

# Analisis Pengaruh Aktivasi Zeolit Alam Ujung Pancu Terhadap Peningkatan Ester Konten pada Metil Ester Berbasis Minyak Sawit Mentah

Eka Kurniasih<sup>1</sup>, Pardi<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Lhokseumawe  
Jln. B.Aceh Medan Km.280 Buketrata 24301 INDONESIA

<sup>1</sup>ekakurniasih@pnl.ac.id

**Abstrak**— Zeolite alam memiliki sifat katalitik dalam sebuah reaksi. Daerah Ujung Pancu, Banda Aceh memiliki sumber daya zeolite alam yang cukup menjanjikan. Salah satu reaksi yang didapat dikatalisis dengan zeolite adalah transesterifikasi. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh metode aktivasi zeolite dan rasio zeolite yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi untuk memproduksi metil ester dari minyak sawit merah. Penelitian ini terdiri dari tiga tahap, yaitu (1) aktivasi zeolite alam dengan metode fisika dan metode fisika kimia, (2) tahap esterifikasi minyak sawit merah, (3) tahap transesterifikasi. Rancangan data disusun mengikuti rancangan faktorial dua faktor, dengan 5 level. Pada tahap transesterifikasi dilakukan variasi rasio katalis zeolite yang digunakan yaitu 2,5%; 5,0%; 7,5%; 10%; 12,5% (b/b). Reaksi transesterifikasi dilakukan pada temperature 65°C selama 2 jam dengan menggunakan metanol sebagai sumber alkil. Berdasarkan hasil penelitian, diketahui bahwa jenis metode aktivasi zeolite dan peningkatan rasio katalis zeolite memberikan pengaruh signifikan terhadap perolehan ester konten. Metode aktivasi fisika kimia memberikan perolehan ester konten sebesar 71,3231% pada rasio katalis 12,5% (b/b) dan metode aktivasi fisika 55,0890%.

**Kata kunci**— ester, heterogen, katalis, transesterifikasi, zeolite

**Abstract**— Natural zeolites have catalytic characteristic in a reaction. Ujung Pancu, It is an area in Banda Aceh has quite promising natural zeolite resources. One of the reaction can be catalyzed with zeolite is transesterification. This research aims to analyze the effect of zeolite activation methods and the ratio of zeolite used in the transesterification reaction to produce methyl esters from red palm oil. This research consisted of three stages, i.e (1) natural zeolite activation with physical methods and chemical physical methods, (2) esterification of red palm oil, (3) transesterification. The data design was compiled following by two factorial design, with 5 levels. At the transesterification stage, a variation of the zeolite catalyst ratio is used which is 2.5%; 5.0%; 7.5%; 10%; 12.5% (w/w). Transesterification reaction was carried out at 65°C for 2 hours using methanol as an alkyl source. Based on the research result, it was found that the type of zeolite activation method and the increased ratio of zeolite catalysts had a significant effect on the ester content acquisition. The chemical physical activation method provides content ester acquisition of 71.3231% at a catalyst ratio of 12.5% (w/w) and physical activation method for 55.0890%.

**Keywords**— ester, heterogeneous, catalyst, transesterification, zeolite

## I. PENDAHULUAN

Zeolite alam pertama kali diperkenalkan tahun 1756 oleh *Freiherr Axel Cronstedt*, seorang ilmu mineralogy dari Swedia. Zeolit sendiri berasal dari bahasa Yunani, yaitu “zein” yang berarti “membuah” dan “lithos” yang berarti “batu”. Sehingga zeolite dalam bahasa Yunani “zeinlithos” berarti batuan yang mendidih. Zeolite adalah mineral alumina silikat terhidrat yang dapat mengikat molekul air secara reversible. Kemampuan alami yang dimiliki oleh zeolite adalah melakukan pertukaran ion, daya serap dan daya saring molekuler, serta sifat katalitik. Kemampuan inilah yang membuat zeolite sering dimodifikasi sebagai katalisator. [1]

Zeolit alam banyak tersebar Indonesia, khususnya pada lokasi yang secara geografis terletak di jalur pegunungan vulkanik. Posisi strategis Indonesia yang terletak pada daerah jalur gunung vulkanik memberikan beberapa kelebihan, salah satunya sebagai negara yang memiliki kekayaan sumber daya alam mineral yang beragam termasuk banyaknya lokasi sumber zeolit alam hidrotermal, maupun proses diagenesa dari batuan vulkanik. [2]. Salah satu daerah yang memiliki kandungan zeolite adalah propinsi Aceh, tepatnya di daerah Ujung Pancu, Banda Aceh.

