

Deskripsi

METODE PEMBUATAN KATALIS HETEROGEN BERBASIS TEMBAGA UNTUK PRODUKSI BIODIESEL

5 Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan katalis berbasis tembaga untuk membuat biodiesel, lebih khususnya biodiesel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi antara minyak kelapa sawit dan metanol. Invensi ini bertujuan untuk
10 membuat katalis yang dapat digunakan untuk meningkatkan yield produksi biodiesel sampai dengan 91% dan dapat digunakan berulang kali dengan cara aktivasi yang sederhana.

Latar Belakang Invensi

15 Bahan bakar alternatif terbarukan sangat dibutuhkan untuk mengurangi penggunaan bahan bakar fosil. Salah satu bahan bakar alternatif terbarukan yang telah digunakan secara komersial adalah biodiesel. Biodiesel dibuat dari minyak nabati atau lemak hewani dan alkohol (pada umumnya metanol) dengan katalis asam atau basa.

20 Katalis yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dapat berupa katalis homogen atau heterogen. Katalis homogen pembuatan biodiesel yang umum digunakan adalah basa (sodium hidroksida) dan asam (asam klorida). Katalis homogen dalam pembuatan biodiesel hanya bisa digunakan sekali saja. Katalis heterogen yang digunakan dalam pembuatan biodiesel lebih
25 diminati karena dapat digunakan berulang kali dan proses pemisahan yang mudah (US7989646B2). Katalis heterogen yang paling banyak digunakan dalam pembuatan biodiesel adalah berbasis kalsium dan magnesium.

Katalis heterogen untuk pembuatan biodiesel dibuat dengan formula $Z_xQ_yPO_nMH_2O$, dimana Z dapat dipilih dari potassium, sodium, dan lithium;
30 Q dapat dipilih dari calcium, magnesium dan barium; x dan y adalah angka perbandingan; dan M adalah bahan keramik (US 9770707 B2). Katalis heterogen lain dibuat dengan campuran dua atau lebih logam Ce, La, Ca, Nd, Pr, Er, Gd, dan Yb dengan penambahan CaO-CeO₂ atau CaO-La₂O₃ dengan proses sol-gel dan suhu aktivasi 750°C (WO 2010/104844 A2). Katalis
35 heterogen juga telah dibuat dengan mencampurkan Zn(NO₃)₂ dan M(NO₃)_x

menjadi suatu larutan yang kemudian di tambahkan dengan urea, dan kemudian dilakukan pengeringan dan aktivasi dengan proses kalsinasi (suhu tinggi) (US 8895764 B2). Namun, invensi yang telah disebut mempunyai beberapa kelemahan antara lain: penggunaan suhu tinggi untuk proses aktivasi katalis dan juga proses pembuatan biodiesel, dan belum ada klaim yang menunjukkan bahwa katalis tersebut dapat digunakan berulang kali.

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan katalis heterogen berbasis tembaga dalam bentuk *metal-organic framework* (MOF) untuk mempercepat reaksi pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit dan metanol pada suhu 60°C selama 4 jam. Yield biodiesel (FAME) yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi menggunakan katalis berbasis tembaga ini adalah 91%, dan katalis dapat digunakan lebih dari 5 kali dengan proses reaktivasi yang sederhana.

15 **Uraian Singkat Invensi**

Tujuan utama dari invensi ini adalah untuk membuat katalis heterogen berbentuk padatan yang dapat digunakan untuk mempercepat reaksi transesterifikasi dalam membuat biodiesel. Invensi yang diusulkan adalah metode pembuatan katalis heterogen berbasis tembaga dalam bentuk *metal-organic framework* (MOF). MOF dibuat dengan bahan dasar logam dari senyawa $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan ligan 1,3,5-*benzenetricarboxylic acid* (BTC) dengan metode *solvothermal* pada suhu ruang dan pengadukan. Pembentukan padatan MOF dilakukan didalam autoklaf 110°C selama 12-24jam. Setelah pembentukan MOF selesai dalam autoklaf, maka campuran didinginkan pada suhu ruang, kemudian padatan MOF dipisahkan dan dicuci dengan larutan etanol. Padatan MOF kering digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol pada suhu 60°C selama 4 jam dengan pengadukan. Yield biodiesel (FAME) yang didapatkan sampai dengan 91%.

