

Sintesa Kalsium Gliseroksida dari Cangkang Telur dan Penggunaannya Sebagai Katalis pada Pembuatan Biodiesel

Sindy Oktava dan Horasdia Saragih

Laboratorium Sains Terapan,
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Advent Indonesia,
Jl. Kolonel Masturi No. 288 Bandung, Indonesia, 40559

Sindyoktava@gmail.com (corresponding author)

Abstrak

Kalsium gliseroksida telah disintesa dari cangkang telur dan telah digunakan sebagai katalis pada pembuatan biodiesel. Transesterifikasi minyak kelapa berbantuan katalis kalsium gliseroksida didasari oleh karena pengembangan biodiesel pada saat ini masih menggunakan katalis homogen seperti KOH. Katalis basa homogen memerlukan proses yang panjang dan biaya yang sangat besar, selain itu katalis homogen memiliki potensi untuk bereaksi kembali dengan biodiesel yang dihasilkan. Untuk menjawab permasalahan ini maka perlu untuk dicari solusi yang sederhana dan berbiaya murah. Kalsium gliseroksida merupakan katalis heterogen pengganti katalis homogen yang dapat digunakan sebagai solusi dari permasalahan di atas. Kalsium gliseroksida disintesa dari CaCO_3 dan gliserin. Tujuan penelitian ini adalah memanfaatkan cangkang telur sebagai bahan untuk membuat kalsium gliseroksida yang digunakan sebagai katalis heterogen dalam pembuatan biodiesel. Kalsium gliseroksida dari cangkang telur telah berhasil dilakukan dan telah diuji menggunakan analisis SEM (Scanning Electron Microscopy), EDX (Energy Dispersive X-ray Spektrometer), XRD (X-Ray Diffraction) dan FTIR (Fourier-Transform Infrared) merujuk pada hasil karakterisasi dan hasil uji aktivitas, katalis kalsium gliseroksida yang digunakan dalam proses transesterifikasi memiliki pengaruh yang signifikan, hal ini ditunjukkan pada hasil karakterisasi FTIR (Fourier-Transform Infrared) dimana hasil biodiesel memiliki puncak-puncak serapan yang berbeda dari minyak kelapa dan hasil karakterisasi GC (Gas Chromatografi/Mass Spektroskopi) menunjukkan bahwa senyawa metil ester yang terkandung di dalam biodiesel yang dihasilkan mencapai 93,41%.

Kata-kata kunci: Transesterifikasi, minyak kelapa, kalsium gliseroksida, cangkang telur

PENDAHULUAN

Biodiesel saat ini dikenal sebagai bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar fosil yang terus dikembangkan oleh karena persediaan bahan bakar fosil dunia semakin menipis dan diperkirakan akan habis dalam 40-50 tahun ke depan. Pengembangan biodiesel umumnya masih menggunakan katalis basa sehingga membutuhkan proses yang panjang dalam pemisahan biodiesel dengan katalis yang digunakan dan biaya yang sangat besar. Katalis basa (homogen) memiliki potensi bereaksi kembali dengan produk yang dihasilkan sehingga sulit dipisahkan dari hasil produk biodiesel [1]. Untuk mempersingkat dan menghemat biaya dalam proses produksi biodiesel maka perlu menggunakan katalis yang heterogen, selain berbiaya rendah katalis heterogen juga dapat digunakan berulang serta ramah lingkungan [2]. Kalsium gliseroksida telah dikembangkan sebagai katalis heterogen yang memiliki fase yang sangat aktif dalam proses transesterifikasi trigliserida dengan metanol untuk menghasilkan biodiesel [3]. Katalis kalsium gliseroksida yang akan dipakai dalam pembuatan biodiesel dari minyak kelapa ini akan memecah trigliserida yang ada pada minyak kelapa, dengan cara memutuskan rantai karbon yang terdapat pada minyak kelapa sehingga menjadi struktur FAME (*Fatty Acid Metil Ester*). Minyak kepala mengandung struktur trigliserida dan berbagai asam lemak [4]. Proses transesterifikasi pada trigliserida, terdiri dari beberapa tahap pertama diubah menjadi digliserida, tahap kedua diubah menjadi amogliserida dan yang terakhir diubah menjadi gliserin dengan cara menghilangkan alkil dalam setiap langkahnya [5]. Cara ini

diharapkan akan mengurangi biaya produksi dalam pembuatan biodiesel sehingga biodiesel dapat diproduksi secara masal dengan biaya yang murah. Biodiesel yang dihasilkan dapat diproduksi sendiri oleh masyarakat sebab bahan katalis yang digunakan mudah didapatkan dari lingkungan masyarakat, dengan demikian perekonomian masyarakat dapat terbantuan serta polusi udara yang disebabkan oleh bahan bakar fosil bisa dapat dikurangi.