Umumnya zeolite alam tersusun atas tetrahedral alumina ( $AlO_4^{5-}$ ) dan silika ( $SiO_4^{4-}$ ) yang membentuk struktur bermuatan negatif dan berongga terbuka atau berpori. Muatan negatif pada kerangka zeolite dinetralkan oleh kation yang terikat lemah. Selain kation, rongga zeolite juga terisi oleh molekul air yang berkoordinasi dengan kation. Rumus umum zeolite adalah  $M_{x/n}[(AlO_2)_x(SiO_2)_y].mH_2O$  dengan M adalah

kation bervalensi n,  $[(AlO_2)_x(SiO_2)_y]$  adalah kerangka zeolite yang bermuatan negatif, dan  $H_2O$  adalah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolite. Zeolite alam mengandung kation  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ , atau  $Mg^{2+}$ . Pada zeolite alam, adanya molekul air dalam pori dan oksida bebas di permukaan seperti  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $CaO$ ,  $MgO$ ,  $Na_2O$ ,  $K_2O$  dapat menutup pori atau situs aktif dari zeolite sehingga dapat menurunkan kemampuan zeolite. Untuk itu, sebelum digunakan sebagai katalis, zeolite membutuhkan aktivasi fisika, kimia atau fisika kimia untuk membuka pori-pori zeolite dari air. [3]

Selain itu, zeolit alam memiliki ukuran pori yang tidak seragam, aktifitas katalik yang rendah dan mengandung banyak pengotor. Zeolit alam memiliki pori-pori dengan diameter 1,5 - 1,6 nm, ukuran pori ini dapat diperbesar hingga mencapai lebih dari 20 nm dengan cara mengaktifkan zeolit terlebih dahulu. [4]



Gambar 1. Struktur Dan Kerangka Zeolite

Kemampuan katalitik zeolite alam, menyebabkan material ini banyak digunakan sebagai agen percepatan reaksi. Salah satu reaksi yang dapat dikatalisis oleh zeolite adalah transesterifikasi. Diketahui bahwa reaksi transesterifikasi untuk sintesa biodiesel dapat dipercepat dengan penambahan zeolite sebagai katalis. Zeolite tergolong sebagai katalis

heterogen yang berbeda fasa dengan reaktan. Keunggulan katalis heterogen dalam sintesa biodiesel adalah mencegah terbentuk hasil samping berupa sabun yang selalu ada apabila menggunakan katalis homogen basa, seperti NaOH, KOH, CaOH. Kehadiran zeolite sebagai katalis heterogen, memberikan nuansa baru bagi pengembangan produksi metil ester secara kontinu. Metil ester atau lebih dikenal sebagai biodiesel masih menjadi harapan bagi penyelesaian masalah energi. Karakteristiknya yang berdekatan dengan petroleum diesel menyebabkan senyawa ini terus dikembangkan untuk dapat diproduksi secara kontinu. Sintesa biodiesel dapat dilakukan melalui reaksi satu tahap, yaitu esterifikasi atau transesterifikasi saja atau reaksi dua tahap dengan melibatkan kedua jenis reaksi tersebut. Dalam penelitian ini dilakukan reaksi dua tahap sebagai bagian dari pengolahan bahan baku.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan pengaruh jenis metode aktivasi dan rasio katalis heterogen terhadap peningkatan ester konten. Ester konten adalah salah satu parameter paling menentukan kualitas suatu produk turunan trigliserida dan asam lemak dapat dikategorikan sebagai bahan bakar alternatif atau tidak, khususnya petroleum diesel.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak sawit mentah (MSM) yang diperoleh dari PKS lokal dengan bilangan asam (BA) awal adalah 40. Metanol, Batuan Alam Zeolit yang berasal dari Ujung Pancu sebagai katalis heterogen, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaOH, etanol teknis dan phenolphthalein.