Uraian Singkat Gambar

Gambar 1. menjelaskan diagram alir pembuatan katalis heterogen berbasis Tembaga.

Gambar 2. menjelaskan diagram alir pembuatan biodiesel menggunakan katalis heterogen berbasis Tembaga.

Uraian Lengkap Invensi

5 Katalis heterogen dibuat dalam bentuk MOF dimana logam yang digunakan adalah tembaga. MOF dibuat dengan bahan dasar logam dari senyawa $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam aquadest menjadi larutan dengan konsentrasi 0,2-0,3% massa. Ligan 1,3,5-benzenetricarboxylic acid (BTC) yang dilarutkan dalam aquadest dan etanol dengan perbandingan yang sama, dimana konsentrasi BTC dalam larutan adalah 10 1,5-2% massa. Larutan logam dan ligan dicampurkan dan pembuatan MOF ini dilakukan dengan metode *solvothermal* pada suhu ruang dan diaduk selama 45-70min. Campuran MOF kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf dan dipanaskan dengan menggunakan oven pada suhu 15 110°C selama 12-24jam. Setelah pembentukan MOF selesai dalam autoklaf, maka campuran didinginkan pada suhu ruang, kemudian padatan MOF dipisahkan dengan sentrifugasi. Selanjutnya, padatan MOF dicuci menggunakan aquadest dan etanol dengan perbandingan yang sama sebanyak 3-6 kali pencucian dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 20 100°C selama 12-24jam.

Hasil padatan MOF dianalisa karakteristiknya menggunakan X-ray Powder Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM), Brunauer-Emmett-Teller (BET), Thermal Gravimetric Analysis (TGA) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). XRD 25 menghasilkan *baseline* yang datar menunjukkan bahwa Cu-BTC memiliki struktur kristal yang dominan dan hanya memiliki sedikit struktur amorf. Hasil analisa SEM menunjukkan bahwa Cu-BTC yang disintesis memiliki bentuk seperti batang dengan panjang berkisar 10 μm . Hasil ini mendukung hasil analisa XRD. Luas permukaan Brunauer-Emmett-Teller (BET) dihitung pada tekanan relatif dari 0,05 hingga 0,30 30 dan diperoleh hasil yaitu 1.000-1.100 m^2/g . Volume pori total ditentukan pada tekanan relatif tertinggi yang memberikan nilai 1,6-1,8 cm^3/g . Hasil ini menunjukkan bahwa Cu-BTC MOF memiliki struktur mikro-/meso-/makropori. Hasil analisa TGA menunjukkan

bahwa Cu-BTC MOF memiliki stabilitas termal yang tinggi hingga suhu 300°C. Gugus fungsional dari Cu-BTC juga dikonfirmasi oleh analisis FTIR, yaitu terdapat gugus C-H aromatik, C-H alkana, C=O, C=C aromatik, C-O, C-H aromatik, dan Cu(II)-O.

5 Padatan MOF digunakan sebagai katalis dalam reaksi transestrifikasi minyak kelapa sawit dan metanol. Minyak kelapa sawit dan metanol dicampurkan dengan perbandingan massa 1:4 sampai dengan 1:8, kemudian ditambahkan padatan MOF sebanyak 0,04-0,1% massa dari massa campuran. Campuran ini dipanaskan pada suhu
10 60°C selama 4 jam dengan pengadukan. Setelah reaksi transesterifikasi selesai, campuran ditambahkan n-heksana dengan jumlah yang sama dengan campuran untuk memisahkan biodiesel dari gliserin. Padatan MOF (katalis) dipisahkan dari campuran dengan proses sentrifugasi dan filtrasi. Biodiesel dan gliserin
15 dipisahkan menggunakan corong pisah dengan waktu pemisahan 15-30min dan pencucian gliserin dengan n-heksana sebanyak 2 kali dan hasilnya digabungkan dengan biodiesel yang didapatkan pertama. Biodiesel yang dihasilkan dipisahkan dari n-heksana dengan penguapan menggunakan evaporator pada suhu 60°C sampai dengan
20 semua n-heksana terpisahkan. Biodiesel (FAME) ditimbang dan ditentukan yieldnya, dimana yield yang didapatkan sampai dengan 91%.

