

**PENGARUH PERBANDINGAN MINYAK DAN METANOL
PADA REAKSI TRANSESTERIFIKASI TERHADAP KUALITAS
BIODIESEL DARI MINYAK KEMIRI SUNAN (*Reutealis trisperma*
(Blanco) Airy Shaw) MENGGUNAKAN KATALIS CaO DAN
IRRADIASI GELOMBANG MIKRO**

SKRIPSI

**Disusun untuk melengkapi syarat-syarat
guna memperoleh gelar Sarjana Sains**



Oleh:

FITRIA NURUL KHAIRUNNISA

3325110291

PROGRAM STUDI KIMIA

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI JAKARTA

2015

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH PERBANDINGAN MINYAK DAN METANOL PADA
REAKSI TRANSESTERIFIKASI TERHADAP KUALITAS BODIESEL
DARI MINYAK KEMIRI SUNAN (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy
Shaw) MENGGUNAKAN KATALIS CaO DAN IRRADIASI GELOMBANG
MIKRO

Nama : Fitria Nurul Khairunnisa
Noreg : 3325110291

| | Nama | Tanda Tangan | Tanggal |
|------------------------|---|---|------------|
| Penanggung Jawab | | | |
| Dekan | : <u>Prof. Dr. Suyono, M.Si</u> NIP. 19671218 199303 1 005 |  | 07/08/2015 |
| Wakil Penanggung Jawab | | | |
| Pembantu Dekan I | : <u>Dr. Muktiningsih N., M.Si</u> NIP. 19640511 198903 2 001 |  | 06/08/2015 |
| Ketua | : <u>Dr. Yusmaniar, M.Si</u> NIP. 19620626 199602 2 001 |  | 03/08/2015 |
| Sekretaris | : <u>Dr. Fera Kurniadewi, M.Si</u> NIP. 19761231 200112 2 002 |  | 05/08/2015 |
| Anggota | | | |
| Pembimbing I | : <u>Dra. Zulmanelis Darwis, M.Si</u> NIP. 19560501 198803 2 001 |  | 03/08/2015 |
| Pembimbing II | : <u>Drs. Zulhipri, M.Si</u> NIP. 19580703 198903 1 001 |  | 04/08/2015 |
| Penguji | : <u>Arif Rahman, M.Sc</u> NIP. 19790216 200501 1 003 |  | 05/08/2015 |

Dinyatakan lulus ujian skripsi pada tanggal 29 Juli 2015



بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Kuhaturkan rasa syukurku kepada ALLAH SWT yang telah memberikan kesehatan dan kelancaran hingga hari ini. Shalawat serta salam kepada nabi Muhammad SAW, semoga kita semua mendapatkan syafaatnya di akhir zaman.

Skripsi ini ku persembahkan untuk orang-orang yang berperan dalam hidupku :

Keluarga. Untuk kedua orang tuaku, Mama dan Bapak yang usaha dalam doanya selalu lebih besar demi keberhasilan anak-anaknya, yang telah membesarkan dan mendidikku hingga saat ini. Terima kasih telah menjadi motivasi terbesar bagiku untuk selalu melakukan yang terbaik dan terima kasih karena selalu menyebutkan namaku disetiap doa, semoga ALLAH selalu melimpahkan kesehatan dan keberkahan untuk Mama dan Bapak. Terima kasih juga untuk Mas Eko dan Thoriq yang selalu memberikan semangat dan doanya meski kadang tak terucap.

Ibu Zulmanelis dan bapak Zulhipri, yang selalu sabar dalam membimbing dan memberi arahan kepada saya sehingga skripsi ini dapat diselesaikan tepat waktu. Terima kasih untuk waktu dan ilmu yang telah diberikan.

Ibu Yusmaniar, ketua program studi kimia yang telah banyak berjuang untuk para mahasiswa dan mahasiswi sehingga dapat lulus tepat waktu. Terima kasih untuk semangat yang selalu ibu tanamkan dalam diri kami.

Bapak Arif Rahman, yang telah memberikan pemahaman, masukan dan saran yang sangat berguna bagi saya. Terima kasih banyak atas beberapa jam yang sangat bermanfaat, semoga dengan ini saya dapat menjadi pribadi yang jauh lebih baik





Dea dan Cica, teman seperjuangan yang sejak awal bersusah payah dan berkeluh kesah bersama. "Menentukan hilal dengan penuh keresahan, dan akhirnya saat ini hilal itu terlewati dengan baik". Terima kasih selalu bisa membangkitkan semangat aku.

Sahabat-sahabat terbaik. Dea, Kokom, Eka, Risa, Meri, Riri, Debie, Erlin, Dini, Noni, Satrio dan Bang Mamat yang selalu bersedia meluangkan waktunya untuk mendengarkan keluh kesahku selama ini, mereka yang selalu menjadi pemulih semangat dan senyumku. Terima kasih telah menjadi sahabat terbaik aku, sudah mau menerima segala kekurangan aku, selalu punya waktu untuk berbagi tangis dan tawa bersama dan selalu menjadi pengingat saat aku melakukan kesalahan.

Para staff akademik, yang membantu dalam pembuatan surat-surat dan perolehan tanda tangan para dosen dan dekan. Khususon untuk Mas Darma yang telah dengan sabar membantu dan mengayomi mahasiswa kimia yang selalu sibuk berdatangan ke jurusan.

Teman-teman kimur, yang selama kurang lebih 4 tahun ini telah menjadi teman, saudara, dan keluarga yang kompak dan hangat dalam setiap kegiatan. Yang selalu punya semangat bagi teman lainnya meskipun kadang juga sedang dalam keresahan, yang selalu mendengarkan keluh kesah meskipun kadang juga sedang bermasalah, yang selalu punya cerita untuk mencairkan suasana dan selalu ada tawa dalam setiap harinya.

Dan semua pihak yang turut membantu yang tidak dapat disebutkan satu persatu, semoga ALLAH membalas kebaikan kalian dengan keberkahan-Nya.

"bila hatimu dipenuhi iman, apapun bisa menjadi nasehat bagi dirimu.

Tapi bila hatimu kosong dari keimanan,

apapun bentuk nasehat tidak ada artinya bagimu "



ABSTRAK

FITRIA NURUL KHAIRUNNISA. Pengaruh Perbandingan Minyak dan Metanol pada Reaksi Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) Menggunakan Katalis CaO dan Irradiasi Gelombang Mikro. Skripsi. Jakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Jakarta. 2015.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum dari variasi perbandingan minyak dan metanol pada reaksi transesterifikasi biodiesel berbahan dasar minyak kemiri sunan dengan metode pemanasan iradiasi gelombang mikro. Variasi dilakukan pada perbandingan minyak dan metanol 1:1; 1:2; 1:3; 1:4; dan 1:5 (w/w). Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kondisi optimum pada perbandingan minyak dan metanol 1:4 (w/w), yang menghasilkan nilai densitas dan viskositas yang paling rendah yaitu $911,69 \text{ kg/m}^3$ dan 36,8 cSt. Berdasarkan uji GC-MS pada biodiesel yang diperoleh, diketahui terdapat 5 macam metil ester yang terkandung dalam biodiesel tersebut yaitu metil palmitat, metil 11-oktadekanoat, metil stearat, metil α -eleostearat, dan metil linolenat.

Kata kunci: *Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw, transesterifikasi, biodiesel, katalis CaO, gelombang mikro.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “Pengaruh Perbandingan Minyak dan Metanol pada Reaksi Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) Menggunakan Katalis CaO dan Irradiasi Gelombang Mikro”. Skripsi ini disusun untuk melengkapi syarat-syarat guna memperoleh gelar Sarjana Sains.

Terselesainya skripsi ini tidak terlepas dari dukungan semua pihak, untuk itu penulis ingin menyampaikan rasa terima kasihnya yang pertama kepada Ibu Dra. Zulmanelis Darwis, M.Si. dan Bapak Drs. Zulhipri, M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah banyak meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan dan pengarahan kepada penulis sehingga penulis dapat menyusun skripsi ini. Selain itu penulis juga menyampaikan rasa terima kasihnya kepada :

1. Bapak Herman Natarmana selaku Kepala Pondok Pesantren Sunan Drajat yang membantu dalam penyediaan bahan dasar kemiri sunan dan memberikan banyak ilmu mengenai proses pembuatan biodiesel.
2. Bapak Jaswanto selaku operator GC-MS di Pusat Laboratorium Forensik Mabes POLRI yang telah membantu dalam analisa sampel dan memberikan ilmunya mengenai penggunaan *software* serta analisa data GC-MS.
3. Ibu Misnawati, Ibu Adnum, Ibu Dwi, Ibu Ima, Mba Rina dan Mas Edith yang banyak membantu selama penelitian di laboratorium.
4. Ibu Dr. Fera Kurniadewi, M.Si. selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan motivasi dan masukan untuk menyelesaikan masa studi.

5. Ibu Dr. Yusmaniar, M.Si. selaku ketua program studi kimia dan dosen pengampu mata kuliah skripsi.
6. Bapak Drs. Sukro Muhab, M.Si. selaku ketua jurusan kimia FMIPA UNJ.
7. Richard Anugrah Tigor yang telah memberikan ide-ide dalam proses penelitian.
8. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu yang telah memberikan bantuan kepada penulis.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan sumbangan ilmiah yang sebesar-besarnya bagi penulis dan pembaca.

Jakarta, Juli 2015

Penulis

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|---|-------------|
| ABSTRAK | i |
| KATA PENGANTAR | ii |
| DAFTAR ISI | iv |
| DAFTAR GAMBAR | vi |
| DAFTAR TABEL | vii |
| DAFTAR LAMPIRAN | viii |
| | |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| A. Latar Belakang | 1 |
| B. Identifikasi Masalah..... | 5 |
| C. Pembatasan Masalah..... | 6 |
| D. Rumusan Masalah | 6 |
| E. Tujuan Penelitian | 6 |
| F. Manfaat Penelitian..... | 7 |
| | |
| BAB II KAJIAN PUSTAKA | 8 |
| A. Klasifikasi Kemiri Sunan | 8 |
| B. Komposisi Buah dan Biji Kemiri Sunan..... | 9 |
| C. Karakteristik Minyak Kemiri Sunan | 11 |
| D. Biodiesel | 12 |
| E. Reaksi Transesterifikasi | 14 |
| F. Katalis dalam Reaksi Transesterifikasi | 19 |
| G. Gelombang Mikro | 22 |
| | |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | 26 |
| A. Tujuan Operasional Penelitian | 26 |
| B. Tempat dan Waktu Penelitian | 26 |
| C. Metode Penelitian..... | 26 |
| D. Desain Penelitian | 26 |

| | Halaman |
|---|-----------|
| E. Alat dan Bahan..... | 27 |
| F. Prosedur Penelitian | 28 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 36 |
| A. Pengambilan (ekstraksi) Minyak Kemiri Sunan..... | 36 |
| B. Reaksi Esterifikasi Minyak Kemiri Sunan..... | 39 |
| C. Reaksi Transesterifikasi dengan Variasi Perbandingan Minyak dan Metanol | 40 |
| D. Uji Sifat Fisik dan Sifat Kimia Produk Metil Ester | 41 |
| E. Karakterisasi Metil Ester dengan GC-MS | 49 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN..... | 52 |
| A. Kesimpulan | 52 |
| B. Saran | 52 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | 54 |
| LAMPIRAN | 57 |

DAFTAR GAMBAR

| | Halaman |
|---|---------|
| Gambar 1. (A) Buah Kemiri Sunan, (B) Biji dalam buah dan (c) Biji..... | 9 |
| Gambar 2. Struktur asam α -eleostearat..... | 10 |
| Gambar 3. Reaksi umum transesterifikasi | 15 |
| Gambar 4. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis asam | 16 |
| Gambar 5. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis basa | 17 |
| Gambar 6. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO | 22 |
| Gambar 7. Spektrum gelombang elektromagnetik | 23 |
| Gambar 8. Gambar reaksi hidrolisis pada metil ester dan trigliserida..... | 47 |
| Gambar 9. Kromatogram hasil GC-MS produk transesterifikasi..... | 50 |

DAFTAR TABEL

| | Halaman |
|--|---------|
| Tabel 1. Komposisi kernel kemiri sunan | 10 |
| Tabel 2. Perbandingan rendemen dan karakter minyak..... | 11 |
| Tabel 3. Asam lemak penyusun kemiri sunan..... | 12 |
| Tabel 4. Beberapa karakteristik standar dan mutu biodiesel | 13 |
| Tabel 5. Perbandingan penggunaan katalis homogen dan heterogen | 20 |
| Tabel 6. Karakterisasi awal minyak kemiri sunan..... | 36 |
| Tabel 7. Karakteristik minyak hasil <i>degumming</i> | 38 |
| Tabel 8. Hasil uji densitas | 42 |
| Tabel 9. Hasil uji viskositas..... | 44 |
| Tabel 10. Hasil uji angka asam..... | 46 |
| Tabel 11. Rangkuman data hasil karakterisasi | 48 |
| Tabel 12. Hasil analisa GC-MS dari produk transesterifikasi | 51 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | Halaman |
|---|---------|
| Lampiran 1. Bagan Alir Ekstraksi Minyak Kemiri Sunan..... | 57 |
| Lampiran 2. Bagan Alir Pembuatan Biodiesel | 58 |
| Lampiran 3. Data Hasil Uji Densitas Biodiesel | 59 |
| Lampiran 4. Data Hasil Uji Viskositas Biodiesel | 61 |
| Lampiran 5. Data Hasil Uji Angka Asam | 64 |
| Lampiran 6. Data Spektrum MS Produk Transesterifikasi..... | 66 |
| Lampiran 7. Data Hasil Uji GC-MS Produk Biodiesel Kemiri Sunan..... | 71 |

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Meningkatnya penggunaan kendaraan bermotor dan berkembangnya industri di Indonesia saat ini mengakibatkan peningkatan kebutuhan bahan bakar. Selama ini bahan bakar yang banyak digunakan adalah bahan bakar fosil yang jumlahnya sedikit dan tidak ramah lingkungan. Ketersediaan bahan bakar fosil ini sangat terbatas dan jumlahnya semakin menipis seiring dengan kebutuhan masyarakat yang semakin meningkat. Salah satu bahan bakar fosil yang digunakan adalah solar. Penggunaan solar selain sebagai bahan bakar untuk kendaraan bermotor seperti bus, truk, kereta api dan traktor, solar juga digunakan untuk mesin industri, kapal laut, dan lokomotif. Oleh karena itu, solar memiliki peranan penting dalam kehidupan. Permasalahan ini mendorong para peneliti mencari bahan bakar alternatif yang ramah lingkungan, ekonomis dan bersifat terbarukan, karena bahan bakar dari fosil juga memberi pengaruh buruk terhadap perubahan iklim yaitu pemanasan global.

Bahan bakar alternatif pengganti solar adalah biodiesel. Biodiesel adalah bahan bakar alternatif untuk mesin diesel yang berasal dari minyak nabati sehingga ramah lingkungan dan bersifat terbarukan. Biodiesel merupakan bahan bakar diesel alternatif yang dapat diproduksi dari minyak tumbuhan, lemak hewan dan minyak bekas pakai (minyak

jelantah) (Chopade *et al.*, 2011). Sebagian besar biodiesel masih diproduksi dari minyak nabati yang merupakan bahan pangan seperti minyak kelapa dan minyak kelapa sawit. Penggunaan bahan dasar tersebut menimbulkan kekhawatiran karena dapat menyebabkan persaingan dengan komoditas pangan. Oleh karena itu, mulai dikembangkan biodiesel dengan bahan dasar nonpangan (*non-edible*) antara lain jarak pagar (*Jatropha curcas*) dan minyak nyamplung (*Callophylum inophyllum*) (Aunillah dan Pranowo, 2012). Selain itu saat ini ditemukan tanaman baru yaitu kemiri sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) yang berpotensi untuk dijadikan bahan dasar produksi biodiesel.

Kemiri sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) merupakan tanaman yang berasal dari Philipina, dan dikembangkan di Indonesia khususnya di daerah seperti Jawa Barat dan Jawa Timur. Kelebihan dari tanaman ini adalah umur hidupnya yang cukup panjang. Selain itu tumbuhan ini juga dapat hidup diberbagai kondisi lahan seperti lahan-lahan kritis sehingga tumbuhan ini juga memiliki manfaat sebagai tumbuhan konservasi lahan. Biji kemiri sunan bersifat toksik (beracun), sehingga pemanfaatannya kurang maksimum dan menjadi sangat potensial untuk dijadikan bahan dasar biodiesel (Holilah, *et al.*, 2013). Sama seperti tumbuhan lainnya seperti jarak pagar dan nyamplung, kemiri sunan juga memiliki kandungan minyak yaitu sebesar 50-52 %. Namun di sisi lain, kemiri sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) juga

memiliki bilangan asam yang cukup tinggi yaitu sebesar 18,16 mg KOH/g (Herman dan Pranowo, 2011). Angka asam yang tinggi berarti banyaknya kandungan asam lemak bebas (*free fatty acid*) yang terkandung dalam minyak tersebut. Tingginya asam lemak bebas (FFA) dapat menyebabkan proses penyabunan dalam proses transesterifikasi. Untuk memecahkan masalah tersebut perlu adanya perlakuan awal untuk membentuk ester, sehingga kandungan asam lemak bebas dapat berkurang atau dengan kata lain akan menurunkan angka asam.