EKSPERIMEN

Proses sintesa kalsium asetat dan kalsium gliseroksida

Proses sintesa kalsium gliseroksida diawali dari pemilihan cangkang telur ayam yang kemudian dicuci dan dikeringkan. Cangkang telur yang sudah kering kemudian hancur diblender sampai halus, setelah diperoleh cangkang telur yang sudah halus maka, asam asetat digunakan sebagai pereaksi untuk memperoleh kalsium asetat. Proses ini direaksikan di dalam labu elenmeyer sambil diaduk untuk memaksimalkan campuran bubuk cangkang telur dengan CH_3COOH untuk menghasilkan kalsium asetat. setelah diperoleh larutan dari proses reaksi diatas maka larutan dipanaskan di bawah sinar lampu pada suhu $70\text{-}120^\circ\text{C}$ untuk memperoleh bubuk kalsium asetat. Kalsium asetat yang sudah diperoleh dari proses pemanasan kemudian digerus menggunakan mortal sampai halus, hasil gerusan disaring menggunakan saringan ukuran 100 mesh (gambar 1) untuk menyeragamkan ukuran kalsium asetat.



Gambar 1. kalsium asetat

Kalsium asetat yang telah dihasilkan pada proses sebelumnya (gambar 1) digunakan untuk membuat kalsium gliseroksida (gambar 2). Kalsium asetat sebanyak 20 gram dicampur dengan gliserin, gliserin sebanyak 20 ml dituang ke dalam mortal setelah itu, kalsium asetat dituang sedikit demi sedikit dan diaduk sampai kalsium asetat bercampur dengan gliserin. Setelah bercampur dengan baik maka campuran dipindahkan kedalam gelas beker dan ditutup menggunakan plastik *wrap* untuk didiamkan selama 48 jam pada ruang tertutup. Selanjutnya dicuci menggunakan etanol dengan perbandingan etanol 4x lebih banyak jumlahnya dibandingkan gliserin. Etanol yang digunakan dibagi menjadi dua bagian, bagian yang pertama digunakan untuk mengencerkan campuran dimana campuran dimasukan kedalam mortal dan diaduk secara terus menerus sambil dituang etanol bagian pertama. Setelah campuran menjadi seperti bubur maka dipindahkan pada kertas saring untuk dicuci lagi menggunakan etanol bagian kedua dengan tujuan pencucian adalah untuk menghilangkan kalsium asetat yang terkandung dalam campuran dan menghilangkan kelebihan gliserin yang tidak bereaksi dengan kalsium asetat. Campuran bubur yang telah disaring didiamkan selama 24 jam sampai bubur campuran menjadi kering dan tidak ada lagi tetesan Etanol ke botol penampung. Selanjutnya dikeringkan di bawah sinar lampu untuk meperoleh kalsium gliseroksida seperti ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. Kalsium gliseroksida

Karakterisasi kalsium asetat dan karakterisasi kalsium gliseroksida

Karakterisasi kalsium asetat dan kalsium gliseroksida dilakukan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectrometer (SEM-EDX), dan Fourier-transform infrared (FTIR).

Transesterifikasi

Proses transesterifikasi biodiesel diawali dengan menyiapkan minyak kelapa, kalsium gliseroksida dan metanol, dengan perbandingan metanol dan minyak kelapa 12:1. Terlebih dahulu metanol dimasukkan ke dalam erlenmayer kemudian, kalsium gliseroksida dimasukan juga dalam labu erlenmayer yang berisikan metanol dan dipanaskan pada *hot plate* dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Setelah 10 menit maka minyak kelapa dimasukan kedalam larutan tersebut dan kembali dipanaskan sambil diaduk sampai biodiesel terbentuk. Biodiesel yang sudah terbentuk didinginkan kemudian disaring menggunakan kertas saring.