 Katalis padatan MOF yang telah dipisahkan dicuci dengan n-heksana sebanyak 2-4 kali dan kemudian dikeringkan dalam oven pada
25 suhu 80-100°C dan kemudian dapat digunakan kembali minimal 5 kali tanpa mengurangi yield biodiesel yang dihasilkan.

Klaim

1. Suatu metode pembuatan katalis heterogen berbasis tembaga dalam bentuk *metal-organic framework* (MOF), yang dimaksud dalam invensi ini, untuk katalis pembuatan biodiesel meliputi langkah-langkah berikut:
 - a. membuat larutan logam dari CuSO_4 dengan konsentrasi 0,2-0,3% massa;
 - b. membuat larutan ligan dari 1,3,5-*benzenetricarboxylic acid* (BTC) dalam etanol-air dengan perbandingan 1:1 dengan konsentrasi 1,5-2%;
 - c. larutan logam dan ligan dicampurkan dan diaduk selama 45-70min;
 - d. memindahkan campuran ke dalam autoklaf dan dipanaskan pada suhu 110°C selama 12-24jam sehingga terbentuk padatan MOF;
 - e. mendinginkan campuran pada suhu ruang dan padatan MOF dipisahkan dengan cara sentrifugasi dan filtrasi;
 - f. mencuci padatan MOF dengan larutan etanol konsentrasi 50% massa sebanyak 3-6 kali;
 - g. mengeringkan padatan MOF dalam oven dengan suhu 100°C selama 12-24jam sehingga padatan MOF siap digunakan sebagai katalis;
- yang dicirikan dari metode ini adalah padatan MOF sebagai katalis heterogen pembuatan biodiesel dengan karakteristik struktur kristal yang dominan, bentuk batang, luas permukaan BET 1.000-1.100 m^2/g dan volume pori total 1,6-1,8 cm^3/g , dan stabilitas termal sampai dengan 300°C ; dan menghasilkan yield biodiesel sampai dengan 91% dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol (dengan perbandingan 1:4 sampai dengan 1:8) dan konsentrasi katalis 0,04-0,1% pada suhu 60°C selama 4 jam; serta dapat digunakan sebagai katalis sampai dengan 5 kali.

Abstrak

**METODE PEMBUATAN KATALIS HETEROGEN BERBASIS TEMBAGA UNTUK
PRODUKSI BIODIESEL**

5

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan katalis heterogen berbasis tembaga untuk membuat biodiesel, lebih khususnya biodiesel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi antara minyak kelapa sawit dan metanol. Metode pembuatan katalis heterogen berbasis tembaga dalam bentuk *metal-organic framework* (MOF) dengan bahan dasar logam dari senyawa $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan ligan *1,3,5-benzenetricarboxylic acid* (BTC). Padatan MOF yang dihasilkan digunakan sebagai katalis heterogen pembuatan biodiesel dengan karakteristik struktur kristal yang dominan, bentuk batang, luas permukaan BET 1.000-1.100 m^2/g dan volume pori total 1,6-1,8 cm^3/g , dan stabilitas termal sampai dengan 300°C ; dan menghasilkan yield biodiesel sampai dengan 91% dari reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dan metanol (dengan perbandingan 1:4 sampai dengan 1:8) dan konsentrasi katalis 0,04-0,1% pada suhu 60°C selama 4 jam; serta dapat digunakan sebagai katalis sampai dengan 5 kali.

10

15

20

Abstract**METHOD OF MAKING COPPER BASED HETEROGEN CATALYST FOR BIODIESEL
PRODUCTION**

5

This invention is related to the method of making copper-based heterogeneous catalysts for biodiesel production, more specifically biodiesel produced from the transesterification reaction between palm oil and methanol. The method of making copper-based heterogeneous catalysts in the form of a metal-organic framework (MOF) with a metal base material from $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ compounds and 1,3,5-benzenetricarboxylic acid (BTC) as ligands. The resulting MOF solid is used as a heterogeneous catalyst for biodiesel production, which dominant crystal structure characteristics were rod shape, BET surface area of 1,000-1,100 m^2/g and total pore volume of 1.6-1.8 cm^3/g , and thermal stability up to 300°C; and the yield of biodiesel was up to 91% from the transesterification reaction of palm oil and methanol (in a ratio of 1: 4 to 1: 8) and the catalyst concentration of 0.04-0.1% at 60°C for 4 hours; and can be used as a catalyst up to 5 times.

10

15

20