Peralatan yang digunakan adalah unit reaktor transesterifikasi yang terdiri dari labu leher tiga yang dilengkapi dengan sirkulasi air pendingin, kondensor lengan, agitator, motor pengaduk, termometer dan penangas air.

Penelitian ini terdiri dari 3 tahapan, yaitu tahap aktivasi katalis zeolite, tahap esterifikasi dan tahap transesterifikasi.

1. Tahap Aktivasi Zeolit

Pengecilan ukuran batuan alam zeolite Ujung Pancu menggunakan mortar besi hingga ukuran serbuk 80/100 mesh.

a. Aktivasi Fisika

Serbuk zeolite diaktivasi pada temperatur 600°C selama 4 jam dalam furnace.

b. Aktivasi Fisika Kimia

Serbuk zeolit diaktivasi menggunakan HCl 4 N selama 10 jam, kemudian dicuci dengan aquadest hingga pH netral dan di aktivasi fisika pada temperatur 600°C selama 4 jam dalam furnace.

2. Tahap Esterifikasi

Pada tahap ini 150 gram minyak sawit mentah direaksikan dengan metanol pada rasio mol antara MSM : metanol adalah (1:10) menggunakan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% (b/b). Reaksi berlangsung pada temperatur 65°C selama 2 jam. [4]. Dari hasil reaksi esterifikasi akan diperoleh 2 lapisan. Lapisan atas adalah metil ester kasar (MEK) dan lapisan bawah adalah gliserol. Metil ester kasar dipisahkan dari gliserol dengan cara dekantasi. Metil ester kasar digunakan sebagai bahan baku pada tahap transesterifikasi.

3. Tahap Transesterifikasi

Pada tahap ini, 150 gram metil ester kasar direaksikan dengan metanol pada rasio mol antara MEK : metanol adalah (1:10) menggunakan zeolit sebagai katalis heterogen. Reaksi berlangsung pada temperatur 65°C selama 2 jam. Data pengamatan disusun mengikuti

rancangan ANAVA 2 faktor dengan 5 kali replikasi (R). Analisis data dilakukan menggunakan software MINITAB release 14. [5].

TABEL 1  
RANCANGAN ANAVA 2 FAKTOR

Rasio Katalis Zeolit (% b/b)	R	Ester Konten (%)	
		Metode Aktivasi	
		Aktivasi Fisika	Aktivasi Fisika Kimia
2,5	1	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>
	2	Y <sub>3</sub>	.....
	3	.....	.....
	4	.....	.....
	5	.....	.....
5,0	1	.....	.....
	2	.....	.....
	3	.....	.....
	4	.....	.....
	5	.....	.....
7,5	1	.....	.....
	2	.....	.....
	3	.....	.....
	4	.....	.....
	5	.....	.....
10	1	.....	.....
	2	.....	.....
	3	.....	.....
	4	.....	.....
	5	.....	.....
12,5	1	.....	.....
	2	.....	.....
	3	.....	.....
	4	.....	.....
	5	.....	Y <sub>n+1</sub>

H<sub>0</sub> : Metode aktivasi memberikan pengaruh yang sama terhadap peningkatan ester konten pada metil ester berbasis minyak sawit merah

H<sub>1</sub> : Metode aktivasi memberikan pengaruh yang sama terhadap peningkatan ester konten pada metil ester berbasis minyak sawit merah

H<sub>0</sub> : Peningkatan rasio katalis zeolit memberikan pengaruh yang sama terhadap peningkatan ester konten pada metil ester berbasis minyak sawit merah

H<sub>1</sub> : Peningkatan rasio katalis zeolit memberikan pengaruh yang sama terhadap peningkatan ester konten pada metil ester berbasis minyak sawit merah

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Aktivasi Zeolite Alam Ujung Pancu

Batuan alam zeolite sebelum digunakan sebagai katalis mengalami pengecilan ukuran hingga 80/100 mesh. Hal bertujuan untuk memperluas permukaan kontak dari zeolite alam pada saat proses aktivasi.