Pada dasarnya, minyak nabati tidak dapat digunakan langsung sebagai pengganti minyak diesel karena memiliki viskositas yang tinggi yang dapat menyebabkan proses pembakaran tidak sempurna sehingga daya atomisasi menjadi rendah. Untuk menurunkan viskositas tersebut, dapat dilakukan dengan metode transesterifikasi. Transesterifikasi merupakan konversi trigliserida menjadi metil ester dengan menggunakan alkohol seperti metanol atau etanol, dan adanya katalis. Katalis yang digunakan bisa homogen atau heterogen baik bersifat asam maupun basa.

Ada beberapa faktor yang mempengaruhi proses transesterifikasi seperti perbandingan minyak dan metanol, jenis katalis dan waktu pemanasan. Menurut teori, perbandingan minyak dan metanol yang tinggi dapat meningkatkan produksi biodiesel. Namun, kelebihan metanol yang terlalu besar juga akan memperkecil produksi karena menghambat kesetimbangan reaksi dan mempersulit proses pemisahan produk

(Tippayawong dan Sittisun, 2012). Pada penelitian yang dilakukan Patil et.al (2012), dari variasi perbandingan metanol : minyak yaitu 6:1, 9:1, 12:1, 15:1, diperoleh hasil biodiesel paling maksimum pada perbandingan 12:1, dimana pada perbandingan 15:1 hasil biodiesel justru menurun. Oleh karena itu, untuk memperoleh hasil yang maksimum, perlu ditentukan suatu titik dimana dari faktor tersebut akan menghasilkan produk yang tinggi.

Dalam reaksi transesterifikasi dibutuhkan katalis untuk membantu proses konversi trigliserida menjadi metil ester dengan menyediakan inisiator dalam reaksi transesterifikasi. Katalis yang digunakan dalam reaksi ini dapat berupa katalis homogen atau heterogen baik asam maupun basa. Penggunaan katalis homogen baik asam maupun basa memiliki beberapa kekurangan diantaranya proses pemisahan yang sulit antara gliserol, hasil transesterifikasi berupa biodiesel, dan katalis itu sendiri. Selain itu katalis homogen tidak dapat digunakan kembali dan memerlukan perlakuan khusus untuk agar tidak mencemari lingkungan. Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan katalis heterogen basa agar mempermudah proses pemisahan produk dengan gliserol dan katalis tersebut, serta proses reaksi yang berlangsung satu arah (*Irreversible*) sehingga lebih cepat. Katalis heterogen basa yang digunakan adalah katalis CaO (kalsium oksida).

Pada proses transesterifikasi, dibutuhkan pemanasan untuk mempercepat proses reaksi. Penelitian yang berkembang di Indonesia

mengenai proses produksi biodiesel dari minyak kemiri sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) sebagian besar masih menggunakan pemanasan secara konvensional. Dimana proses pemanasan konvensional ini memerlukan waktu yang cukup lama sehingga energi yang dibutuhkan menjadi besar. Hal tersebut disebabkan karena proses pemanasan berlangsung secara konveksi. Hantaran panas yang diberikan tidak dapat menyebar secara merata dalam waktu yang cepat. Oleh karena itu, peneliti mencoba menggunakan metode pemanasan dengan irradiasi gelombang mikro. Pemanasan dengan menggunakan gelombang mikro berlangsung dari segala arah sehingga proses panas cepat merata. Irradiasi gelombang mikro menyebabkan pemanasan menjadi lebih cepat karena interaksi energi dengan sampel sampai ke tingkat molekular (Shakinaz *et al.*, 2010).

Pada penelitian ini, akan dilakukan pembuatan dan karakterisasi biodiesel dari minyak kemiri sunan yang dilakukan melalui proses pretreatment dan dilanjutkan dengan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa CaO dengan irradiasi gelombang mikro.

B. Identifikasi Masalah

Dari uraian diatas maka dapat dilihat beberapa masalah dalam proses produksi biodiesel, antara lain :

- Apakah penggunaan katalis basa heterogen dapat mempengaruhi kualitas biodiesel yang dihasilkan?

- Bagaimana pengaruh perbandingan metanol dan minyak terhadap kualitas biodiesel yang dihasilkan?
- Bagaimana pengaruh konsentrasi katalis terhadap rendemen biodiesel yang dihasilkan?
- Bagaimana pengaruh waktu irradiasi terhadap rendemen dan kualitas biodiesel dari minyak kemiri sunan yang dihasilkan?
- Bagaimana prinsip kerja gelombang mikro dalam proses transesterifikasi?
- Bagaimana pengaruh pemanasan *microwave* terhadap kualitas biodiesel yang dihasilkan?

C. Pembatasan Masalah

Masalah dalam penelitian ini dibatasi hanya pada “pengaruh perbandingan minyak dan metanol terhadap karakteristik biodiesel dari minyak kemiri sunan dengan katalis CaO menggunakan irradiasi gelombang mikro”.

D. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan di atas, maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah “Bagaimana pengaruh perbandingan minyak dan metanol terhadap karakteristik berdasarkan sifat fisik dan sifat kimia dari biodiesel yang diperoleh?”

E. Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh perbandingan minyak dan metanol pada pembuatan biodiesel dari minyak kemiri sunan

(*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) dengan menggunakan irradiasi gelombang mikro.

F. Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian yang dilakukan, diharapkan dapat memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu kimia. Selain itu juga dapat menambah pengetahuan masyarakat tentang energi alternatif pengganti solar dan menjadi informasi serta pengenalan mengenai pembuatan biodiesel dengan bahan dasar dan metode yang baru.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA

A. Klasifikasi Kemiri Sunan

Kemiri sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw), dikenal juga dengan nama kemiri cina, hal ini karena pada awalnya, tanaman ini dikembangkan secara besar-besaran dalam area perkebunan di daerah Karawaci dan Cilongok (Tangerang) sebagai tanaman penghasil minyak yang dimanfaatkan untuk pengawet kayu pada perahu oleh pedagang yang berasal dari Cina. Nama lain dari tanaman ini adalah kemiri racun, mansung leuweung, jarak bandung, jarak kebo, atau kaliki banten (Pranowo *et al.*, 2014).

Devisio : Spermatophyta

Subdivisio : Gymnospermae

Classis : Dicotyledoneae

Ordo : Euphorbiales

Familia : Euphorbiaceae

Genus : *Reutealis*

Spesies : *Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw

(Kementerian Pertanian, 2011)

Kemiri sunan tumbuh berupa pohon yang besar, tingginya dapat mencapai lebih dari 10 meter, tipe akar dari tanaman ini berupa akar tunggang yang diikuti dengan tumbuhnya akar lateral saat tumbuhan

membesar. Tumbuhan ini memiliki kanopi yang rimbun dan lebar, dan diameter batang yang dapat mencapai lebih dari 40 cm. Ciri khas dari tanaman ini yaitu pada setiap tunas bercabang tiga secara simetris.

Daun dari tumbuhan kemiri sunan memiliki bentuk menjantung (*cordata*), tulang daun menyirip dengan tekstur daun lembut. Daun yang masih muda berwarna merah kecoklatan sedangkan yang sudah tua berwarna hijau. Tumbuhan kemiri sunan memiliki jenis bunga hermaphrodit, atau terdapat bunga jantan dan betina pada satu pohon. Biasanya tumbuhan ini berbunga saat mencapai umur 3 tahun.

B. Komposisi Buah dan Biji Kemiri Sunan

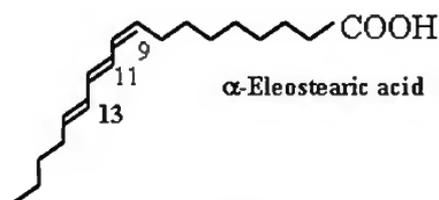
Buah berbentuk bulat, memiliki 3 ruang yang berisi biji pada tiap ruangnya. Warna kulit buah yang masih muda berwarna hijau, sedangkan buah yang sudah matang berwarna hijau kecoklatan. Setelah matang, kulit buah menjadi lunak dan mudah terlepas dari biji (Pranowo *et al.*, 2014). Buah kemiri sunan terdiri dari tiga bagian, yaitu kulit buah, kulit biji (biji) dan kernel.



Gambar 1. (A) Buah Kemiri Sunan, (B) Biji dalam buah dan (c) Biji

Biji kemiri sunan berbentuk bulat, memiliki tempurung berwarna coklat kehitaman yang tidak terlalu keras. Di dalam biji terdapat daging biji

atau bisa dikenal dengan kernel berwarna putih. Kernel atau daging biji kemiri sunan memiliki bentuk dan warna yang hampir sama dengan kemiri pada umumnya. Kernel inilah yang mengandung minyak kasar cukup tinggi (> 50%) (Pranowo *et al.*, 2014). Daging biji ini mengandung asam α -eleostearat yang bersifat racun, sehingga tidak dapat dikonsumsi langsung oleh manusia ataupun hewan (Kementerian Pertanian, 2011).



Gambar 2. Struktur asam α -eleostearat

Kernel kemiri sunan yang sudah matang memiliki kandungan air yang masih tinggi. Kandungan air yang tinggi dapat menyebabkan terjadinya reaksi hidrolisis yang dapat merubah trigliserida dari minyak kemiri sunan menjadi asam lemak bebas dan gliserol. Oleh karena itu, sebelum digunakan sebagai bahan dasar biodiesel, kernel kemiri sunan harus dikeringkan terlebih dahulu. Berikut adalah komposisi kernel kemiri sunan.

Tabel 1. Komposisi kernel kemiri sunan (Pranowo *et al.*, 2014)

| Analisa | Nilai rata-rata |
|-----------------------------------|-----------------|
| Kadar Air (% wb) | 10,23 |
| Kadar Minyak (% db) | 51,34 |
| Kadar Serat (% db) | 7,29 |
| Kadar Protein (% db) | 17,06 |
| Kadar Abu (% db) | 3,30 |
| Kadar Karbohidrat (by difference) | 10,78 |

C. Karakteristik Minyak Kemiri Sunan

Minyak kemiri sunan yang akan digunakan dalam penelitian harus dikarakterisasi terlebih dahulu untuk mengetahui analisis minyak secara kuantitatif (rendemen) maupun secara kualitatif (angka asam, bilangan iod dan bilangan penyabunan). Berdasarkan hasil pengukuran dari dua varietas kemiri sunan yang telah ditetapkan oleh Kementerian Pertanian yaitu kemiri sunan 1 dan kemiri sunan 2, maka diperoleh karakterisasi minyak seperti pada tabel 2.

Tabel 2. Perbandingan rendemen dan karakter minyak pada 2 varietas kemiri sunan

| Variabel | Satuan | Kemiri Sunan 1 | Kemiri Sunan 2 |
|---------------------|--------------------------|----------------|----------------|
| Rendemen minyak | % | 38,10-42,00 | 47,21-56,00 |
| Bilangan asam | mg KOH/g minyak | 4,6-7,79 | 2,40-6,30 |
| Bilangan penyabunan | mg KOH/g minyak | 181,97-192,5 | 177,87-202,51 |
| Bilangan Iod | % | 127,8-129,09 | 111,45-120,31 |
| Viskositas | Mm ² /s (cSt) | 110,17-114,11 | 101,23-112,61 |
| Densitas | g/l | 0,939-0,941 | 0,935-0,939 |

(Syafaruddin dan Wahyudi, 2012)

Selain rendemen, bilangan asam juga merupakan salah satu parameter yang terpenting dalam proses pembuatan biodiesel, karena bilangan asam yang tinggi dapat menyebabkan penyabunan saat proses transesterifikasi dengan adanya katalis basa. Berikut ditampilkan kandungan asam lemak dalam minyak kemiri sunan pada tabel 3.

Tabel 3. Asam lemak penyusun kemiri sunan

| Asam Lemak | Rumus Struktur | Jenis Asam Lemak | Konsentrasi ^a |
|-----------------------------|-------------------|------------------|--------------------------|
| Asam palmitat | $C_{16}H_{32}O_2$ | Jenuh | 10% |
| Asam stearate | $C_{18}H_{36}O_2$ | Jenuh | 9% |
| Asam oleat | $C_{18}H_{34}O_2$ | Tak jenuh | 12% |
| Asam linoleat | $C_{18}H_{32}O_2$ | Tak jenuh | 19% |
| Asam α -eleostreatat | $C_{18}H_{30}O_2$ | Tak jenuh | 51% |
| Asam behenat | $C_{22}H_{44}O_2$ | Jenuh | - |
| Asam palmitoleat | $C_{16}H_{30}O_2$ | Tak jenuh | - |
| Asam linolenat | $C_{18}H_{30}O_2$ | Tak jenuh | - |
| Asam miristat | $C_{14}H_{28}O_2$ | Jenuh | - |

(^aAguilar dan Oyen, 2002)

D. Biodiesel

Biodiesel adalah bahan bakar alternatif yang diproduksi melalui proses transesterifikasi dengan bahan dasar minyak nabati maupun hewani yang memiliki sifat fisik dan kimia yang mirip dengan bahan bakar diesel (Chopade *et al*, 2011). Biodiesel dianggap lebih menguntungkan dibandingkan dengan minyak bumi (minyak diesel) karena emisi karbon monoksida yang rendah, mengurangi emisi CO_2 ke atmosfer (Shakinaz *et al*, 2010), memiliki titik nyala yang tinggi, konsentrasi sulfur rendah, dan memiliki angka setan yang lebih tinggi (Chopade *et al.*, 2011).

Secara umum, biodiesel diproduksi melalui proses transesterifikasi, yaitu reaksi trigliserida dengan alkohol menggunakan alkali, asam atau enzim sebagai katalis untuk membentuk ester dan gliserol. Alkohol yang paling sering digunakan adalah metanol dan etanol (Tippayawong dan

Sittisun, 2012). Reaksi menggunakan metanol akan menghasilkan metil ester (sering disebut *Fatty Acid Methyl Ester (FAME)*), sedangkan dengan etanol akan menghasilkan etil ester (sering disebut *Fatty Acid Ethyl Ester (FAEE)*) (Chopade *et al.*, 2011).

Biodiesel yang dihasilkan dari proses transesterifikasi dianalisis untuk mengetahui kualitas biodiesel tersebut telah memenuhi standar mutu yang ditetapkan. Standar mutu yang dimiliki tiap negara berbeda untuk setiap biodiesel yang dihasilkan, hal ini dikarenakan perbedaan jenis mesin yang digunakan, peraturan emisi dan standar bahan bakar yang digunakan di tiap negara. Berikut ditampilkan standar mutu biodiesel di Indonesia menurut SNI.

Tabel 4. Beberapa karakteristik standar dan mutu biodiesel sebagai bahan bakar alternatif berdasarkan keputusan direktur jenderal minyak dan gas bumi menurut SNI 04-7182-2006

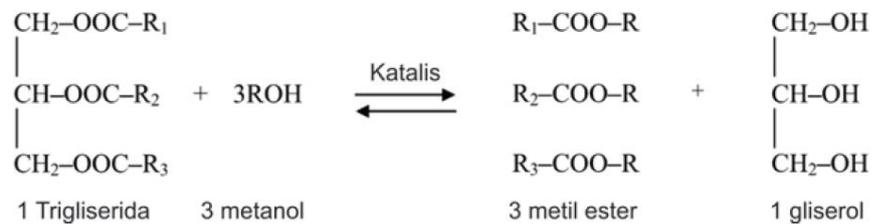
| No. | Karakteristik | Satuan | Nilai | Metode Uji |
|-----|--------------------------------|--------------------|-----------|--------------------------------|
| 1 | Massa jenis pada 40°C | kg/m ³ | 850-890 | ASTM D 1298 |
| 2 | Viskositas kinematik pada 40°C | mm ² /s | 2,3-6,0 | ASTM D 445 |
| 3 | Angka setana | | Min. 51 | ASTM D 613 |
| 4 | Titik nyala (mangkok tertutup) | °C | Min. 100 | ASTM D 93 |
| 5 | Titik kabut | °C | Maks. 18 | ASTM D 2500 |
| 6 | Angka asam | Mg KOH/g | Maks. 0,8 | AOCS Cd. 3d-63 atau ASTM D 664 |
| 7 | Angka iodium | %-massa | Maks. 115 | AOCS Cd. 1-25 |

E. Reaksi Transesterifikasi

Pada dasarnya, minyak nabati tidak dapat digunakan langsung sebagai pengganti minyak diesel karena memiliki viskositas yang tinggi dan volatilitas yang rendah yang dapat mempengaruhi daya atomisasi, menyebabkan proses pembakaran tidak sempurna, dan deposit karbon yang parah. Untuk menurunkan viskositas tersebut, ada beberapa metode yang dikenal yaitu pencampuran dengan solar, pirolisis, emulsifikasi dan transesterifikasi. Namun, metode pirolisis dan emulsifikasi menyebabkan endapan karbon, pembakaran tidak sempurna, meningkatkan viskositas pelumas minyak, dan menghasilkan produk samping yang tidak diinginkan seperti alkana, alkena, alkadiena, senyawa aromatik dan asam karboksilat.