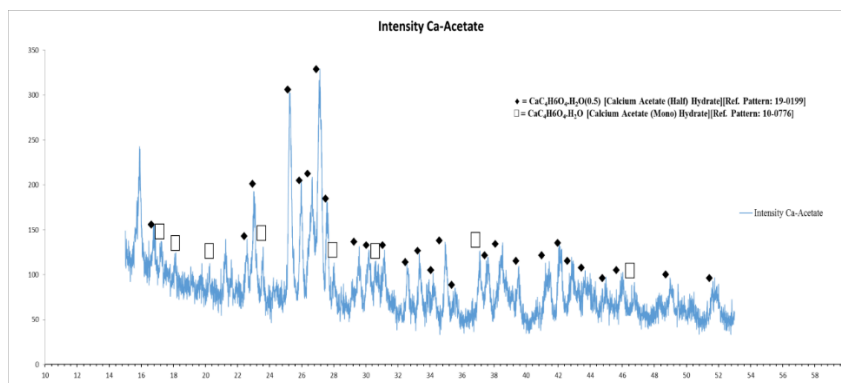
Karakterisasi biodiesel

Karakterisasi Biodiesel dilakukan menggunakan FTIR, GC – MS (Gas Chromatografi / Mass Spektroskopi).

HASIL DAN DISKUSI

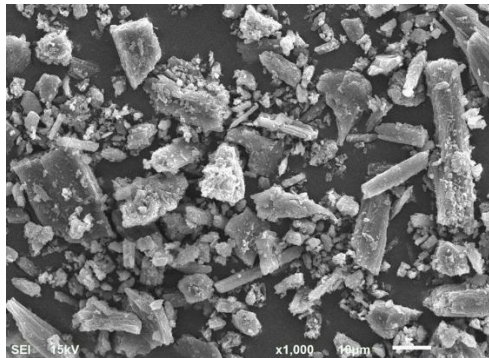
Karakterisasi kalsium asetat

Pada pengukuran kali ini digunakan instrument XRD (Rigaku Smart Lab) dengan kisaran sudut difraksi 15-55° dengan hasil yang diperoleh terlihat seperti gambar 3 dibawah.

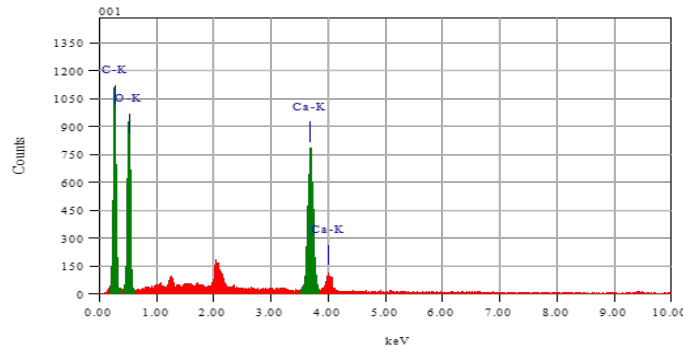


Gambar 3. Hasil karakterisasi kalsium asetat menggunakan XRD

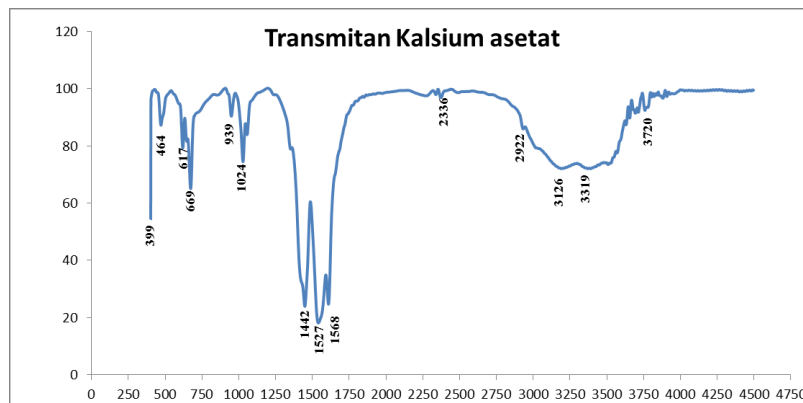
Berdasarkan hasil XRD menunjukkan bahwa, Pola difraksi dari kalsium asetat yang telah dihasilkan tergolong dalam kalsium asetat hidrat karena memiliki kesesuaian dengan pola difraksi kalsium asetat hidrat pada *Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) No.190199*.