Gambar 2. Proses Pengecilan Ukuran Batuan Zeolite Alam Ujung Pancu, Aceh

Proses pengecilan ukuran menggunakan alat yang sederhana yaitu mortar besi dan diayak menggunakan sieve trays untuk mendapatkan ukuran partikel yang seragam.

**a. Aktivasi Fisika**

Serbuk zeolite dikalsinasi selama 4 jam pada temperatur 600°C. serbuk zeolite awal berwarna hijau kebiruan, setelah mengalami kalsinasi warna sedikit memudar dan tekstur lebih kering karena kadar air dalam serbuk batuan zeolot alam telah tereduksi. Setelah proses kalsinasi selesai, zeolite digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi.

**b. Aktivasi Fisika Kimia**

Serbuk zeolite diaktivasi dengan larutan HCl 4 N selama 10 jam pada temperatur 90°C. Warna larutan zeolite semula berwarna hijau kebiruan berubah menjadi kuning cerah setelah 1 jam aktivasi dan terus mengalami peningkatan kecerahan warna selama 10 jam aktivasi. Fenomena ini menunjukkan adanya pelepasan pengotor dan senyawa anorganik dari serbuk batuan zeolite alam.



Gambar 3. Proses Aktivasi Kimia Dengan HCl 4 N

Setelah aktivasi selama 10 jam, serbuk zeolite dicuci dengan aquadeset hingga pH netral dan dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 4 jam. Sebelum digunakan sebagai katalis, zeolite tidak boleh bersinggungan langsung dengan udara karena kemampuan adsorpsi zeolite dapat mengurangi aktivitas katalitiknya. Selanjutnya zeolite teraktivasi digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi.

**2. Tahap Esterifikasi**

Sintesa biodiesel dipilih menggunakan reaksi dua tahap yang akan memberikan peluang lebih besar untuk terbentuknya senyawa ester karena bilangan asam telah turun. MSM memiliki bilangan asam awal sebesar 40, setelah tahap esterifikasi bilangan asam turun hingga 40%. Bilangan asam yang tinggi pada MSM disebabkan oleh adanya reaksi hidrolisis karena adanya kandungan air pada MSM. Ataupun akibat reaksi enzimatik yang disebabkan oleh kinerja enzim lipase yang terkandung dalam MSM sendiri. Tahap esterifikasi bertujuan untuk menurunkan bilangan asam untuk meringankan kinerja katalis zeolite sehingga dapat lebih optimal dalam meningkatkan pembentukan ikatan ester.

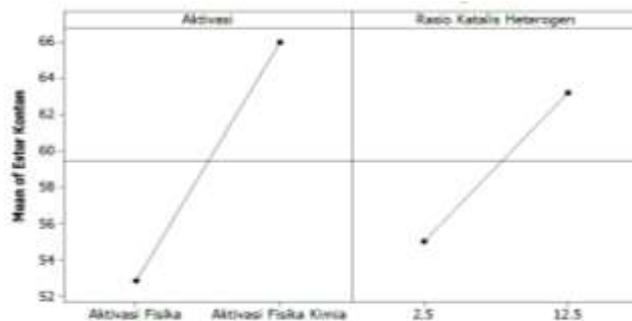


Gambar 4. Tahap Esterifikasi Minyak Sawit Merah

**3. Pengaruh Metode Aktivasi Terhadap Ester Konten**

Ester konten dalam metil ester menunjukkan persentase senyawa ester yang terbentuk selama reaksi transesterifikasi

berlangsung. Pada tahap transesterifikasi, dilakukan pengamatan terhadap kinerja katalis heterogen zeolit. Keunggulan dari katalis heterogen dibandingkan katalis homogen konvensional adalah tidak terbentuknya reaksi saponifikasi disepanjang reaksi transesterifikasi.