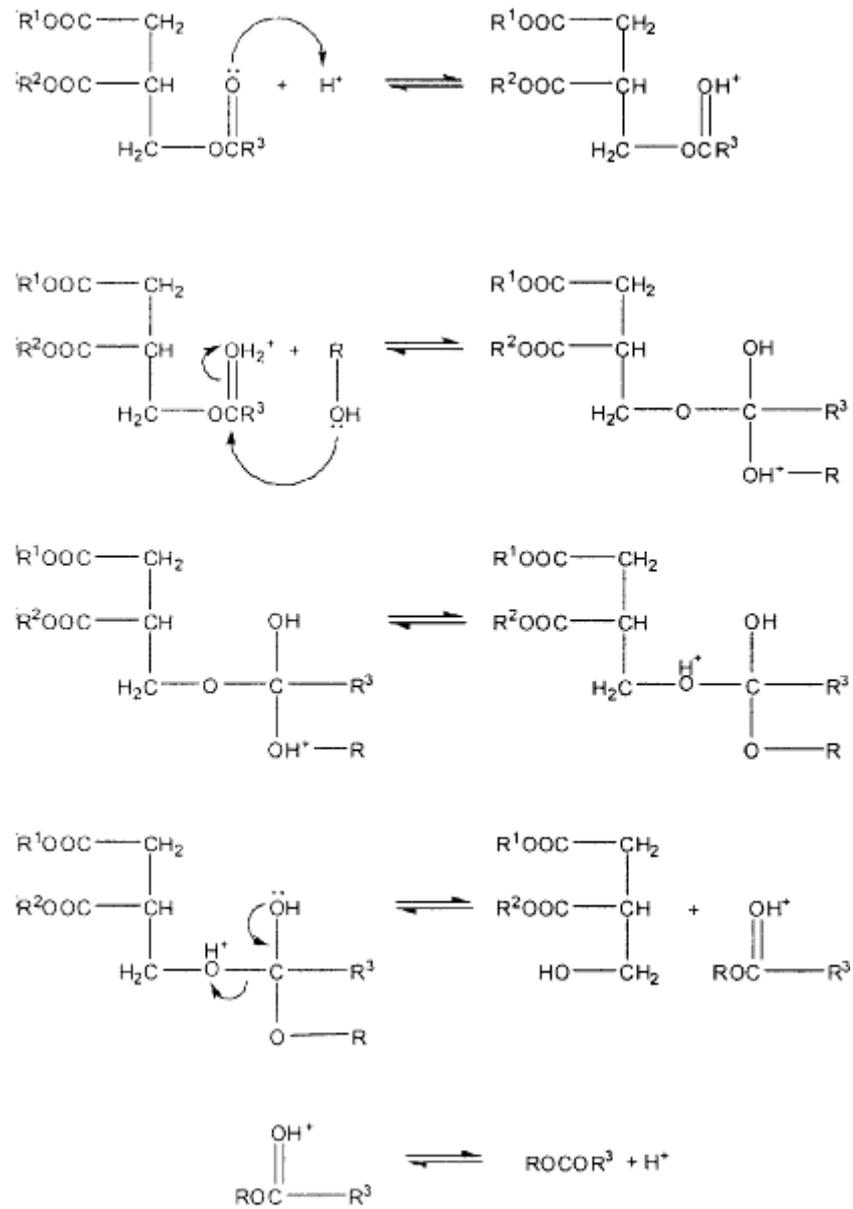
Dengan demikian cara yang paling umum untuk dapat menurunkan viskositas minyak nabati adalah dengan transesterifikasi. Transesterifikasi adalah suatu reaksi kimia pada lemak atau minyak dan alkohol dengan bantuan katalis untuk menghasilkan ester dan gliserol. Proses ini merupakan reaksi kesetimbangan, sehingga untuk mendorong reaksi bergerak ke kanan perlu digunakan alkohol dalam jumlah berlebih. Proses transesterifikasi pada dasarnya bertujuan untuk mengubah [tri, di, mono] gliserida pada minyak nabati atau hewani menjadi asam lemak metil ester (*Fatty Acid Methyl Ester*), atau yang biasa kita kenal dengan biodiesel. Proses ini akan menghasilkan metil ester dan gliserol. Gliserol yang

dihasilkan merupakan hasil dari penyabunan, dan akan dipisahkan diakhir proses.

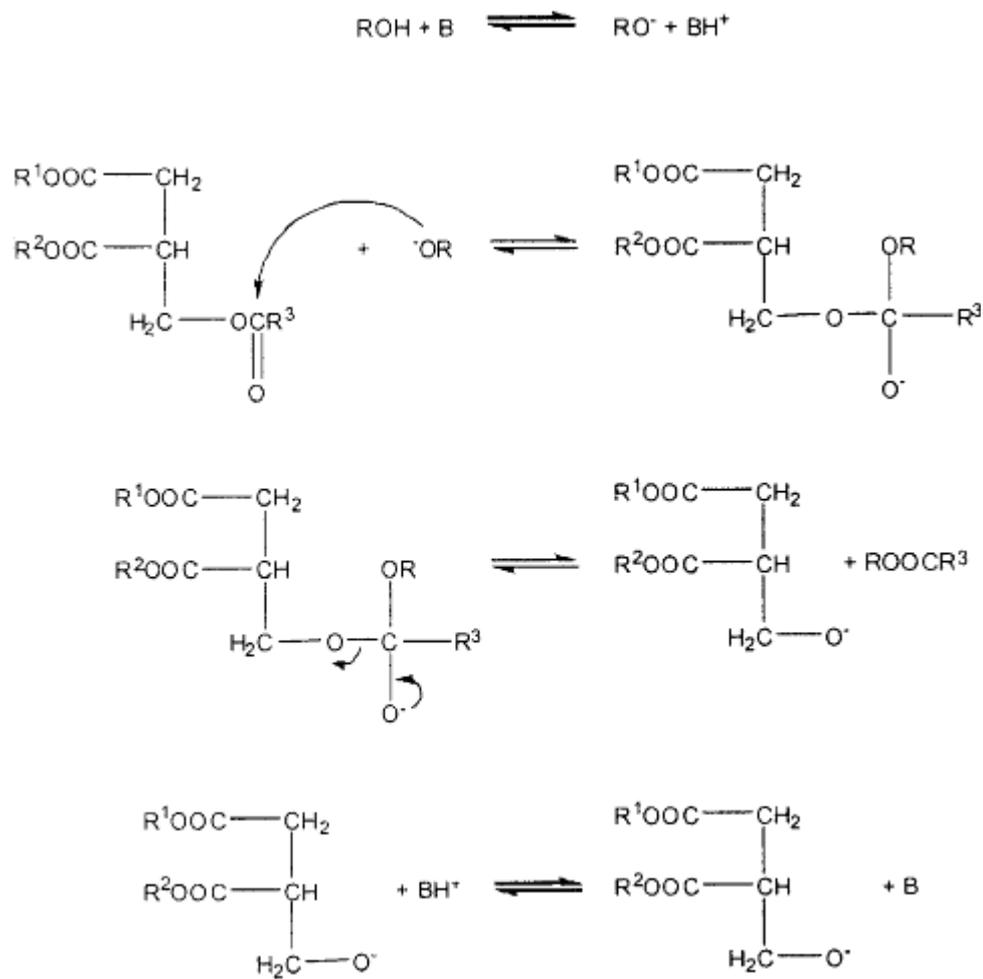


Gambar 3. Reaksi umum transesterifikasi (Pranowo *et al.*, 2014)

Pada reaksi transesterifikasi, satu molekul trigliserida yang terdiri dari tiga kelompok asam lemak yang terikat oleh gliserol akan bereaksi dengan tiga molekul alkohol (metanol) untuk menghasilkan tiga molekul ester yang terdiri dari tiap asam lemak dan satu molekul gliserol. Reaksi transesterifikasi dari minyak nabati dan metanol dapat dilakukan dengan menggunakan katalis homogen atau heterogen baik asam maupun basa. Reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis asam berlangsung secara *reversible* (bolak-balik), sehingga penggunaan katalis ini dirasa kurang efektif. Berbeda dengan katalis asam, reaksi transesterifikasi dengan katalis basa berlangsung secara *irreversible* (tidak bolak-balik), sehingga penggunaannya jauh lebih efektif. Mekanisme reaksi dari transesterifikasi trigliserida dengan katalis asam dan basa ditampilkan dalam gambar 4 dan gambar 5.



Gambar 4. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis asam (Sivasamy *et al.*, 2009)



Gambar 5. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis basa (Sivasamy *et al.*, 2009)

Ada beberapa faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi.

- Kandungan air

Minyak nabati yang digunakan sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel harus bebas dari air, karena air akan bereaksi hidrolisis dengan ester.

- **Kandungan asam lemak bebas**
Minyak nabati yang digunakan harus memiliki angka asam lemak bebas kurang dari satu (kurang dari 1,0 mg KOH/g minyak).
- **Perbandingan molar alkohol dengan minyak nabati**
Secara stoikiometri, reaksi transesterifikasi membutuhkan 3 mol alkohol dan 1 mol trigliserida untuk menghasilkan 3 mol metil ester dan 1 mol gliserol. Akan tetapi pada praktiknya, jumlah mol alkohol biasanya dibuat berlebih agar memungkinkan terjadinya reaksi lebih sempurna.
- **Katalis**
Katalis berfungsi untuk mempercepat laju reaksi dengan menurunkan energi aktivasi sehingga reaksi dapat terjadi pada suhu kamar. Tanpa katalis, reaksi transesterifikasi baru akan berjalan pada suhu 250°C.
- **Suhu**
Suhu mempengaruhi kecepatan reaksi transesterifikasi dalam pembentukan biodiesel. Kenaikan temperatur akan meningkatkan kecepatan suatu reaksi kimia. Semakin tinggi temperatur, maka tumbukan yang terjadi antar molekul akan semakin sering. Ini yang menyebabkan semakin banyak energi yang dapat digunakan oleh molekul reaktan untuk mencapai keadaan teraktivasi sehingga kecepatan reaksi dapat meningkat. Proses transesterifikasi biasanya menggunakan suhu sebesar 50°- 60°C untuk menghindari menguapnya metanol yang memiliki titik didih 65°C.

- Lama reaksi

Kecepatan reaksi akan meningkat sejalan dengan waktu reaksi. Semakin lama waktu reaksi, maka semakin banyak produk yang dihasilkan karena situasi ini akan memberikan kesempatan kepada molekul-molekul reaktan untuk semakin lama bertumbukan satu sama lain. Namun, setelah kesetimbangan tercapai, tambahan waktu reaksi tidak mempengaruhi reaksi.

- Pengadukan

Pengadukan akan menambah frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga mempercepat reaksi dan reaksi terjadi secara sempurna. Pengadukan yang tepat akan mengurangi hambatan antar massa. Untuk reaksi heterogen, hal ini akan menyebabkan lebih banyak reaktan mencapai tahap reaksi.

F. Katalis dalam Reaksi Transesterifikasi

Katalis adalah suatu zat yang dapat mempercepat laju reaksi kimia dan diperoleh kembali di akhir reaksi. Reaksi transesterifikasi dalam proses pembuatan biodiesel dapat dikatalisis dengan menggunakan katalis homogen maupun heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan fasa reaktannya, sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan fasa reaktannya. Pada dasarnya kedua katalis ini memiliki kelebihan dan kekurangan pada reaksi transesterifikasi. Berikut ditampilkan tabel

perbandingan penggunaan katalis heterogen dan homogen (Chopade *et al*, 2011).

Tabel 5. Perbandingan penggunaan katalis homogen dan heterogen

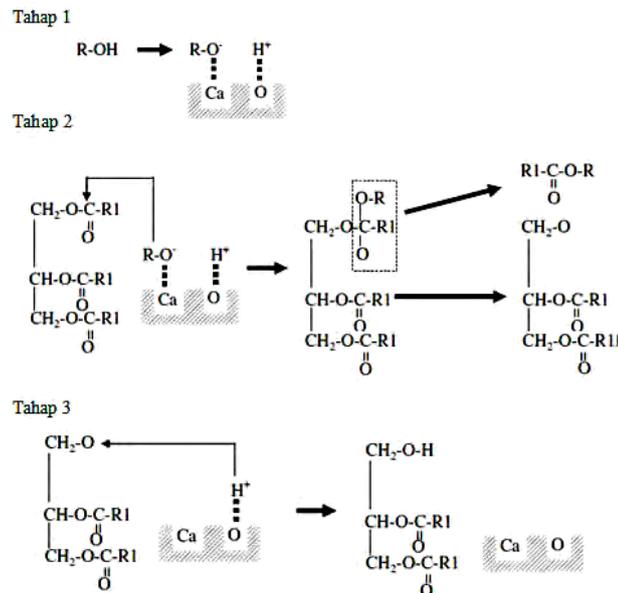
| Faktor | Katalis Homogen | Katalis Heterogen |
|----------------------------------|---|---------------------------|
| Laju reaksi | Cepat dan tingkat konversinya tinggi | Sedang |
| Setelah penggunaan | Katalis tidak dapat di- <i>recovery</i> dan harus dinetralisasi sehingga menimbulkan limbah cair dalam jumlah besar | Dapat di- <i>recovery</i> |
| Keberadaan air/ asam lemak bebas | Sensitif | Tidak sensitif |
| Penggunaan kembali | Tidak memungkinkan | Memungkinkan |
| Biaya | Bersaing | Lebih murah |

(Ridlo, 2010)

Metode transesterifikasi dengan katalis heterogen terbukti lebih unggul dibandingkan dengan metode transesterifikasi dengan katalis homogen terutama pada pemisahan dan pemurnian produk biodiesel. Namun di sisi lain, penggunaan katalis juga didasarkan pada sifat katalis baik asam maupun basa. Katalis basa lebih banyak diteliti karena laju reaksi transesterifikasi dengan katalis basa jauh lebih cepat daripada katalis asam (Kay dan Yasir, 2012). Penggunaan katalis basa homogen masih menimbulkan beberapa kelemahan seperti pembentukan sabun yang cukup banyak sebagai hasil samping yang tidak diinginkan dan sulitnya pemisahan serta pemurnian metil ester yang digunakan (Kesic *et al.*, 2012).

Oleh karena itu, penggunaan katalis basa heterogen dapat memecahkan beberapa masalah yang ditimbulkan. Katalis heterogen merupakan katalis yang mempunyai fasa yang berbeda dengan reaktan dan produk. Keuntungan menggunakan katalis ini antara lain mempunyai aktivitas yang tinggi, biaya katalis yang rendah, tidak korosif, ramah lingkungan dan lebih mudah dipisahkan dari larutan produksi sehingga dapat digunakan kembali. Katalis basa heterogen yang umum digunakan adalah dari jenis alkali oksida seperti MgO, CaO, SrO, dll (Indah *et al.*, 2011). Salah satu katalis yang paling banyak digunakan dalam penelitian pembuatan biodiesel adalah CaO karena ketersediaan, biaya katalis yang murah dan aktivitas katalis yang tinggi untuk sintesis biodiesel (Kesic *et al.*, 2012).

Reaksi yang terjadi pada proses transesterifikasi dengan katalis CaO ini dimulai dengan penyerapan metanol pada permukaan katalis, dimana anion O^{2-} dari katalis CaO menyerang kation H^+ dari metanol sehingga terbentuk kalsium metoksida. Metoksi ini menyerang karbon yang terikat dengan karbonil dari molekul trigliserida untuk membentuk zat antara karbokation. Pengaturan zat antara karbokation akan menghasilkan metil ester (biodiesel) dan ion digliserida. Anion O^- dari molekul digliserida mengambil kation H^+ dari CaO. Langkah selanjutnya adalah pembentukan monogliserida, gliserol, dan dua metil ester dengan mekanisme seperti sebelumnya. Reaksi tersebut dapat digambarkan sebagai berikut.

