI/L7/2019.

Pustaka

- Alamsyah, R., Lubis, E.H., 2012. Biodiesel production from nyamplung seeds (*Calophyllum inophyllum*) with dry purification methods. *J. Kimia Kemasan*, 34(2), pp 285-293.
- Bintang, M.T.M., Aisyah, S.A., 2015. Sintesis biodiesel dari minyak biji nyamplung (*Callophyllum innophyllum*) dengan metode ultrasonokimia. *Chimica et Natura Acta*, 3(2), pp 84-89.
- Fawziah, R., Siswani, E.D., 2018. Biodiesel synthesis from nyamplung seed oil (*calophyllum inophyllum*) in various temperature and ratio (methanol/oil) in transesterification process. *Jurnal Kimia Dasar*, 7(3), pp 130-137.

- Handayani, P.A., Wulansarie, R., Husaen, P., Ulfayanti, I.M., 2018. Esterification of nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) oil with ionic liquid catalyst of BMIMHSO₄ and gelombang mikro-assisted. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 7(1), pp 59-63.
- Hartono, R., Jayanudin, Suhendar, D., Winata, A., 2012. Uji karakteristik biodiesel dari minyak nyamplung dengan proses esterifikasi-transesterifikasi dengan katalis KOH. *Jurnal Sains dan Teknologi*, 2(1), pp 166-174.
- Kartika, I.A., Fathiyah, S., Desrial, Purwanto, Y.A., 2020. Pemurnian minyak nyamplung dan aplikasinya sebagai bahan bakar nabati. *J. Tek. Ind. Pert.*, 20(2), pp 122-129.
- Kustanto, M.N., Ilminnafik, N., Darsin, M., Sugara, I.R., Andrianto, D.T., Fawaid, A.I., 2022. Pelatihan pembuatan bahan bakar minyak nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) bagi masyarakat Banyuwangi Jawa Timur. *Jurnal Abdi Masyarakat Indonesia*, 2(1), pp 5-40.
- Majid, D., Subandowo, M., Budipramana, K., Pramana, Y.B., 2019. Biodiesel dari minyak biji nyamplung melalui proses transesterifikasi dengan reaktor system aliran berkelanjutan. *Jurnal Teknik Industri dan Kimia*, 2(1), pp 19-26.
- Muhammad, F.R., Jatranti, S., Qadariyah, L., dan Mahfud, 2014. Pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung menggunakan pemanasan gelombang mikro. *Jurnal Teknik Pomits*, 3(2), pp 154-159.
- Musta, R., Haetami, A., Salmawati, M., 2017. Biodiesel of the transesterification product of *Calophyllum inophyllum* seed oil from Kendari using methanol solution. *Ind. J. Chem. Res.*, 4(2), pp 394-401.
- Nurhidayanti, N., 2017. Efek penggunaan iradiasi gelombang mikro dalam pembuatan biodiesel minyak nyamplung(*Calophyllum inophyllum* linn). *J. Pelita Teknologi*, 12(1), pp 13-20.
- Ong, H.C., Milano, J., Silitonga, A.S., Hassan, M.H., Shamsuddin, A.H., Wang, C.T., et al., 2019. Biodiesel production from *Calophyllum inophyllum*-*Ceiba pentandra* oil mixture: Optimization and characterization. *Journal of Cleaner Production*, 1(1), pp183-198.
- Pratiwi, Y.D., Sutarno, W., 2021. Studi eksperimental unjuk kerja motor diesel putaran stasioner dengan campuran bahan bakar biodiesel buah nyamplung. *Journal of Mechanical Engineering and Science*, 2(1), pp 7-13.
- Rezki, Musta, R., Haetami, A., 2017. Biodiesel of the transesterification product of *calophyllum inophyllum* seed oil from kendari using ethanol solution. *Ind. J. Chem. Res.*, 4(2), pp 406-412.
- Sarwono, E., Erzha, N., Widarti, B.N., 2017. Pengolahan biodiesel dari biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) menggunakan katalis KOH. *Prosiding Seminar Nasional Teknologi IV*.
- Towaha, J., Udarno, L., 2022. Karakteristik nyamplung sebagai bahan bakar biodiesel. *Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Aneka Tanaman Industri*.