Gambar 5. Hubungan Metode Aktivasi Dan Rasio Katalis Heterogen Terhadap Ester Konten

Berdasarkan grafik hasil analisis ANAVA, diketahui bahwa metode aktivasi berpengaruh signifikan terhadap ester konten. Metode aktivasi fisika kimia menunjukkan ester konten lebih tinggi dibandingkan aktivasi kimia. Rata-rata (*mean*) ester konten untuk metode aktivasi fisika kimia berkisar 66,32%. Sedangkan peningkatan rasio katalis heterogen juga berpengaruh signifikan terhadap ester konten. Pada range 2,5%-12,5% semakin tinggi rasio katalis heterogen, semakin tinggi perolehan ester konten. Hal ini disebabkan, pada proses aktivasi fisika kimia, senyawa pengotor dan logam Al, Si yang terkandung dalam batuan zeolite alam telah direduksi sehingga pori-pori zeolite lebih besar dibandingkan dengan aktivasi fisika. Kondisi ini bersesuaian dengan [6] yang menyatakan bahwa aktivasi dengan senyawa mineral HCl mampu menghilangkan kandungan senyawa anorganik yang menutupi zeolite dan mengurangi jumlah kation dalam zeolite sehingga zeolite memiliki tingkat keasaman yang rendah.

Produk biodiesel menurut SNI 7182:2015 mengandung ≥96.5% ester konten. Tetapi hasil penelitian belum mencapai kadar tersebut. Menurut [7] zeolite alam yang diaktivasi dengan senyawa asam memiliki tingkat keasaman yang rendah. Selain itu yang mempengaruhi ester konten adalah kesesuaian antara bentuk dan ukuran pori zeolite dengan ukuran molekul reaktan sehingga memungkinkan reaktan masuk kedalam pori zeolite dan melakukan aktivitas reaksi transesterifikasi.

**4. Pengaruh Rasio Katalis Heterogen Zeolite Terhadap Ester Konten**

Berdasarkan grafik 3, diketahui bahwa peningkatan rasio katalis heterogen berpengaruh signifikan terhadap peningkatan ester konten. Hal ini berlaku untuk kedua metode aktivasi, baik fisika ataupun kimia. Perolehan ester konten tertinggi berada pada level rasio katalis 12,5% (b/v). Rasio katalis yang tinggi menyebabkan banyaknya pori yang dapat dimasuki oleh molekul reaktan untuk membentuk reaksi transesterifikasi. Dalam [8], dinyatakan bahwa terjadi peningkatan yield produk seiring dengan peningkatan jumlah katalis heterogen yang ditambahkan dalam reaksi. Sebagai kontrol reaksi, dilakukan reaksi transesterifikasi menggunakan zeolite non aktifasi pada rasio katalis 12.5% (b/b) dan diperoleh ester konten sebesar 12,5231%. Walaupun dilakukan pada rasio katalis yang sama, tetapi pengaruh

metode aktivasi memegang peranan utama dalam pembentukan ester konten.

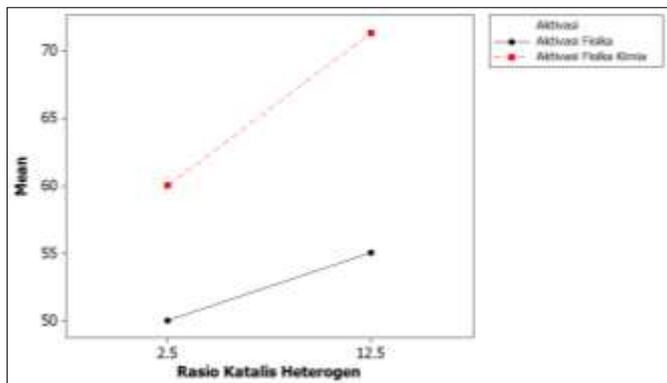


Gambar 6. Produk Metil Ester Saat Proses Purifikasi

Berdasarkan hasil analisa kromatografi gas diketahui bahwa perolehan ester konten tertinggi berada pada metode aktivasi fisika kimia sebesar 71,3231%, dengan pembentukan monogliserida (MG) 0,1078%, digliserida (DG) 1,2416% dan sisa trigliserida 32,0942%. Terdapat 1,2748% gliserol bebas, yang menunjukkan proses purifikasi yang belum sempurna karena menyisakan gliserol dalam produk.

**5. Analisis Varian (ANOVA)**

Berdasarkan grafik interaksi antara rasio katalis heterogen dan metode aktivasi menunjukkan linieritas. Seiring peningkatan rasio katalis zeolite yang digunakan, semakin meningkat pula ester konten yang peroleh.