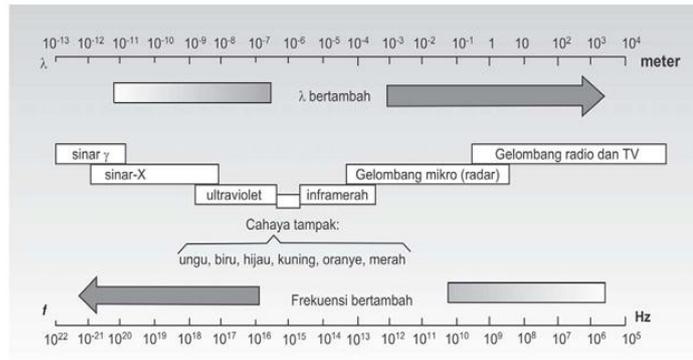


Gambar 6. Mekanisme reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO

G. Gelombang Mikro

Metode yang digunakan dalam proses pembuatan biodiesel biasanya menggunakan pemanasan konvensional. Dengan menggunakan pemanasan konvensional diperlukan waktu selama satu jam untuk dapat menghasilkan biodiesel dengan rendemen sebesar 99% biodiesel murni (Yaakob *et al.*, 2008). Pemanasan konvensional kurang efisien dan relatif lambat karena transfer energi ke sampel tergantung pada arus konveksi dan konduktivitas termal campuran larutan (Shakinaz *et al.*, 2010).

Irradiasi *microwave* dapat dijadikan alternatif sumber panas untuk menggantikan metode pemanasan konvensional. Pada spektrum irradiasi elektromagnetik, daerah irradiasi *microwave* terletak diantara irradiasi infra merah dan gelombang radio. Panjang gelombang *microwave* antara 1 mm sampai 1 m, dengan frekuensi berkisar antara 0,3 – 300 GHz (Refaat dan Sheltawy, 2008).



Gambar 7. Spektrum gelombang elektromagnetik

Gelombang mikro adalah bentuk energi elektromagnetik (bukan panas) yang dimanifestasikan sebagai panas melalui interaksi irradiasi dengan media atau materi. Gelombang mikro merupakan gelombang elektromagnetik yang timbul akibat adanya perubahan medan listrik dan medan magnet secara terus menerus yang merambat ke segala arah. Aplikasi kedua medan ini adalah interaksi langsung gelombang terhadap bahan atau media yang mampu menyerap energi elektromagnetik dan mengubahnya menjadi panas.

Interaksi radiasi elektromagnetik dengan materi memiliki 3 proses yang berbeda, diantaranya transmisi, absorpsi, dan refleksi. Pada interaksi transmisi, gelombang masuk ke dalam partikel materi lalu ditransmisikan (dikeluarkan kembali) setelah berinteraksi dengan materi, Pada interaksi absorpsi, gelombang mikro masuk ke dalam partikel materi dan berinteraksi dengan materi tersebut. sedangkan pada interaksi refleksi, gelombang mikro mengenai partikel di bagian luar (tidak sampai masuk ke dalam), kemudian dipantulkan kembali. Oleh karena itu,

perubahan energi gelombang mikro menjadi panas dipengaruhi oleh sifat bahan yang digunakan.

Gelombang mikro mempengaruhi gerakan molekul seperti migrasi ion atau rotasi dipol, namun tidak mengubah struktur molekul. Perubahan energi gelombang mikro menjadi energi panas terjadi melalui dua cara yaitu mekanisme polarisasi dipolar dan mekanisme konduksi.

1. Mekanisme Polarisasi Dipolar

Prinsip dari mekanisme ini adalah polarisasi dipolar akibat dari adanya interaksi dipol-dipol antara molekul-molekul polar ketika diirradiasikan dengan gelombang mikro (Lidstrom *et al.*, 2001). Molekul yang dapat dipanaskan dengan gelombang mikro adalah molekul-molekul yang bersifat polar karena pada molekul-molekul yang bersifat nonpolar tidak akan terjadi interaksi dipol-dipol antar molekulnya. Molekul nonpolar tersebut bersifat inert terhadap gelombang mikro dielektrik (Perreux dan Loupy, 2001). Dipol tersebut sangat sensitif terhadap medan listrik yang berasal dari luar sehingga dapat mengakibatkan terjadinya rotasi pada molekul tersebut sehingga menghasilkan sejumlah energi (Lidstrom *et al.*, 2001).

Rotasi dipol merupakan pengaturan kembali dipol-dipol molekul akibat medan listrik yang terus berubah dengan cepat. Akibatnya dengan adanya medan listrik yang selalu berubah yang diinduksikan melalui gelombang mikro, masing-masing sisi akan berputar untuk saling mensejajarkan diri satu sama lain. Pergerakan molekul ini akan

menghasilkan panas seiring dengan timbulnya gesekan antar molekul. Energi panas yang dihasilkan oleh peristiwa inilah yang berfungsi sebagai agen pemanas (Mandal *et al.*, 2007).

2. Mekanisme Konduksi

Mekanisme reaksi secara konduksi terjadi pada larutan-larutan yang mengandung ion. Bila suatu larutan yang mengandung partikel bermuatan atau ion diberikan suatu medan listrik, maka ion-ion tersebut akan bergerak. Pergerakan tersebut akan meningkatkan kecepatan terjadinya tumbukan sehingga akan mengubah energi kinetik menjadi energi kalor (Lidstrom *et al.*, 2001).

Dari penjelasan diatas, maka dapat disimpulkan bahwa irradiasi *microwave* dapat mempercepat reaksi kimia yang terjadi saat transesterifikasi, karena campuran minyak nabati, metanol, dan katalis mengandung komponen polar dan ionik. Hal ini sekaligus meningkatkan efisiensi energi yang dibutuhkan, karena pemanasan akan jauh lebih cepat karena interaksi energi dengan sampel hingga ke tingkat molekuler sehingga energi panas yang diberikan sangat efisien (Shakinaz *et al.*, 2010).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Tujuan Operasional Penelitian

Tujuan operasional penelitian ini adalah untuk memperoleh nilai optimum pada perbandingan minyak dan metanol dalam pembuatan biodiesel dari minyak kemiri sunan dengan menggunakan irradiasi gelombang mikro.

B. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta. Karakterisasi GCMS dilakukan di Pusat Laboratorium Forensik Mabes POLRI. Waktu penelitian dilakukan pada bulan Februari 2015 hingga Juli 2015.

C. Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen mengenai penentuan nilai optimum untuk perbandingan minyak dan metanol. Pada penelitian ini, pembuatan biodiesel dilakukan melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi minyak kemiri sunan dengan variasi perbandingan minyak dan metanol.

D. Desain Penelitian

Desain penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:

Sintesis metil ester dari minyak kemiri sunan dengan variasi perbandingan minyak dan metanol.

| Perbandingan Minyak dan Metanol (w/w) | Karakteristik Sifat Fisik dan Sifat Kimia Metil Ester (Biodiesel) | | |
|---------------------------------------|---|------------------|-------------------------------|
| | Densitas (kg/m ³) | Viskositas (cSt) | Angka Asam (mg KOH/ g sampel) |
| 1 : 1 | | | |
| 1 : 2 | | | |
| 1 : 3 | | | |
| 1 : 4 | | | |
| 1 : 5 | | | |

Pengulangan pada tiap perbandingan minyak dan metanol dilakukan sebanyak dua kali. Hasil yang paling baik selanjutnya diuji dengan menggunakan GCMS untuk mengetahui kandungan metil ester yang terdapat pada biodiesel tersebut.

E. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain *microwave oven* merk Sharp tipe R-222Y (W), neraca analitik, neraca kasar, termometer, *hot plate stirrer*, evaporator, oven, piknometer, viskometer Ostwald, *water bath*, *stopwatch*, *sentrifuge*, spatula dan alat kaca lainnya seperti gelas kimia, gelas ukur, erlenmeyer, labu

ukur, buret, corong pisah, pipet tetes, pipet gondok, batang pengaduk, corong kaca, pendingin liebig, labu alas bulat leher tiga.

Sedangkan alat yang digunakan untuk mengetahui kandungan senyawa yang terdapat dalam metil ester yang terbentuk adalah *Gas Chromatography Mass Spectroscopy* (GCMS) dengan merk Agilent Technologies seri 7890A.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain minyak kemiri sunan yang diperoleh dari Majalengka, H_3PO_4 85%, metanol, CaO, indikator PP, KOH 0,1 M, etanol 96%, MgSO_4 anhidrat, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, akuades.

F. Prosedur Penelitian

1. Pengambilan (ekstraksi) minyak kemiri sunan

Kernel kemiri sunan yang digunakan untuk bahan dasar pembuatan biodiesel terlebih dahulu dikeringkan dengan panas matahari. Proses pengeringan ini bertujuan untuk mengurangi kadar air yang terkandung dalam kernel kemiri sunan. Kernel yang telah kering, dihaluskan dengan menggunakan *blender* dan dipanaskan dalam oven dengan suhu 60–65°C selama 25 menit. Selanjutnya 200 gram kernel tersebut dimaserasi dengan menggunakan 400 mL pelarut n-heksana selama 2 jam. Kemudian minyak disaring dan untuk menghilangkan campuran n-heksana dilakukan proses evaporasi

dengan suhu 40°C. Minyak yang dihasilkan kemudian dianalisis sifat fisik dan sifat kimianya.

- Proses *degumming*

Sebanyak 200 mL minyak yang dihasilkan dari proses ekstraksi dimasukkan ke dalam gelas kimia dan dipanaskan dengan menggunakan *hot plate stirrer* hingga suhu 100°C. Kemudian ditambahkan H₃PO₄ 85% sebanyak 0,8% (v/v) seperti yang telah dilakukan oleh Djenar dan Lintang (2012) dan diaduk dengan bantuan *stirrer* selama 20 menit. Selanjutnya ditambahkan aquades sebanyak 10% terhadap volume minyak dan diaduk kembali selama 5 menit. Campuran tersebut kemudian didinginkan beberapa saat dan disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Fasa minyak dipisahkan dan diekstrak dengan menggunakan aquades, kemudian ditambahkan MgSO₄ yang telah dipanaskan terlebih dahulu untuk mengikat sisa air. Selanjutnya minyak disaring untuk memisahkannya dari MgSO₄. Minyak tersebut kemudian diuji kembali sifat fisik dan sifat kimianya.

2. Pembuatan biodiesel dari minyak kemiri sunan

a. Reaksi esterifikasi

50 gram minyak kemiri sunan dimasukkan ke dalam labu alas bulat leher tiga. Pada gelas kimia yang lain, metanol dan

H₃PO₄ dicampurkan. Perbandingan massa minyak terhadap metanol yang digunakan adalah 1:1 (b/b sampel) dan H₃PO₄ sebanyak 10% terhadap berat minyak sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya. Lama waktu reaksi yang digunakan adalah 2 jam dengan suhu 68°C seperti yang telah dilakukan oleh Holilah *et al* (2014). Setelah diesterifikasi, campuran didiamkan hingga terbentuk dua lapisan. Fraksi metanol-air dipisahkan, sedangkan fraksi minyak dihitung angka asamnya (Bojan dan Durairaj, 2012).

b. Reaksi transesterifikasi

Sebanyak 50 gram minyak kemiri sunan hasil esterifikasi direaksikan dengan metanol dengan variasi perbandingan massa minyak dan metanol 1:1, 1:2, 1:3, 1:4 dan 1:5 (b/b sampel) (Holilah *et al.*, 2014) menggunakan katalis CaO sebanyak 1,5% terhadap berat minyak (Refaat, 2011). Metanol dan katalis dicampurkan terlebih dahulu sebelum direaksikan dengan minyak hasil esterifikasi (Refaat dan sheltawy, 2008). Kemudian campuran tersebut diaduk dan dimasukkan ke dalam *microwave* untuk diradiasi dengan gelombang mikro dengan daya 30% selama 3 menit. Setelah itu, campuran dikeluarkan dan didinginkan untuk selanjutnya dilakukan pemisahan dan pemurnian biodiesel.

c. Pemisahan dan pemurnian biodiesel

Pemisahan metil ester (biodiesel) dari gliserol dapat dilakukan dengan menggunakan corong pisah. Lapisan biodiesel yang telah dipisahkan dari gliserol diekstrak dengan aquades hingga lapisan air jernih. Biodiesel yang sudah bersih kemudian ditambahkan $MgSO_4$ untuk mengikat air yang masih tersisa, lalu disaring.

d. Karakterisasi biodiesel

Biodiesel yang telah dimurnikan kemudian dianalisis sifat fisik dan kimianya. Biodiesel dengan hasil yang paling optimum selanjutnya dikarakterisasi dengan *Gas Chromatography Mass Spectroscopy* (GC-MS) untuk menganalisis metil ester yang terbentuk.

Berikut adalah prosedur kerja untuk analisis sifat fisik dan kimianya seperti densitas, viskositas, dan angka asam.

1) Uji densitas 40°C (Metode uji ASTM D 1928)

Piknometer terlebih dahulu dibersihkan menggunakan aquades, kemudian dibilas dengan alkohol. Setelah itu, piknometer dikeringkan, lalu didinginkan pada suhu kamar. Kemudian ditimbang bobot piknometer dalam keadaan kosong menggunakan neraca analitik, dan dicatat hasilnya. Penimbangan dilakukan sebanyak 3 kali. Setelah itu piknometer diisi dengan aquades bersuhu 40°C hingga meluap dan tidak

ada gelembung udara, kemudian ditimbang menggunakan neraca analitik dan dicatat hasilnya. Aquades dikeluarkan dari piknometer lalu dibilas, setelah itu dikeringkan kembali. Piknometer yang telah kosong diisi dengan biodiesel dengan prosedur yang sama. Dihitung masing-masing massa jenis sampel termasuk aquades, dengan cara menghitung selisih dari penimbangan piknometer yang berisi sampel dengan piknometer kosong. Densitas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\text{Densitas} = \frac{(\text{massa pikno kosong} + \text{sampel}) - \text{massa pikno kosong}}{(\text{massa pikno kosong} + \text{aquades}) - \text{massa pikno kosong}}$$

2) Uji Viskositas

Viskositas biodiesel diukur dengan menggunakan viskometer Ostwald. Prosedur pengukuran viskositas yaitu viskometer yang telah dibersihkan, diisi dengan sampel melalui reservoir (A) sampai sampel ini terbawa ke reservoir (B), dan melewati garis tanda, pada reservoir A masih terisi sampel setengahnya. Kemudian, viskometer diletakkan pada posisi vertikal di dalam penangas air atau termostat. Viskometer didiamkan sampai suhunya 40°C dan dijaga agar konstan selama 10 menit. Kemudian, dari reservoir (B) sampel dihisap sampai terbawa ke atas garis tanda batas atas pada reservoir

(B). Lalu, secara bersamaan *stopwatch* dinyalakan saat sampel mulai mengalir, dan dimatikan saat sampel mencapai batas. Waktu yang diperlukan oleh sampel selama mengalir dicatat. Sebagai pembandingan dilakukan juga menggunakan air pada suhu yang sama dengan menggunakan viskometer yang sama. Viskositas sampel dihitung dengan rumus:

$$\eta = \frac{n_o \cdot t \cdot \rho}{t_o \rho_o}$$

$$V = \frac{\eta}{\rho}$$

Keterangan :

| | |
|----------|---|
| η | = viskositas sampel (cP) |
| n_o | = viskositas air (cP) |
| ρ | = massa jenis sampel (kg/m ³) |
| ρ_o | = massa jenis air (kg/m ³) |
| t | = waktu alir sampel (s) |
| t_o | = waktu alir air (s) |
| V | = viskositas kinematik sampel (cSt) |

3) Uji angka asam

i. Pembuatan larutan Standar KOH 0,1 M

Sebanyak 1,435 gram kristal KOH dilarutkan menggunakan metanol. Lalu, dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan metanol sampai tanda batas.

ii. Standarisasi larutan KOH 0,1 M

Sebanyak 0,1260 gram kristal $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dengan 10 mL aquades. Lalu, larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Kemudian, sebanyak 10 mL larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ hasil pengenceran dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan tiga tetes indikator phenolftalein. Selanjutnya, larutan tersebut di titrasi dengan KOH 0,1 M hingga mencapai titik akhir. Titik akhir titrasi ditandai dengan terbentuknya warna merah muda seulas. Percobaan dilakukan sebanyak tiga kali dan normalitas KOH dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Molaritas KOH} = \frac{M \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times V \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times 2}{V \text{ KOH}}$$

Keterangan :

$M \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = molaritas asam oksalat (molar)

$V \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = volume asam oksalat (mL)

$V \text{ KOH}$ = volume KOH (mL)

iii. Penentuan bilangan asam

Sebanyak 0,5 gram sampel dimasukkan ke dalam labu alas bulat dan ditambahkan 20 mL etanol yang telah dinetralkan. Kemudian campuran tersebut direfluks selama satu jam. Lalu, didinginkan hingga mencapai suhu ruang, setiap 5 mL campuran dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan

ditambahkan 3 tetes indikator phenolftalein. Kemudian, dititrasi dengan larutan standar KOH hingga terbentuk warna merah muda seulas. Percobaan dilakukan sebanyak tiga kali. Bilangan asam sampel dapat dihitung menggunakan rumus:

$$\text{angka asam} = \frac{\text{volume KOH titrasi} \times M \text{ KOH} \times Mr \text{ KOH}}{\text{massa sampel}}$$

Keterangan :

V KOH = Volume KOH (mL)

M KOH = Molaritas KOH (molar)

Mr KOH = Massa molekul relatif KOH (g/mol)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengambilan (ekstraksi) Minyak Kemiri Sunan

Minyak kemiri sunan yang digunakan dalam penelitian ini diekstrak dari biji (kernel) kemiri sunan yang diperoleh dari Majalengka. Berdasarkan minyak yang dihasilkan, diperoleh karakterisasi sebagai berikut.