Gambar 4. Hasil SEM kalsium asetat yang dianalisis dengan perbesaran X1000



Gambar 5. Hasil karakterisasi kalsium asetat menggunakan EDX.

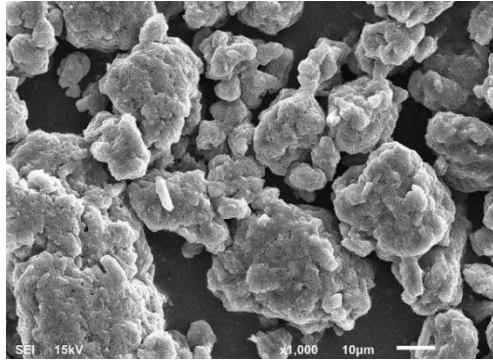


Gambar 6. Hasil karakterisasi FTIR kalsium asetat.

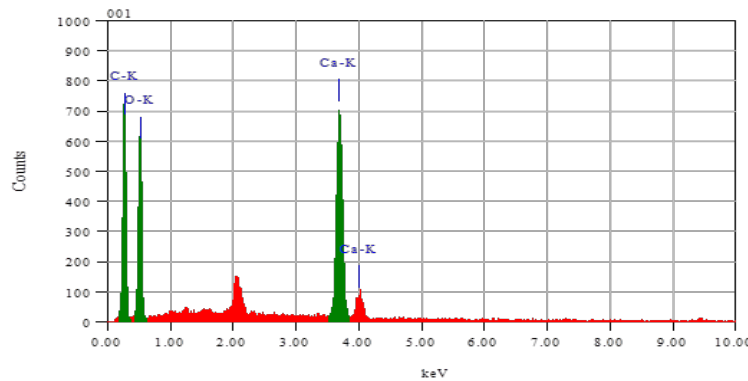
Dari hasil spektra ditemukan ikatan kalsium-asetat terdapat pada ikatan fungsional. Pada puncak 613 menandakan adanya ikatan O-CO, pada puncak 943 menandakan adanya ikatan C-C, pada puncak 1024 menandakan adanya ikatan CH₃, pada puncak 1442 menandakan adanya ikatan C-O, puncak 1529 menandakan adanya ikatan C-O, pada puncak 3348 menandakan adanya ikatan O-H. [6] melaporkan bahwa mereka telah mengkarakterisasi kalsium asetat hidrat menggunakan analisis FTIR, hasil yang di dapat adalah adanya ikatan fungsional. Pada puncak 616-687 menandakan adanya ikatan COC, pada puncak 946 menandakan adnyan ikatan C-C, pada puncak 1013-1413 menandakan adanya ikatan CH₃, pada puncak 1442-1658 menandakan adanya ikatan C-O, pada puncak 2927-3001 menandakan adanya ikatan CH₃. Pada puncak 3344-3385 menandakan adanya ikana O-H.

Karakterisasi kalsium gliseroksida

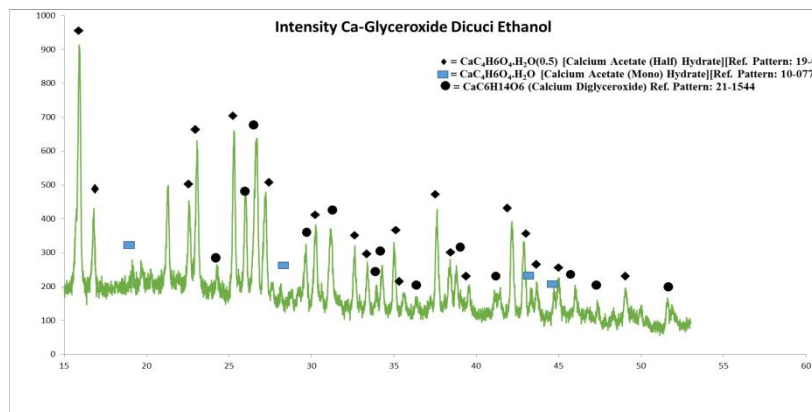
Hasil kalsium gliseroksida kemudian dikarakterisasi dan hasil yang diperoleh dari karakterisasi tersebut diperlihatkan pada gambar 7,8,9 dan 10.