Gambar 7. Plot Interaksi Antara Metode Aktivasi Dan Rasio Katalis Heterogen

Analisa statistik menunjukkan nilai R-sq (adj) sebesar 99,09% yang menunjukkan derajat linieritas dari persamaan statistika.

Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P	
Constant		59.417	0.1003	592.26	0.000	
Aktivasi	13.126	6.563	0.1003	65.42	0.000	
Rasio Katalis	8.720	4.360	0.1419	30.73	0.000	
Aktivasi*Rasio Katalis	3.198	1.599	0.1419	11.27	0.000	
S = 0.709377 R-Sq = 99.15% R-Sq(adj) = 99.09%						
Analysis of Variance for Ester Konten (coded units)						
Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Main Effects	2	2628.90	2628.90	1314.45	2612.11	0.000
2-Way Interactions	1	63.92	63.92	63.92	127.02	0.000
Residual Error	46	23.15	23.15	0.50		
Lack of Fit	6	23.15	23.15	3.86		
Pure Error	40	0.00	0.00	0.00		
Total	49	2715.97				

variabel T = 11, 27 dan P = 0,000. Karena P < 0,05 maka ditarik kesimpulan bahwa menerima H<sub>1</sub> menolak H<sub>0</sub>.

H<sub>1</sub> : Metode aktivasi memberikan pengaruh yang sama terhadap peningkatan ester konten pada metil ester berbasis minyak sawit merah

H<sub>1</sub> : Peningkatan rasio katalis zeolit memberikan pengaruh yang sama terhadap peningkatan ester konten pada metil ester berbasis minyak sawit merah

Sejalan dengan pemeriksaan interaksi 2 arah ANAVA yang menunjukkan nilai F = 127,02 dan P = 0,000 yang menunjukkan linieritas dari hasil penelitian yang diperoleh.

**IV. KESIMPULAN**

Metode aktivasi berpengaruh signifikan dalam perolehan ester konten produk metil ester. Aktivasi fisika kimia memberikan perolehan ester konten lebih tinggi dibandingkan metode aktivasi fisika sebesar 71,3231% . Berdasarkan analisa varian diketahui bahwa jenis metode aktivasi dan rasio katalis heterogen berpengaruh signifikan terhadap perolehan ester konten.

**REFERENSI**

- https://www.pasirsilika.com/2013/10/apa-itu-zeolit-alam- jual-pasir-zeolit.html
- Udyani, Kartika., Wulandari, Yustia. 2014. Aktivasi Zeolit Alam Untuk Peningkatan Kemampuan Sebagai Adsorben Pada Pemurnian Biodiesel. Seminar Nasional Sains dan Teknologi terapan II. Institut Teknologi Adhi Tama, Surabaya. ISBN : 978-602-98569-1-0
- Muttaqin, Afdhal., Murniati, Riri., Drajat, Syukri. 2011. Pengaruh Fisisorpsi Zeolit Alam Teraktivasi Pada Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah. Jurnal Ilmu Fisika Vol 3. No 1. ISSN 1979-4657
- Kurniasih, Eka. 2012. Produksi Biodiesel Dari Crude Palm Oil Melalui Reaksi Dua Tahap. Seminar Nasional Yusuf Bensch. Politeknik Negeri Lhokseumawe
- Iriawan, Nur., dan Astuti, Septin Puji. 2006. Mengolah Data Statistik Dengan Mudah Menggunakan Minitab 14. Halaman 258-278. Penerbit Andi. Yogyakarta
- Kasim, Rahmiyati., Setyaningsih, Dwi., Haerudin, Hery. 2011. Esterifikasi crude Palm Oil (CPO) Menggunakan Katalis Zeolit Alam Teraktivasi Asam Pada Proses Pembuatan Biodiesel Melalui Metode Dua Tahap (esterifikasi dan Transesterifikasi)
- Chai,Fang., Cao, Fenghua., Zhai, Fengying., Chen, Yang., Wang, Xiaohong., and Zhongmin Sua. Transesterification of Vegetable Oil to Biodiesel using a Heteropolyacid Solid Catalyst. Adv. Synth. Catal. 2007, 349, 1057 – 1065