Tabel 6. Karakterisasi awal minyak kemiri sunan

| Parameter | Satuan | Nilai |
|------------|-------------------|--------|
| Densitas | kg/m ³ | 916,94 |
| Viskositas | cSt | 74,3 |
| Angka Asam | mg KOH/g sampel | 43 |

Dari proses ekstrak tersebut diperoleh minyak berwarna coklat. Untuk memperoleh minyak kemiri sunan, kernel tersebut terlebih dahulu dikeringkan dengan sinar matahari selama beberapa hari untuk mengurangi kadar airnya, karena kadar air yang terkandung dalam minyak dapat menyebabkan terjadinya reaksi hidrolisis yang dapat menghasilkan asam lemak bebas, yang dapat meningkatkan nilai angka asam. Kernel yang telah dikeringkan tersebut kemudian dihaluskan dan diekstrak minyaknya dengan metode maserasi. Maserasi adalah proses pengambilan (ekstraksi) senyawa yang dilakukan dengan menggunakan pelarut yang memiliki kepolaran yang sama dengan zat yang akan diambil

(diekstrak) sehingga zat tersebut dapat terikat dengan pelarut (Pranowo et al, 2014). Pada prinsipnya, minyak yang bersifat non polar dilarutkan dengan pelarut yang juga bersifat non polar, dalam penelitian ini pelarut yang digunakan adalah n-heksana.

Minyak yang dihasilkan dari proses maserasi kemudian dipisahkan dari pelarut n-heksana dengan proses evaporasi. Prinsip dari evaporasi adalah pemisahan pelarut dengan penurunan tekanan uap sehingga pelarut dapat menguap dibawah suhu titik didihnya. Proses evaporasi ini bertujuan untuk menghilangkan n-heksana yang bercampur dengan minyak, namun untuk memaksimalkannya dilakukan lagi proses penghilangan n-heksana dengan penguapan manual hingga massa minyak tetap.

Setelah diperoleh minyak kemiri sunan yang bebas n-heksana, dilakukan karakterisasi awal terhadap minyak kasar kemiri sunan. Berdasarkan data di atas, dapat diketahui bahwa densitas, viskositas dan angka asam dari minyak kemiri sunan masih diatas batas nilai yang dapat dijadikan bahan bakar alternatif. Oleh karena itu, harus dilakukan perlakuan awal untuk dapat menurunkan ketiga nilai tersebut yaitu dengan proses esterifikasi.

Minyak kemiri sunan merupakan jenis minyak *hard drying vegetable oil having high FFA content*, dimana jenis minyak seperti ini dapat berubah sifat fisiknya menjadi kental dan mengeras pada suhu kamar apabila teroksidasi oleh udara. Hal ini disebabkan karena masih

banyaknya pengotor lain seperti getah atau lendir, protein, karbohidrat dan air (Djenar dan Lintang, 2012). Oleh karena itu, untuk menghilangkan getah tersebut perlu dilakukan proses *degumming* dengan menggunakan H_3PO_4 sebanyak 0,8% (v/v sampel) dan air sebanyak 10% (v/v sampel). Penambahan asam fosfat ini dapat menginisiasi terbentuknya gumpalan sehingga mempermudah pengendapan zat pengotor (Djenar dan Lintang 2012), sedangkan air untuk mengikat asam fosfat tersebut sehingga dapat terpisah dari minyak. Untuk memaksimalkan proses pemisahannya maka campuran tersebut disentrifugasi selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Kemudian dilakukan karakterisasi kembali untuk minyak hasil *degumming*. Hasil karakteristik ditunjukkan dalam tabel berikut.

Tabel 7. Karakteristik minyak hasil *degumming*

| Parameter | Satuan | Nilai |
|------------|-------------------|--------|
| Densitas | kg/m ³ | 916,51 |
| Viskositas | cSt | 66,2 |
| Angka Asam | mg KOH/g sampel | 46 |

Dari tabel di atas dapat dilihat bahwa viskositas minyak kemirisan sebelum dan setelah *degumming* mengalami penurunan yaitu dari 74,3 cSt menjadi 66,2 cSt, hal ini dapat mengindikasikan bahwa proses *degumming* ini dapat menghilangkan getah yang dapat menyebabkan minyak mengental atau mengeras.

B. Reaksi Esterifikasi Minyak Kemiri Sunan

Reaksi esterifikasi bertujuan untuk menurunkan nilai angka asam, yaitu dengan mengubah asam lemak bebas menjadi ester dengan adanya alkohol dan katalis. Hal ini dilakukan karena berdasarkan hasil karakterisasi awal dapat diketahui bahwa nilai angka asam dari minyak kemiri sunan baik sebelum maupun setelah *degumming* masih sangat tinggi.

Reaksi esterifikasi dilakukan dengan mereaksikan minyak kemiri sunan hasil *degumming* dengan metanol dengan perbandingan 1:1 (w/w) menggunakan katalis asam H_3PO_4 10% (w/w). Reaksi ini dilakukan dengan metode konvensional dengan suhu $65^\circ C$, selama 2 jam.

Dari hasil esterifikasi diperoleh dua lapisan. Lapisan atas merupakan campuran antara ester dan asam lemak bebas yang belum menjadi ester, berwarna coklat kemerahan. Lapisan bawah merupakan sisa metanol dan katalis, berwarna coklat jernih.

Minyak yang digunakan dalam proses esterifikasi ini adalah minyak hasil *degumming* dengan angka asam sebesar 46 mg KOH/g sampel. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, keberhasilan esterifikasi ini diindikasikan dengan penurunan angka asam yang cukup signifikan dengan angka asam hasil esterifikasi sebesar 21 mg KOH/g sampel. Penurunan angka asam ini menunjukkan keberhasilan konversi asam lemak bebas menjadi ester.

Selain angka asam, densitas dan viskositas juga merupakan parameter utama dalam biodiesel. Dari data karakteristik minyak hasil *degumming* dapat diketahui bahwa nilai densitas dan viskositas masih tinggi untuk menurunkan nilai densitas dan viskositas ini dapat dilakukan proses transesterifikasi.

C. Reaksi Transesterifikasi dengan Variasi Perbandingan Minyak dan Metanol

Tahap selanjutnya adalah reaksi transesterifikasi yang bertujuan untuk menurunkan viskositas minyak nabati yaitu dengan mengubah trigliserida menjadi metil ester dan gliserol dengan adanya metanol dan katalis. Metil ester inilah yang memiliki viskositas lebih rendah daripada viskositas minyak nabati. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi, salah satunya adalah perbandingan minyak dan metanol. Maka pada penelitian ini dilakukan variasi perbandingan minyak dan metanol sebesar 1:1 ; 1:2 ; 1:3 ; 1:4 ; dan 1:5 (w/w). Dengan jumlah katalis basa CaO sebesar 1,5%, menggunakan *microwave* dengan daya 30% selama 3 menit.

Prinsip pemanasan dalam reaksi transesterifikasi ini masih terbilang baru dalam penelitian biodiesel berbahan dasar minyak kemiri sunan. Sebagian besar penelitian mengenai biodiesel dari minyak kemiri sunan masih menggunakan pemanasan konvensional yang membutuhkan waktu yang lama dan energi yang cukup besar. Oleh karena itu, dalam penelitian ini digunakan prinsip pemanasan dengan *microwave oven* untuk

mengurangi waktu pemanasan dan meminimalkan penggunaan energi yang diperlukan serta melihat pengaruh gelombang mikro terhadap biodiesel yang dihasilkan.

Dari hasil transesterifikasi tidak terbentuk dua fasa, hal ini dimungkinkan karena jumlah metanol yang jauh lebih banyak dibandingkan dengan minyak sehingga fasa non polar dari minyak terlarut dalam fasa polar dari metanol tersebut. Untuk memisahkan fasa tersebut ditambahkan air yang berfungsi melarutkan fasa polar dari metanol dan mengikat gliserol yang terperangkap di fasa non polar agar terikat bersama air. Pemisahan ini menggunakan prinsip ekstraksi yaitu pemisahan zat dengan pelarut yang memiliki sifat kepolaran yang sama. Setelah ditambahkan air baru terlihat pemisahan antara fasa organik yang terdiri dari campuran metil ester dan sisa trigliserida yang belum terkonversi menjadi metil ester, dan fasa air yang terdiri dari air, sisa metanol yang tidak bereaksi dan kemungkinan adanya gliserol. Selanjutnya dilakukan proses pemisahan dan pemurnian biodiesel dengan menambahkan $MgSO_4$ untuk mengikat sisa air. Metil ester yang sudah melalui proses pemurnian kemudian di karakterisasi sifat fisik dan sifat kimianya.

D. Uji Sifat Fisik dan Sifat Kimia Produk Metil Ester

I. Densitas

Densitas atau massa jenis menunjukkan perbandingan berat sampel per satuan volume. Densitas yang tinggi dapat mengganggu

proses pembakaran bahan bakar pada mesin diesel. Untuk menurunkan nilai densitas minyak nabati yang tinggi, maka dilakukan usaha dengan reaksi transesterifikasi.

Dari hasil metil ester yang telah dimurnikan dapat diketahui pengaruh perbandingan minyak dan metanol terhadap nilai densitas, yang ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel 8. Hasil uji densitas terhadap perbandingan minyak dan metanol

| Perbandingan Minyak dan Metanol | Densitas (kg/m³) |
|--|------------------------------------|
| Minyak awal | 916,94 |
| 1 : 1 | 917,22 |
| 1 : 2 | 914,81 |
| 1 : 3 | 912,69 |
| 1 : 4 | 911,69 |
| 1 : 5 | 914,12 |

Berdasarkan tabel diatas, diketahui bahwa nilai densitas yang paling optimum ada pada perbandingan 1:4 dengan nilai densitas sebesar 911,69 kg/m³. Dapat dilihat pula bahwa peningkatan perbandingan minyak dan metanol dapat menyebabkan penurunan densitas. Penurunan nilai densitas inilah yang menjadi indikasi keberhasilan reaksi transesterifikasi karena penurunan nilai tersebut menunjukkan bahwa semakin banyak minyak yang telah terkonversi menjadi metil ester. Perhitungan nilai densitas ditampilkan dalam lampiran 3 halaman 59-60.

Seperti yang disebutkan dalam penelitian Tippayawong dan Sittisun (2012), bahwa perbandingan minyak dan metanol dapat mempengaruhi

keberhasilan reaksi transesterifikasi, dimana peningkatan perbandingan minyak dan metanol dapat meningkatkan konversi trigliserida menjadi metil ester. Namun, jumlah metanol yang terlalu berlebih juga dapat menyebabkan penurunan konversi biodiesel karena mempersulit proses pemisahan produk.

Tingginya nilai densitas ini bisa disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu karena nilai densitas dari minyak awal yang masih sangat tinggi atau diduga masih terdapatnya gliserol dalam biodiesel. Keberadaan gliserol ini bisa disebabkan karena jumlah metanol berlebih yang mempersulit proses pemisahan produk dengan gliserol itu sendiri, sehingga gliserol yang masih terdapat dalam metil ester dapat meningkatkan nilai densitas biodiesel karena gliserol memiliki nilai densitas yang cukup tinggi yaitu $1,26 \text{ g/cm}^3$, sehingga apabila gliserol tidak terpisah dengan baik, nilai densitas pun akan meningkat (Dewi, 2012).

II. Viskositas

Viskositas merupakan salah satu parameter utama dalam penentuan mutu metil ester. Viskositas adalah ukuran hambatan suatu fluida untuk mengalir. Makin besar viskositas, maka semakin lambat aliran cairan. Minyak kemiri sunan merupakan minyak nabati yang memiliki viskositas (kekentalan) yang tinggi. Apabila minyak ini langsung dijadikan bahan bakar maka akan berdampak kurang baik karena dapat mempersulit proses pembakaran pada mesin diesel. Untuk menurunkan

viskositas minyak kemiri sunan, maka dilakukan proses transesterifikasi yang bertujuan untuk mengubah trigliserida menjadi metil ester yang memiliki viskositas lebih rendah dibandingkan dengan minyak nabati.

Dari hasil metil ester yang telah dimurnikan, dapat dilihat pengaruh perbandingan minyak dan metanol terhadap nilai viskositas, yang ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel 9. Hasil uji viskositas terhadap perbandingan minyak dan metanol

| Perbandingan Minyak dan Metanol | Viskositas (cSt) |
|--|-------------------------|
| Minyak awal | 74,3 |
| 1 : 1 | 37,8 |
| 1 : 2 | 37,3 |
| 1 : 3 | 37,1 |
| 1 : 4 | 36,8 |
| 1 : 5 | 41,5 |

Berdasarkan tabel diatas, diketahui bahwa terjadi penurunan nilai viskositas yang cukup signifikan dari minyak kemiri sunan hasil *degumming* dengan hasil transesterifikasi. Perhitungan nilai viskositas ditampilkan dalam lampiran 4 halaman 61-63. Nilai viskositas terendah ada pada perbandingan 1:4 yaitu 36,8 cSt.

Peningkatan perbandingan minyak dan metanol hingga titik tertentu menyebabkan kesetimbangan bergeser kearah kanan dan memperbanyak produk. Namun, jumlah metanol berlebih juga dapat memperkecil produk karena mempersulit proses pemisahan produk, yang dapat ditunjukkan

dengan meningkatnya nilai viskositas seperti yang terjadi pada perbandingan 1:5.

Penyebab lain dari tingginya nilai viskositas dimungkinkan karena gliserol yang tidak terpisah dengan baik. Gliserol memiliki viskositas yang jauh lebih besar dibandingkan dengan cairan lainnya, karena setiap molekul gliserol memiliki tiga gugus $-OH$ yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan molekul gliserol yang lain. Selain itu, karena bentuknya, molekul ini memiliki kecenderungan besar untuk menyangkut daripada menggelincir antara molekul satu dan yang lain. Interaksi inilah yang menyebabkan tingginya nilai viskositas gliserol (Chang, 2005).

Prinsip keberhasilan reaksi transesterifikasi adalah perubahan sifat fisik minyak nabati yang diubah menjadi metil ester yang memiliki viskositas lebih rendah dibandingkan dengan minyak nabati itu sendiri, maka keberhasilan reaksi transesterifikasi dapat dilihat dari penurunan nilai viskositas. Dari data yang ditampilkan diatas, terlihat bahwa terjadi penurunan nilai viskositas dari minyak hasil *degumming* dengan nilai viskositas biodiesel yang dihasilkan. Penurunan nilai viskositas tersebut dapat dijadikan acuan bahwa reaksi transesterifikasi ini berhasil mengubah trigliserida menjadi metil ester.

III. Angka Asam

Angka asam menunjukkan banyaknya kandungan asam lemak bebas yang masih terdapat dalam biodiesel. Nilai angka asam yang tinggi

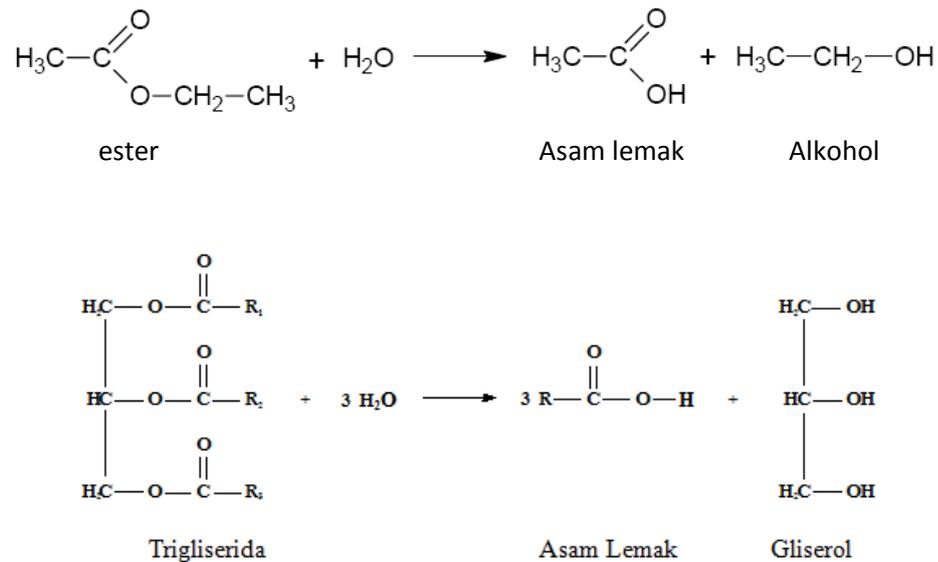
dapat bersifat korosif dan menimbulkan jelaga pada mesin diesel. Oleh karena itu, dilakukan reaksi transesterifikasi untuk menurunkan angka asam yang terbilang tinggi pada minyak kemiri sunan.