Gambar 7. Hasil karakterisasi SEM Kalsium gliseroksida yang di perbesar X1000



Gambar 8. Hasil karakterisasi EDX kalsium Gliseroksida



Gambar 9. Hasil karakterisasi kalsium giseroksida menggunakan XRD

Dari puncak-puncak tersebut menunjukkan bahwa kalsium gliseroksida yang telah dihasilkan masih belum sempurna dikarenakan kalsium gliseroksida masih mengandung kalsium asetat (gambar 9). Kalsium gliseroksida yang terbentuk hanya di bagian permukaanya saja, seperti yang telah terlihat di hasil SEM kalsium gliseroksida (gambar 7).



Gambar 10. Hasil FTIR kalsium gliseroksida

Dari hasil FTIR kalsium gliseroksida pada gambar 10, menunjukkan adanya serapan serapan IR (*Infra Red*). Puncak pada bilangan gelombang 464, menandakan adanya ikatan O-C-O, puncak pada bilangan gelombang 669 menandakan adanya ikatan O-C-O, puncak pada bilangan gelombang 1029 menandakan adanya ikatan CH₃, puncak pada bilangan gelombang 1442 menandakan adanya ikatan C-H, puncak pada bilangan gelombang 1527 menandakan adanya ikatan C-O, puncak pada bilangan gelombang 1602 menandakan adanya ikatan C-O, puncak pada bilangan gelombang 2922 menandakan adanya ikatan C-H, puncak pada bilangan gelombang 3319 menandakan adanya ikatan C-H, puncak pada bilangan gelombang 3685 menandakan adanya ikatan C-O-H.

Biodiesel yang telah dihasilkan

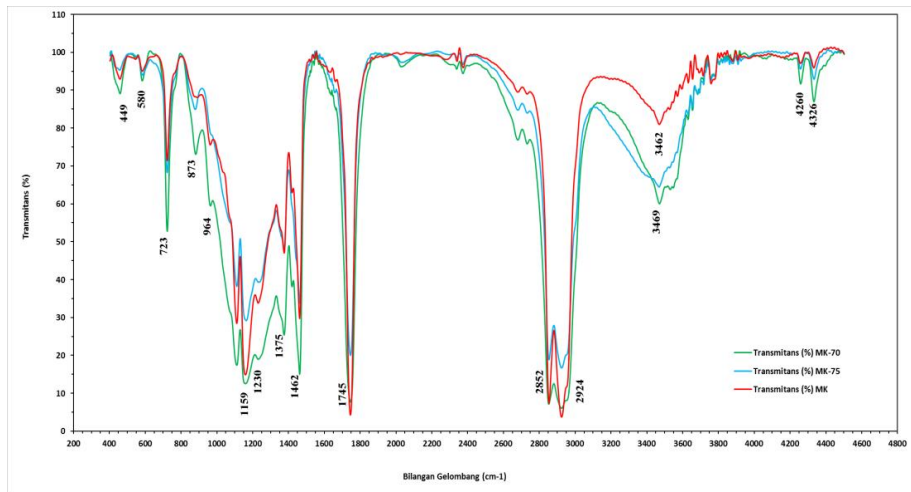
Terlebih dahulu etanol dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian kalsium gliseroksida dimasukkan juga dalam labu erlenmeyer yang berisikan etanol dan dipanaskan pada *hot plate* dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Setelah 10 menit maka minyak kelapa dimasukkan kedalam larutan tersebut dan kembali dipanaskan pada suhu 70°C sambil diaduk selama 7 jam. Biodiesel yang sudah terbentuk didinginkan kemudian disaring menggunakan kertas saring. Hasil biodiesel ditunjukkan pada gambar 11.



Gambar 11. Biodiesel yang dihasilkan

Karakterisasi Biodiesel Menggunakan Analisis FTIR

Karakterisasi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa minyak jarak dan biodiesel yang dihasilkan. Karakterisasi FTIR dilakukan pada bilangan gelombang 200-4500 cm⁻¹.



