

Esterifikasi dan Adisi Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* sp.) secara Simultan dengan fotokatalis CuO/TiO₂ = Esterification and Addition of Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* sp.) Oil Simultaneously over CuO/TiO₂ Photocatalyst

Athiek Sri Redjeki, author

Deskripsi Lengkap: <https://lib.ui.ac.id/detail?id=20525847&lokasi=lokal>

Abstrak

Metil ester asam lemak (Fatty Acid Methyl Ester = FAME) merupakan senyawa utama penyusun biodiesel dan bahan baku untuk surfaktan metil ester sulfonate (MES). Minyak kemiri sunan yang mempunyai kandungan minyak tinggi dalam setiap bijinya berpotensi menjadi bahan baku untuk produksi FAME. Kandungan asam lemak bebas (free fatty acid/FFA) dan asam lemak tak jenuh gandanya (asam $\hat{I}\pm$ -eleostearat, C18: 3) yang tinggi dapat diminimalisir dengan esterifikasi dan reaksi adisi. Penelitian ini bertujuan menyintesis dan mengarakterisasi fotokatalis CuO/TiO₂ untuk menurunkan kadar FFA dan jumlah asam lemak tak jenuh ganda (C18:3) dari minyak kemiri sunan dengan esterifikasi dan adisi secara simultan, mendapatkan kondisi operasi reaksi dan mendapatkan mekanisme reaksi prediksinya. Katalis CuO/TiO₂ disintesis dengan cara impregnasi serbuk TiO₂ P25 dengan larutan tembaga nitrat (Cu(NO₃)₂ · 2H₂O) sebagai prekursor Cu dan dilanjutkan dengan kalsinasi. Hasil karakterisasi dengan (FESEM), Mapping, Energy Dispersive X-Ray (EDX), X-Ray Diffraction (XRD), Transmission electron microscopy (TEM) dan High resolution transmission electron microscopy (HRTEM) menunjukkan bahwa oksida tembaga (CuO) terdispersi dengan baik pada permukaan TiO₂. Hasil X-Ray Photoelectron spectroscopy (XPS) menunjukkan bahwa Cu berada dalam bentuk senyawa CuO (Cu²⁺) sedangkan Ti dalam keadaan Ti⁴⁺ (TiO₂). Hasil karakterisasi ultra violet-vis diffuse reflectance spectroscopy (UV DRS) menunjukkan energi band gap dari semua sampel CuO/ TiO₂ lebih kecil daripada TiO₂ P25. Reaksi yang dilakukan dalam fotoreaktor di bawah paparan sinar UV ini mendorong terjadinya esterifikasi dan adisi FFA secara bersamaan. Penurunan FFA optimum pada kondisi kadar CuO/ TiO₂ 4%, waktu reaksi 4 jam, rasio molar minyak terhadap metanol 1:30, jumlah katalis 5% (b/b). Konversi FFA sekitar 59% dan kandungan akhir FFA masih lebih besar dari 2,5%. Hasil karakterisasi gas chromatography mass spectroscopy (GCMS) menunjukkan bahwa reaksi adisi asam $\hat{I}\pm$ -Eleostearat pada kondisi ini diperoleh konversi 100%. Meskipun kemampuan fotokatalis dalam penurunan FFA relatif rendah, namun penurunan ikatan rangkap asam $\hat{I}\pm$ -Eleostearat (C18:3) sangat tinggi. Pengurangan ikatan rangkap ini merupakan sesuatu positif mengingat jumlah asam $\pm$ -Eleostearat dalam minyak kemiri sunan yang mencapai 41,8%. Dengan adanya reaksi adisi yang berlangsung bersama dengan esterifikasi akan meningkatkan potensi minyak kemiri sunan sebagai bahan baku untuk FAME. Dalam disertasi ini, juga diusulkan mekanisme reaksi esterifikasi dan adisi secara bersamaan.

.....Fatty acid methyl ester (FAME) is the main compound of biodiesel and raw material of methyl ester sulfonate (MES) surfactant. Kemiri sunan oil which has high oil content in its seed has high potential to be synthesized into FAME. The high content of free fatty acid (FFA) and poly-unsaturated fatty acid ($\hat{I}\pm$ -Eleostearic acid; C18:3) can be reduced by converting its FFA content through esterification and reducing its unsaturation number with an addition. The objectives of this research are to synthesize and characterized CuO/TiO₂ photocatalyst for reducing the free fatty acid (FFA) and poly-unsaturated fatty acid

content simultaneously, to study the operation condition of reaction and to study the reaction mechanism prediction. The CuO/TiO₂ catalyst was synthesized by the impregnation of TiO₂ P25 powder with copper nitrate solution as a precursor and followed by calcination. The Field emission scanning electron microscopy (FESEM), Mapping, Energy Dispersive X-Ray (EDX), X-Ray Diffraction (XRD), Transmission electron microscopy (TEM) and High resolution transmission electron microscopy (HRTEM) results showed that Copper oxide was highly dispersed on the TiO₂ surface. The X-Ray photoelectron spectroscopy (XPS) result showed that Cu is in the state of CuO (Cu²⁺) while Ti is in Ti⁴ (TiO₂). The ultra violet-vis diffuse reflectance spectroscopy (UV-DRS) results shows that the energy band gap of CuO/TiO₂ samples were lower than TiO₂ P25. It was found that reaction in the presence of CuO/TiO₂ in a photoreactor under UV irradiation can perform esterification and addition reaction of the FFA, simultaneously. The optimum reduction of the FFA was under condition of 4% loading CuO/TiO₂, 4 hours reaction time, 30:1 (mole/mole) methanol to oil ratio, 5% (w/w) catalyst amount. The conversion of FFA was at around 59% and the final FFA content still more than 2.5%. The gas chromatogram mass spectroscopy (GCMS) results showed that the addition reaction of $\hat{I}\pm$ -Eleostearic acid simultaneously occurred at 100% conversion. Although the photocatalyst performance in FFA reduction was relatively low, but double bond reduction of $\hat{I}\pm$ -Eleostearic acid (C18:3) was very high. The reduction of multiple double bond is considered as positive point due to the amount of $\hat{I}\pm$ -Eleostearic acid is very high (about 41,8%). The addition occurred with esterification simultaneously will increase the potency of kemiri sunan oil as a FAME raw material. The simultaneous esterification and addition reactions mechanism has been proposed.