Dari hasil metil ester yang telah melalui tahap pemurnian, dapat diketahui pengaruh perbandingan minyak dan metanol terhadap angka asam, yang ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel 10. Hasil uji angka asam terhadap perbandingan minyak dan metanol

| Perbandingan Minyak dan Metanol | Angka Asam (mg KOH/g sampel) |
|--|-------------------------------------|
| Minyak awal | 43 |
| 1 : 1 | 23 |
| 1 : 2 | 26 |
| 1 : 3 | 30 |
| 1 : 4 | 30 |
| 1 : 5 | 30 |

Berbeda dengan hasil uji densitas dan viskositas, dapat dilihat bahwa terjadi peningkatan nilai angka asam dari hasil esterifikasi sebesar 21 mg KOH/g sampel. Perhitungan nilai angka asam ditampilkkan dalam lampiran 5 halaman 64-65. Peningkatan nilai angka asam ini dapat disebabkan oleh beberapa hal salah satunya jika dalam minyak yang diproses masih mengandung air, maka dapat terjadi proses hidolisis pada metil ester maupun trigliserida yang menghasilkan asam lemak bebas dan dapat menyebabkan peningkatan angka asam.



Gambar 8. Gambar reaksi hidrolisis pada metil ester (atas) dan trigliserida (bawah)

Sari (2007), menjelaskan bahwa selain sebagai ukuran kandungan asam lemak bebas, nilai angka asam juga menjadi indikator kerusakan yang terjadi pada metil ester. Apabila angka asam dari metil ester yang diperoleh masih terbilang besar bisa diduga bahwa peningkatan angka asam tersebut adalah hasil dari oksidasi pada metil ester. Tingkat oksidasi yang tinggi menandakan metil ester tidak dapat disimpan terlalu lama, hal ini disebabkan karena senyawa peroksida yang merupakan senyawa intermediet pada reaksi oksidasi dapat menyerang asam lemak lainnya yang masih utuh, sehingga akan terbentuk asam lemak bebas rantai pendek yang lebih banyak.

Hal tersebut dapat menjadi landasan mengapa nilai angka asam setelah transesterifikasi justru meningkat dibandingkan dengan nilai angka asam hasil esterifikasi.

Tabel 11. Rangkuman data hasil karakterisasi densitas, viskositas dan angka asam

| Jenis Minyak | Densitas (kg/m ³) | Viskositas (cSt) | Angka Asam (mg KOH/ g sampel) |
|------------------------|-------------------------------|------------------|-------------------------------|
| Minyak awal | 916,94 | 74,3 | 43 |
| Minyak hasil degumming | 916,51 | 66,2 | 46 |
| Ester | - | - | 21 |
| 1 : 1 | 917,22 | 37,8 | 23 |
| 1 : 2 | 914, 81 | 37,3 | 26 |
| 1 : 3 | 912,69 | 37,1 | 30 |
| 1 : 4 | 911, 69 | 36,8 | 30 |
| 1 : 5 | 914,12 | 41,5 | 30 |
| SNI | 850-890 | 2,3-6,0 | maks 0,8 |

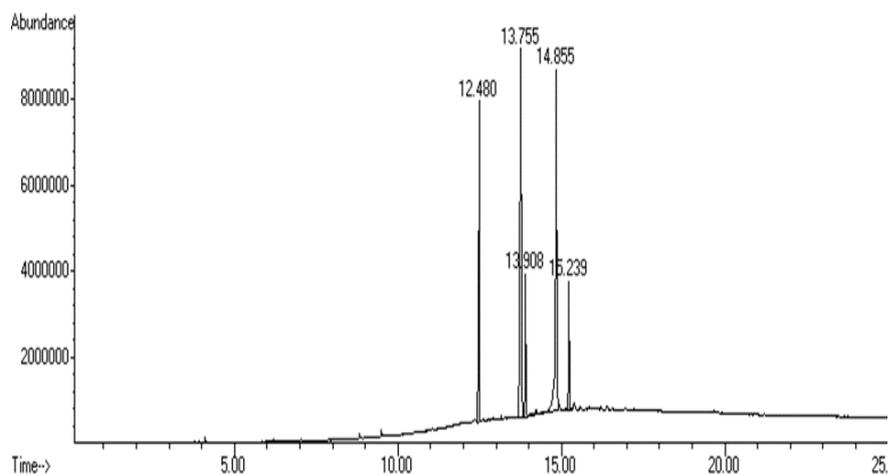
Dari tabel di atas, maka dapat disimpulkan bahwa ketiga parameter memang belum memenuhi nilai SNI yang ditampilkan dibagian bawah tabel. Namun hal ini tidak dapat dijadikan acuan ketidakberhasilan reaksi karena di Indonesia sendiri hasil metil ester belum bisa disetarakan dengan nilai SNI tersebut karena metil ester (biodiesel) yang dibuat masih dijadikan substitusi (campuran) dengan bahan bakar solar sehingga menghasilkan biosolar. Di Indonesia, substitusi ini masih berkisar antara 10–15 % saja, sehingga apabila kita merujuk pada nilai SNI tersebut maka sebenarnya metil ester yang dibuat dapat langsung dijadikan bahan bakar tanpa harus disubstitusikan, namun hal ini dirasa bukan menjadi tujuan utama karena akan menimbulkan mahalnnya harga bahan bakar itu sendiri.

Keberhasilan reaksi transesterifikasi dapat dilihat dari tujuan utama reaksi tersebut yaitu untuk mengubah sifat fisik dari minyak nabati yang

memiliki viskositas dan densitas yang tinggi, menjadi lebih rendah. Maka berdasarkan data diatas, dari kedua karakterisasi yaitu densitas dan viskositas, diketahui bahwa telah terjadi penurunan nilai densitas dan viskositas dari minyak awal. Hal ini bisa dijadikan indikasi keberhasilan reaksi transesterifikasi yang dilakukan pada minyak kemiri sunan dengan pemanasan *microwave*.

E. Karakterisasi Metil Ester dengan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectroscopy*)

Karakterisasi menggunakan GC-MS bertujuan untuk mengetahui metil ester yang terkandung dalam biodiesel yang dihasilkan. Pada penelitian ini sampel yang dipilih untuk dikarakterisasi dengan GC-MS adalah sampel yang memiliki nilai viskositas dan densitas paling rendah yaitu dengan perbandingan minyak dan metanol sebesar 1:4 (w/w). Karakterisasi ini akan menghasilkan dua data yaitu data GC berupa kromatogram yang menampilkan puncak-puncak yang menunjukkan jenis metil ester atau senyawa lain yang terkandung di dalam biodiesel, dan data MS yang akan menunjukkan berat molekul dan struktur molekul pada tiap puncak serta pola fragmentasi dari setiap molekul yang terbaca. Hasil analisa GC-MS untuk sampel ini ditunjukkan pada gambar berikut.



Gambar 9. Kromatogram hasil GC-MS produk transesterifikasi dengan perbandingan minyak dan metanol (1:4)

Dari gambar diatas dapat diketahui terdapat 5 puncak dominan yang terdiri dari puncak pertama dengan waktu retensi 12,480; puncak kedua dengan waktu retensi 13,755; puncak ketiga dengan waktu retensi 13,908; puncak keempat dengan waktu retensi 14,855 dan puncak kelima dengan waktu retensi 15,239. Setiap puncak yang keluar pada kromatogram GC menunjukkan satu molekul yang diduga dapat berupa metil ester atau senyawa lain yang terdapat dalam biodiesel.

Tiap puncak yang terdeteksi dengan GC memiliki pola fragmentasi yang ditampilkan dalam spektra MS, dimana dari pola fragmentasi tersebut dapat diidentifikasi molekul apa yang sesuai dengan pola tersebut. Data spektra MS dari biodiesel ini ditampilkan pada lampiran 6 halaman 66-70. Berdasarkan standar yang ada, dapat diketahui beberapa kemungkinan molekul yang memiliki tingkat kemiripan dengan standar, yang biasa disebut dengan Similiritas Indeks (SI). Hasil analisa GC-MS

dari produk transesterifikasi dengan perbandingan minyak dan metanol 1:4 (w/w) telah dirangkum dalam tabel berikut.

Tabel 12. Hasil analisa GC-MS dari produk transesterifikasi dengan perbandingan minyak dan metanol 1:4 (w/w)

| Rt | BM | Data Menurut Library | SI | % Komposisi |
|--------|--------|--|----|-------------|
| 12,480 | 270,26 | metil heksadekanat (metil palmitat) | 98 | 16,341 |
| 13,755 | 296,27 | metil 11-oktadekanat | 99 | 38,523 |
| 13,908 | 298,29 | metil oktadekanat (metil stearat) | 99 | 5,312 |
| 14,855 | 292,24 | metil 9-cis-11-trans-13-trans-oktadekatrat | 99 | 32,262 |
| 15,239 | 292,24 | metil 9,12,15-oktadekatrat (metil linolenat) | 89 | 7,562 |

Berdasarkan tabel diatas, dapat diketahui bahwa kelima puncak dominan yang keluar pada kromatogram GC merupakan senyawa metil ester yang merupakan hasil konversi dari asam lemak yang terdapat dalam trigliserida yaitu asam palmitat, asam oleat, asam stearat, asam α -eleostearat dan asam linolenat. Data yang menunjukkan persen komposisi pada tabel di atas merupakan persen perbandingan untuk kelima senyawa metil ester yang ditampilkan tanpa memperhitungkan persen komposisi dari senyawa lain yang mungkin terdapat dalam produk biodiesel yang dianalisa. Berdasarkan data tersebut dapat dijadikan acuan awal bahwa asam α -eleostearat yang merupakan asam lemak penyusun utama minyak kemiri sunan belum terkonversi seluruhnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan

Berdasarkan ketiga parameter yang diujikan yaitu densitas, viskositas dan angka asam dapat disimpulkan bahwa perbandingan minyak dan metanol yang optimum adalah 1:4 (w/w) dengan nilai densitas dan viskositas terkecil yaitu 911,69 kg/m³ dan 36,8 cSt.

Proses transesterifikasi dengan variasi perbandingan minyak dan metanol menggunakan metode pemanasan irradiasi gelombang mikro menunjukkan keberhasilan reaksi karena telah berhasil mengubah trigliserida menjadi metil ester yang ditunjukkan dengan penurunan nilai densitas dan viskositas.

Berdasarkan hasil GC-MS terdapat lima senyawa metil ester penyusun biodiesel yang dihasilkan yaitu metil palmitat, metil 11-oktadekanoat, metil stearat, metil α -eleostearat dan metil linolenat.

B. Saran

Biji kemiri sunan yang digunakan sebagai bahan dasar produksi biodiesel dipastikan dalam keadaan kering sebelum diproses lebih lanjut, sehingga proses pembuatan biodiesel lebih efisien. Karena pada penelitian yang dilakukan sebelumnya penggunaan asam fosfat (H₃PO₄) sebagai katalis pada reaksi esterifikasi dirasa kurang efisien untuk menurunkan angka asam, maka seperti yang telah dilakukan pada

penelitian terdahulu perlu dicoba untuk mengganti katalis menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) dengan metode pemanasan menggunakan *microwave*. Pada penelitian selanjutnya, dapat dilakukan penelitian lebih dalam mengenai aktivitas dan selektifitas katalis terhadap konversi metil ester yang diperoleh. Perlu adanya pengukuran karakterisasi metil ester lainnya seperti angka iod, angka setana dan lainnya untuk menentukan efektifitas metil ester ketika digunakan sebagai bahan bakar.

DAFTAR PUSTAKA

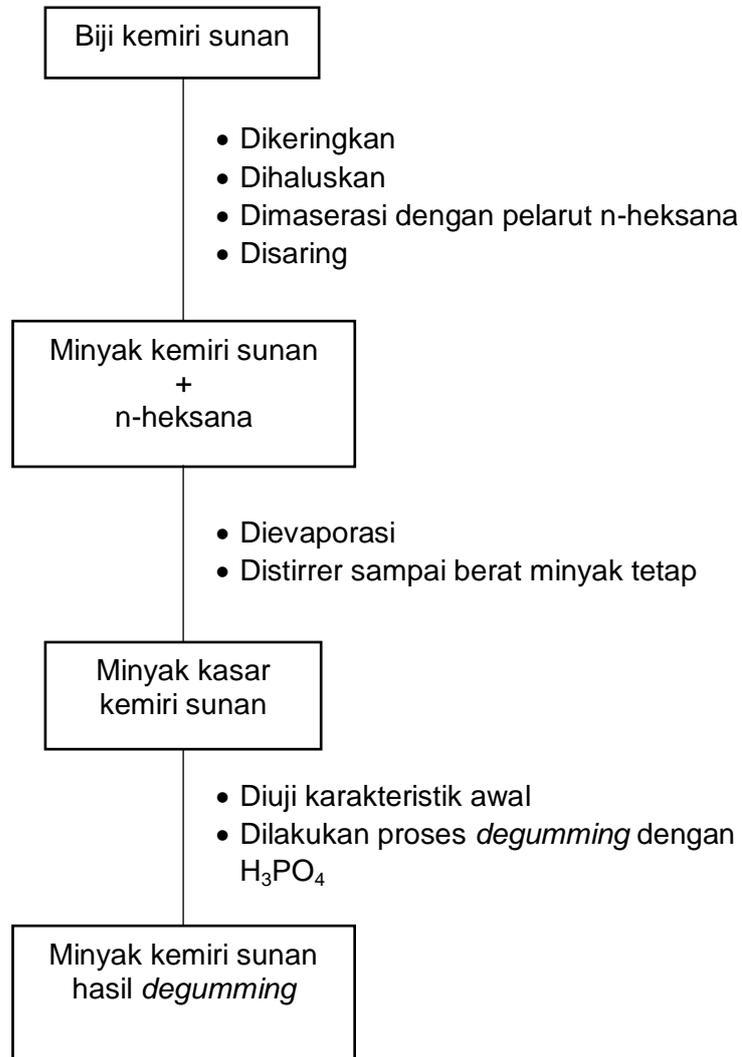
- Anguilar, N., & Oyen, L. 2002. *Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw. *Plant Resources of South-East Asia*, hal. 112-115.
- Aunillah, A., & Pranowo, D. 2012. Karakteristik Biodiesel Kemiri Sunan [*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw] Menggunakan Proses Transesterifikasi Dua Tahap. *Buletin RISTR*, 3(3), 193-200
- Bojan, S. G., & Durairaj, S. K. 2012. Producing Biodiesel from High Free Fatty Acid *Jatropha curcas* Oil by A Two Step Method - An Indian Case Study. *Journal of Sustainable Energy & Environment*, 3(2012), 63-66.
- Chang, Raymond. 2005. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Kimia Inti Jilid 1*. Jakarta: Erlangga, hal 375-376
- Chopade, S. G., Kulkarni, K. S., Kulkarni, A. D., & Topare, N. S. 2011. Solid Heterogenous Catalysts for Production of Biodiesel from Trans-Esterification of Triglycerides with Metanol: A Review. *Acta Chimica & Pharmaceutica Indica*, 2(1), 8-14.
- Dewi, C. 2012. Pemanfaatan Geombang Mikro dalam Pembuatan Biodiesel Berbahan Dasar Minyak Jelantah dengan Menggunakan Katalis KOH. Skripsi. Jakarta: FMIPA UNJ.
- Djenar, N. S., & Lintang, N. 2012. Esterifikasi Minyak Kemiri Sunan (*Aleurites trisperma*) dalam Pembuatan Biodiesel. *Bionatura-Jurnal Ilmu-ilmu Hayati dan Fisik*, 14 (3), 229-235.
- Herman, M., Pranowo, D. 2011. Karakteristik Buah dan Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) Populasi Majalengka dan Garut. *Buletin RISTR*, 2(1), 21-27.
- Holilah, H., Prasetyoko, D., Oetami, T. P., Santosa, E. B., Zein, Y. M., Bahruji, H., et al. 2014. The Potential of Reutalis trisperma Seed As A New Non-edible Source for Biodiesel Production. *Biomass Conversion and Biorefenery*, 1-7.
- Holilah, Utami, T. P., & Prasetyoko, D. 2013. Sintesis dan Karakteristik Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma*) dengan Variasi Konsentrasi Katalis NaOH. *Unnes Journal*, 36 (1), 51-59.