Gambar 12. Hasil spektra FTIR minyak kelapa dan produk metil ester

Uji analisis biodiesel menggunakan FTIR (gambar 12) untuk mengidentifikasi grup fungsional dan ikatan yang bervariasi yang di dapat dari sampel minyak dan biodiesel yang telah dihasilkan. Hasil transesterifikasi minyak kelapa terdapat ikatan-ikatan fungsional yaitu ikatan $-(CH_2)_n-$, $-HC=CH-(cis)$ terdapat pada puncak 723, ikatan $-HC=CH-(trans-)$ terdapat pada puncak 964, ikatan $-C-O$, $-CH_2-$ terdeteksi pada puncak 1230, ikatan $C-H$ (CH_3) terdeteksi di puncak 1375, ikatan $-C-H$ (CH_2 , CH_3) terdeteksi pada puncak 1462, ikatan $-C=O$ (ester) terdapat pada puncak 1745 (CH_2), pada puncak 2852 dan 2924 terdapat ikatan $-C-H$ (CH_2), ikatan $-C=O$ pada puncak 3469. Hal yang sama juga telah dilaporkan [5] bahwa mereka telah menganalisa biodiesel minyak biji canola menggunakan FTIR. Hasil analisis FAME yang dihasilkan memiliki beberapa karakteristik puncak yang terdapat di mid-IR di puncak 1198 cm^{-1} , 1363 cm^{-1} , dan 1436 cm^{-1} . Puncak yang terdapat di titik 1198 cm^{-1} menandakan adanya ikatan $O-CH_3$, puncak 1436 cm^{-1} adalah ikatan yang ditimbulkan karena adanya getaran dari ikatan $-CH_3$ asimetris. Puncak 1377 menandakan adanya ikatan $O-CH_2$ dan ketika absorbansi dari puncak tersebut menurun maka menandakan peningkatan formasi FAME.

Tabel 1. Hasil karakterisasi GC 70°C dari biodiesel

No	R.Time	Luas Area%	Nama Senyawa
1	1.524	0.54	Metil kaproit
2	1.955	7.50	Metil oktanoat
3	3.020	7.14	Metil kaprat
4	5.226	41.79	Metil laurat
5	8.670	18.00	Metil miristat
6	12.868	9.16	Metil Palmiat
7	16.529	0.88	Metil linoleat
8	16.657	5.80	Metil oktadekanat
9	17.214	2.60	Metil streatat

KESIMPULAN

Dari hasil transesterifikasi minyak kelapa yang dilakukan pada suhu 70°C diketahui bahwa konversi metil ester yang diperoleh mencapai 93,41% (tabel 1), hasil tersebut didapat dari penjumlahan luas area metil ester yang diperoleh dari hasil karakterisasi GC (*Gas chromatography-mass spectrometry*). Dengan ini maka permasalahan penggunaan katalis homogen dalam produksi biodiesel dapat teratasi karena kalsium gliseroksida dapat digunakan sebagai katalis heterogen pengganti katalis homogen untuk proses transesterifikasi.

REFERENSI

- I. Reyero, Arzamendi, G., Gand'ia, L.M. *Heterogeneization Of The Biodiesel Synthesis Catalysis: Cao and Novel Calcium Compounds as Transesterification Catalysts*. Chemical Engineering Research and Design Vol. 92, Hal. (1519-1530) 2013.

- M. Agarwal, Garima Chauhan, S.P. Chaurasia, Kailash Singh. *Study Of Catalytic Behavior Of KOH as Homogeneous and Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Production*. Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers Vol 43 Hal.(89–94) 2012.
- L. Leon-Reina, Cabeza A., Rins J., Maireles-Torres P., Alba-Rubio A.C., dan Granados M.L. *Structural and Surface Study of Calcium Diglyceroxide, and Activity Phase for Biodiesel Production Under Heterogeneous Catalysis*. Journal of Catalysis, Vol. 300, Hal. (30-36) 2013.
- A. Srivastava, Ram Prasad. *Triglycerides-Based Diesel Fuels*. Renewable Sustainable Energy Reviews Vol. 4, Hal. (11–133) 2000.
- T. Yuan, Emmanuel akochi-Koble, Dave Pinchuk, Frederik R. van de Voort. *FTIR On-line Monitoring of Biodiesel Transesterification*. International Journal of renewable Energy and Biofuels, Vol. 2014.
- A. Musumeci, Ray L. Frost, Eric R. Waclawik. *A spectroscopic study of the mineral pectate (calcium acetate)*. Spectrochimica Acta Part A. Vol. 67 Hal.(6649-661) 2006.