- Indah S., T., Said, M., Summa W., A., & Sari, A. K. 2011. Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding Seminar AVoER ke-3*.
- Kay, K. H., & Yasir, S. M. 2012. Biodiesel Production from Low Quality Crude Jatropha Oil Using Heterogeneous Catalyst. *Procedia APCBEE*, 3, 23-27.
- Kementrian Pertanian. 2011. Pedoman Budidaya Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw).
- Kesic A, Z., Lukic, I., Zdujic, M., Liu, H., & Skala, D. 2012. Mechanochemically Synthesized CaO.ZnO Catalyst for Biodiesel Production. *Procedia Engineering*, 42, 1169-1178.
- Lidstrom, P., J., T., B., W., & J., W. 2001. Microwave Assisted Organic Synthesis- A Review. *Tetrahedron*, 9225-9283.
- Mandal, V., Mohan, Y., & Hemalatha, S. 2007. Microwave Assisted Extraction An Innovative and Promissing Extraction Tool for Medicinal Plant Research. *Pharmacognosy Reviews*, 1(1), 18.
- Patil, P. D., Gude, V. G., Reddy, H. K., Muppaneni, T., & Dheng, S. 2012. Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Using Sulfuric Acid and Microwave Irradiation Processes. *Journal of Environmental Protection*, 3, 107-113.
- Perreux, L., & Loupy, A. 2001. A Tentative Rationalization of Microwave Effects in Organic Synthetis According to The Reaction Medium and Mechanistic Considerations. *Tetrahedron*, 9199-9223.
- Pranowo, D., Syakir, M., Prastowo, B., Herman, M., Aunillah, A., & Sumanto. 2014. *Pembuatan Biodiesel dari Kemiri Sunan (Reutealis trisperma (Blanco) Airy) dan Pemanfaatan Hasil Samping*. Jakarta: IAARD Press.
- Refaat, A. 2011. Biodiesel Production Using Solid Metal Oxide Catalysts. *Int. J. Environ. Sci. Tech*, 203-221.
- Refaat, A. A., & El Sheltawy, S. T. 2008. Time Factor in Microwave-enhanced Biodiesel Production. *WSEAS TRANSACTIONS on ENVIRONMENT and DEVELOPMENT*, 4, 279-288.

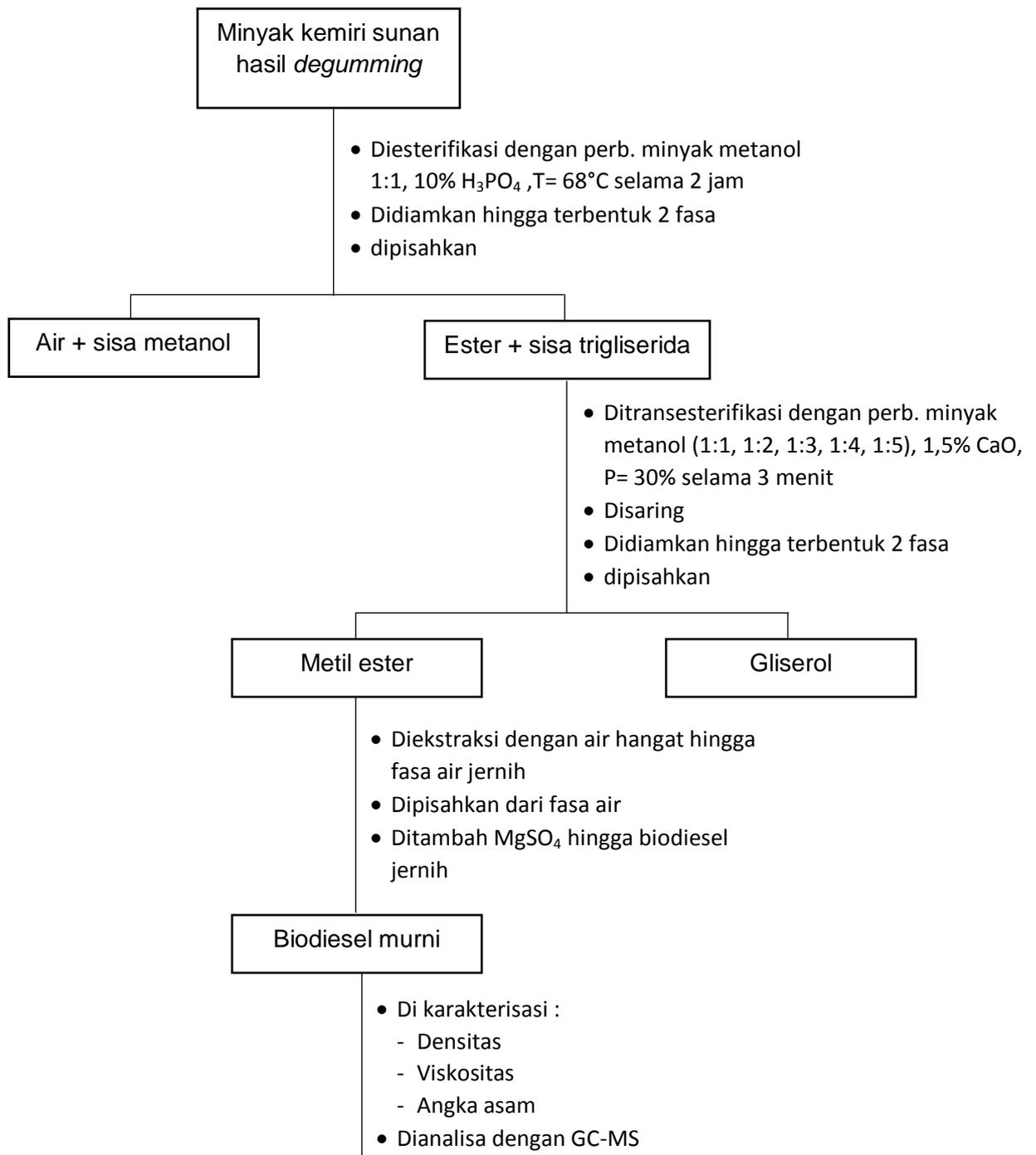
- Ridlo, I. R. 2010. *Optimasi Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit dan Jarak Pagar dengan Menggunakan Katalis Heterogen Kalsium Oksida*. Jakarta: BPPT.
- S.G, B., & S.K, D. 2012. Producing Biodiesel from High Free Fatty Acid Jatropha Curcas Oil by A Two Step Method- An Indian Case Study. *Journal of Sustainable Energy and Environment* , 63-66.
- Shakinaz, A., Sherbiny, E., Refaat, A. A., T., S., & Sheltawy, E. 2010. Production of Biodiesel Using the Microwave. *Journal of Advanced Research*, 1, 309-314.
- Sivasamy, A., Cheah, K. Y., Fornasiero. P., Kemausuor. F., Zinoviev. S., and Miertus. S. 2009. Catalytic Applications in the Production on Biodiesel from Vegetable Oils. *Chemsuschem*, 2, 278-300.
- Syafaruddin, & Wahyudi, A. 2012. Potensi Varietas Unggul Kemiri Sunan Sebagai Sumber Energi Bahan Bakar Nabati. *Perspektif*, 11(1), 59-67.
- Sari, A. B. T. 2007. Proses Pembuatan Biodiesel Minyak Pagar (*Jatropha curcas* L.) dengan Transesterifikasi Satu dan Dua Tahap. Bogor: FTP IPB.
- Tippayawong, A., & Sittisun, P. 2012. Countinous-Flow Transesterification of Crude Jatropha Oil with Microwave Irradiation. *Scientia Iranica*, 19(5), 1324-1328.
- Yaakob, Z., Sukarman, I. S., Kamarudin, S. K., Abdullah, S., & Mohamed, F. 2008. Production of Biodiesel from Jatropha Curcas by Microwave Irradiation. *International Conference on RENEWABLE ENERGY SOURCE*, 235-239.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Alir Ekstraksi Minyak Kemiri Sunan



Lampiran 2. Bagan Alir Pembuatan Biodiesel



Lampiran 3. Data Hasil Uji Densitas Biodiesel

$$\text{Densitas} = \frac{(\text{massa pikno kosong+sampel})-\text{massa pikno kosong}}{(\text{massa pikno kosong+aquadess})-\text{massa pikno kosong}}$$

| Perbandingan Minyak : Metanol | | Massa Piknometer + Biodiesel (g) | | | Berat Rata- rata (g) | Densitas (g/mL) | Densitas Rata- rata (g/mL) |
|----------------------------------|---|-------------------------------------|---------|---------|-------------------------|--------------------|-------------------------------|
| | | a | b | c | | | |
| 1 : 1 | 1 | 15,9775 | 15,9776 | 15,9778 | 15,9776 | 0,91719 | 0,91722 |
| | 2 | 15,9778 | 15,9780 | 15,9778 | 15,9779 | 0,91726 | |
| 1 : 2 | 1 | 15,9666 | 15,9665 | 15,9665 | 15,9665 | 0,91483 | 0,91481 |
| | 2 | 15,9664 | 15,9662 | 15,9662 | 15,9663 | 0,91479 | |
| 1 : 3 | 1 | 15,9609 | 15,9609 | 15,9609 | 15,9609 | 0,91364 | 0,91269 |
| | 2 | 15,9520 | 15,9520 | 15,9520 | 15,9520 | 0,91174 | |
| 1 : 4 | 1 | 15,9564 | 15,9565 | 15,9565 | 15,9565 | 0,91270 | 0,91169 |
| | 2 | 15,9470 | 15,9471 | 15,9471 | 15,9470 | 0,91068 | |
| 1 : 5 | 1 | 15,9698 | 15,9697 | 15,9697 | 15,9697 | 0,91551 | 0,91412 |
| | 2 | 15,9565 | 15,9567 | 15,9565 | 15,9566 | 0,91272 | |

Perhitungan Densitas Produk (40°C)

Produk hasil transesterifikasi dengan perbandingan minyak dan metanol 1:1 (w/w) sampel

Diketahui. Massa pikno kosong = 11,6711 gram

Massa pikno + aquades = 16,3664 gram

$$1. \text{ Massa piknometer rata-rata} = \frac{(15,9775 + 15,9776 + 15,9778) \text{ g}}{3} \\ = 15,9776 \text{ g}$$

$$\text{Densitas} = \frac{15,9776 \text{ g} - 11,6711 \text{ g}}{16,3664 \text{ g} - 11,6711 \text{ g}} = \frac{4,3065 \text{ g}}{4,6953 \text{ g}} = 0,91719 \text{ g/mL} \\ = 917,19 \text{ kg/m}^3$$

$$2. \text{ Massa piknometer rata-rata} = \frac{(15,9778 + 15,9780 + 15,9778) \text{ g}}{3} \\ = 15,9779 \text{ g}$$

$$\text{Densitas} = \frac{15,9779 \text{ g} - 11,6711 \text{ g}}{16,3664 \text{ g} - 11,6711 \text{ g}} = \frac{4,3068 \text{ g}}{4,6953 \text{ g}} = 0,91726 \text{ g/mL} \\ = 917,26 \text{ kg/m}^3$$

Densitas rata-rata untuk produk transesterifikasi perbandingan minyak dan metanol 1:1 (w/w) sampel adalah =

$$\frac{\text{Densitas 1} + \text{Densitas 2}}{2} = \frac{(917,19 + 917,26) \text{ kg/m}^3}{3} \\ = 917,22 \text{ kg/m}^3$$

*Nilai densitas minyak awal, minyak hasil *degumming* dan variasi perbandingan minyak dan metanol lainnya dihitung dengan cara yang sama seperti perhitungan di atas.

Lampiran 4. Data Hasil Uji Viskositas Biodiesel

$$\eta = \frac{n_o \cdot t \cdot \rho}{t_o \rho_o}$$

$$v = \frac{\eta}{\rho}$$

| Perbandingan Minyak : Metanol | | Waktu yang dibutuhkan (s) | | | Waktu Rata-rata (s) | Viskositas (cSt) | Viskositas Rata-rata (cSt) |
|-------------------------------------|---|------------------------------|-----|-----|---------------------------|---------------------|-------------------------------|
| | | a | b | c | | | |
| 1 : 1 | 1 | 108 | 107 | 103 | 106 | 37,1 | 37,8 |
| | 2 | 108 | 110 | 111 | 110 | 38,5 | |
| 1 : 2 | 1 | 107 | 108 | 106 | 107 | 37,5 | 37,3 |
| | 2 | 105 | 106 | 106 | 106 | 37,1 | |
| 1 : 3 | 1 | 109 | 107 | 107 | 108 | 37,8 | 37,1 |
| | 2 | 104 | 104 | 102 | 104 | 36,4 | |
| 1 : 4 | 1 | 106 | 106 | 103 | 105 | 36,8 | 36,8 |
| | 2 | 105 | 105 | 106 | 105 | 36,8 | |
| 1 : 5 | 1 | 116 | 116 | 113 | 115 | 40,3 | 41,5 |
| | 2 | 121 | 122 | 124 | 122 | 42,7 | |

Perhitungan Viskositas Produk (40°C)

Volume aquades = 5 mL

Massa piknometer berisi aquades = 16,3664 g

Massa piknometer kosong = 11,6711 g

Massa aquades = 16,3664g - 11,6711 g = 4,6953 g

Densitas aquades (ρ_o) (40°C) = $\frac{\text{Massa Aquades}}{\text{Volume Aquades}}$
 $= \frac{4,6953 \text{ g}}{5 \text{ mL}}$
 $= 0,93906 \text{ g/mL}$
 $= 939,1 \text{ kg/m}^3$

Waktu alir air = 2 s

Viskositas dinamik air (η_o) (40°C) = $0,658 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3$

Produk hasil transesterifikasi dengan perbandingan minyak dan metanol 1:1 (w/w) sampel

1. Waktu alir produk (rata-rata) = $\frac{(108 + 107 + 108) \text{ s}}{3} = 106 \text{ s}$

Massa jenis produk (ρ) = $917,19 \text{ kg/m}^3$

Viskositas dinamik produk (η)(40°C) = $\frac{\eta_o \cdot t \cdot \rho}{t_o \cdot \rho_o}$
 $= \frac{0,658 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3 \cdot 106 \text{ s} \cdot 917,19 \text{ kg/m}^3}{2 \text{ s} \cdot 939,1 \text{ kg/m}^3}$
 $= 0,0341 \text{ kg/m.s}$

Viskositas kinematik produk (ν)(40°C) = $\frac{\eta}{\rho} = \frac{0,0341 \text{ kg/m.s}}{917,19 \text{ kg/m}^3}$
 $= 3,71 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s} \times \frac{1 \text{ cSt}}{10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}}$
 $= 37,1 \text{ cSt}$

$$2. \text{ Waktu alir produk (rata-rata)} = \frac{(108 + 110 + 111) \text{ s}}{3} = 110 \text{ s}$$

$$\text{Massa jenis produk } (\rho) = 917,26 \text{ kg/m}^3$$

$$\begin{aligned} \text{Viskositas dinamik produk } (\eta)(40^\circ\text{C}) &= \frac{\eta_o \cdot t \cdot \rho}{t_o \cdot \rho_o} \\ &= \frac{0,658 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3 \cdot 110 \text{ s} \cdot 917,26 \text{ kg/m}^3}{2 \cdot 939,1 \text{ kg/m}^3} \\ &= 0,0353 \text{ kg/m.s} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Viskositas kinematik produk } (v)(40^\circ\text{C}) &= \frac{\eta}{\rho} = \frac{0,0353 \text{ kg/m.s}}{917,26 \text{ kg/m}^3} \\ &= 3,85 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s} \times \frac{1 \text{ cSt}}{10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}} \\ &= 38,5 \text{ cSt} \end{aligned}$$

Viskositas kinematik rata-rata untuk produk transesterifikasi dengan katalis CaO 0,50% b/b sampel adalah =

$$\begin{aligned} \frac{\text{Viskositas1} + \text{Viskositas2}}{2} &= \frac{(37,1 + 38,5) \text{ cSt}}{2} \\ &= 37,8 \text{ cSt} \end{aligned}$$

*Nilai viskositas minyak awal, minyak hasil *degumming* dan variasi perbandingan minyak dan metanol lainnya dihitung dengan cara yang sama seperti perhitungan di atas.

Lampiran 5. Data Hasil Uji Angka Asam

$$\text{angka asam} = \frac{\text{volume KOH titrasi} \times M \text{ KOH} \times Mr \text{ KOH}}{\text{massa sampel}}$$

| Perbandingan Minyak : Metanol | | Volume KOH yang dibutuhkan (mL) | | | Volume KOH Rata-rata (g) | Massa Minyak (g) | Angka Asam (mg KOH/ g sampel) | Angka Asam (mg KOH/ g sampel) |
|-------------------------------|---|---------------------------------|-----|-----|--------------------------|------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| | | a | b | c | | | | |
| 1 : 1 | 1 | 2,3 | 2,3 | 2,4 | 2,3 | 0,5136 | 23 | 23 |
| | 2 | 2,4 | 2,4 | 2,4 | 2,4 | 0,5051 | 24 | |
| 1 : 2 | 1 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 0,5021 | 25 | 26 |
| | 2 | 2,6 | 2,6 | 2,7 | 2,6 | 0,5005 | 27 | |
| 1 : 3 | 1 | 3,0 | 3,0 | 2,9 | 3,0 | 0,4979 | 30 | 29 |
| | 2 | 2,9 | 2,9 | 3,0 | 2,9 | 0,5005 | 29 | |
| 1 : 4 | 1 | 2,9 | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 0,4998 | 30 | 30 |
| | 2 | 3,0 | 2,9 | 3,0 | 3,0 | 0,5000 | 30 | |
| 1 : 5 | 1 | 3,2 | 3,2 | 3,2 | 3,2 | 0,5033 | 32 | 31 |
| | 2 | 2,9 | 2,9 | 2,8 | 2,9 | 0,5043 | 29 | |

Perhitungan Bilangan Asam Produk

Produk hasil transesterifikasi dengan perbandingan minyak dan metanol 1:1 (w/w) sampel

$$\begin{aligned} \text{Molaritas KOH} &= 0,09 \text{ M} \\ \text{Mr KOH} &= 56,11 \text{ gram/mol} \end{aligned}$$

$$1. \text{ Massa sampel} = 0,5136 \text{ gram}$$

$$\text{Volume KOH rata-rata} = \frac{(2,3 + 2,3 + 2,4) \text{ mL}}{3} = 2,3 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol KOH} &= \text{Volume KOH} \times \text{Molaritas KOH} \\ &= 2,3 \text{ mL} \times 0,09 \text{ mmol/mL} \\ &= 0,207 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa KOH} &= \text{mol KOH} \times \text{Mr KOH} \\ &= 0,207 \text{ mmol} \times 56,11 \text{ mg/mmol} \\ &= 11,61 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Bilangan Asam} &= \frac{\text{Massa KOH}}{\text{Massa Sampel}} = \frac{11,61 \text{ mg}}{0,5136 \text{ g}} = 22,60 \text{ mg-KOH/g-sampel} \\ &= 23 \text{ mg KOH/g sampel} \end{aligned}$$

$$2. \text{ Massa sampel} = 0,5051 \text{ gram}$$

$$\text{Volume KOH rata-rata} = \frac{(2,4 + 2,4 + 2,3) \text{ mL}}{3} = 2,4 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Mol KOH} &= \text{Volume KOH} \times \text{Molaritas KOH} \\ &= 2,4 \text{ mL} \times 0,09 \text{ mmol/mL} \\ &= 0,216 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa KOH} &= \text{mol KOH} \times \text{Mr KOH} \\ &= 0,216 \text{ mmol} \times 56,11 \text{ mg/mmol} \\ &= 12,12 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Bilangan Asam} &= \frac{\text{Massa KOH}}{\text{Massa Sampel}} = \frac{12,12 \text{ mg}}{0,5051 \text{ g}} = 23,99 \text{ mg-KOH/g-sampel} \\ &= 24 \text{ mg KOH/g sampel} \end{aligned}$$

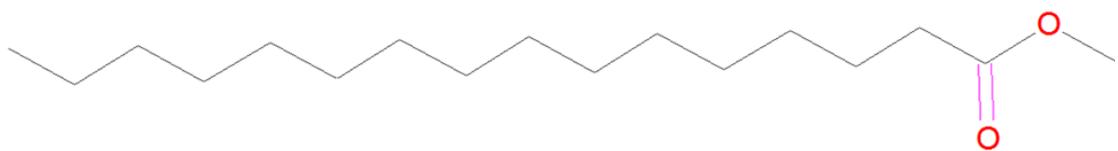
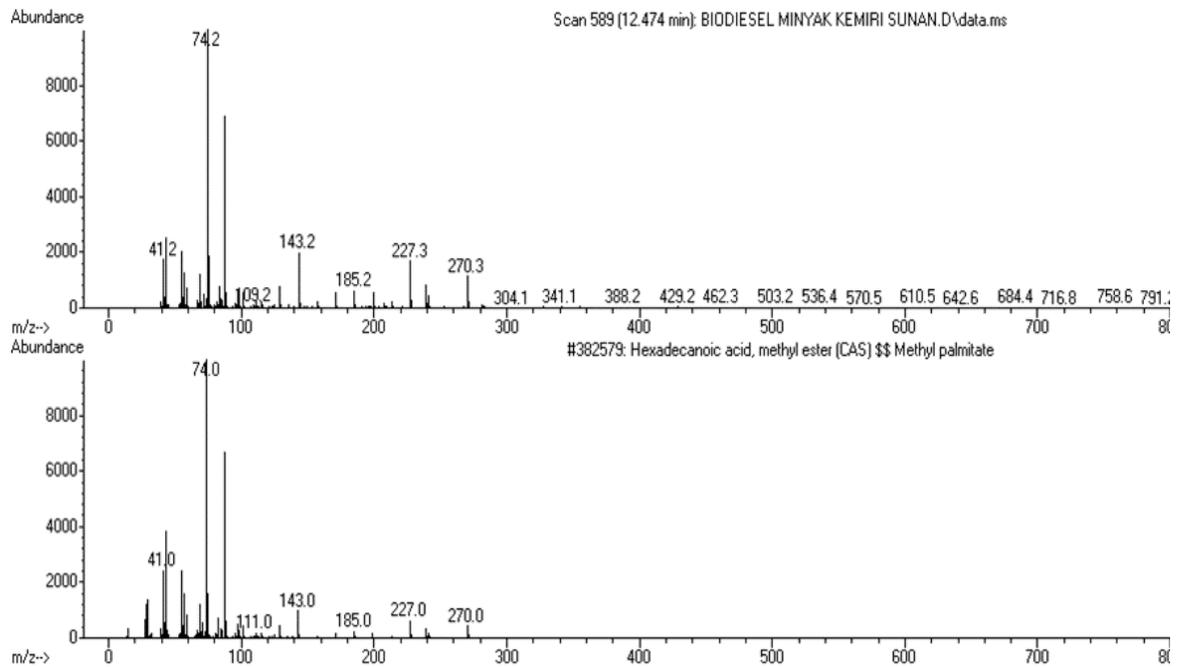
Bilangan Asam (BA) rata-rata untuk produk transesterifikasi perbandingan minyak dan metanol 1:1 (w/w) sampel adalah =

$$\frac{\text{BA 1} + \text{BA 2}}{2} = \frac{(23 + 24) \text{ mg-KOH/g-sampel}}{2} = 23 \text{ mg-KOH/g-sampel}$$

*Data Bilangan asam lainnya juga dihitung dengan cara yang sama seperti diatas

Lampiran 6. Data Spektrum MS Produk Transesterifikasi dengan Perbandingan Minyak dan Metanol (1:4)

a. Metil Heksadekanoat (Metil Palmitat)



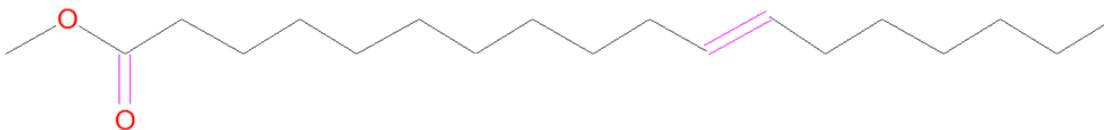
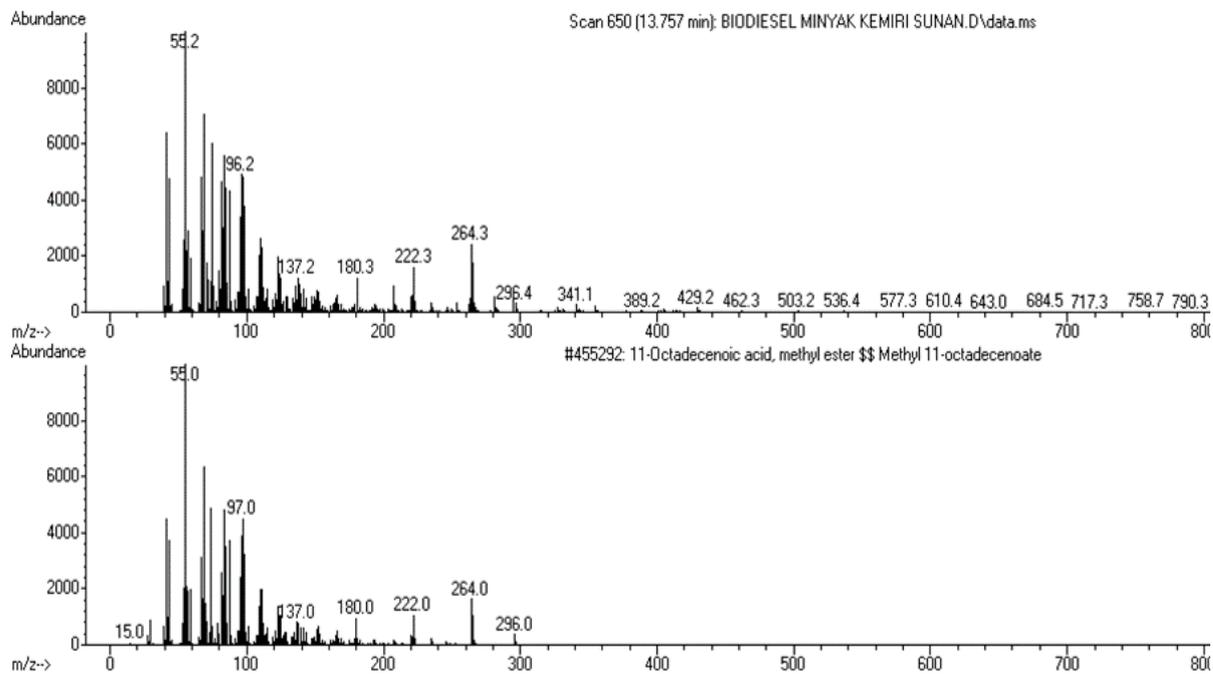
Name Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate

Molecular Formula C17H34O2

Match Quality 98

Molecular Weight 270.26

b. Metil 11-Oktadekanoat



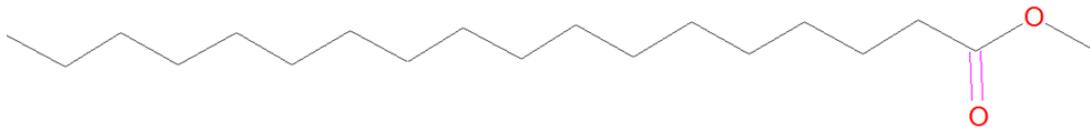
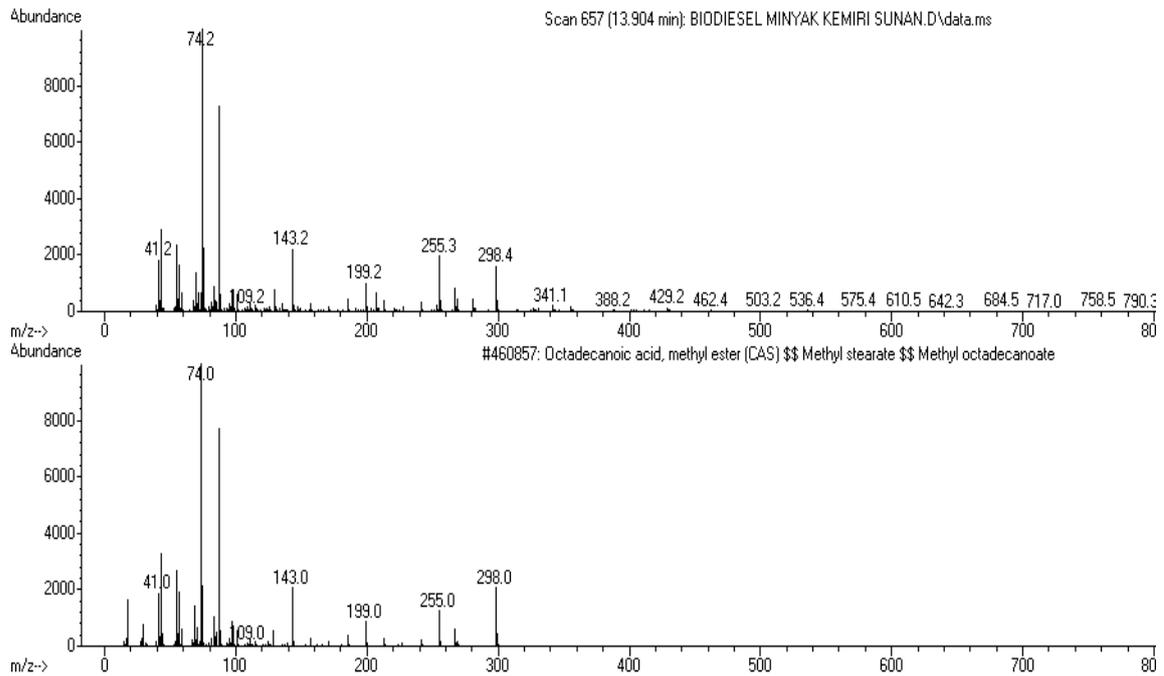
Name 11-Octadecenoic acid, methyl ester \$\$ Methyl 11-octadecenoate

Molecular Formula C19H36O2

Match Quality 99

Molecular Weight 296.27

c. Metil Oktedekanoat (Metil Stearat)



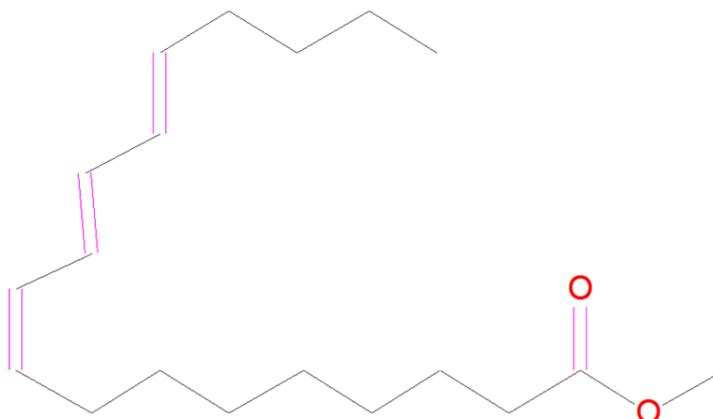
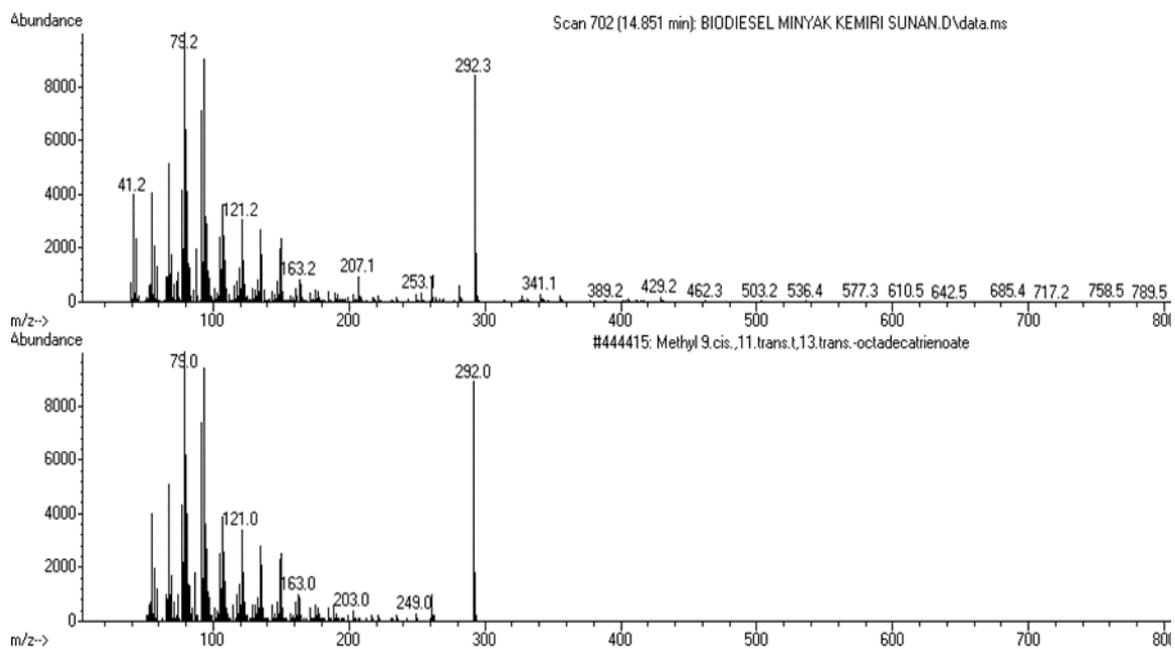
Name Octadecanoic acid, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl stearate \$\$ Methyl octadecanoate

Molecular Formula C₁₉H₃₈O₂

Match Quality 99

Molecular Weight 298.29

d. Metil 9-cis,11-trans,13-trans-oktadekatrinoat



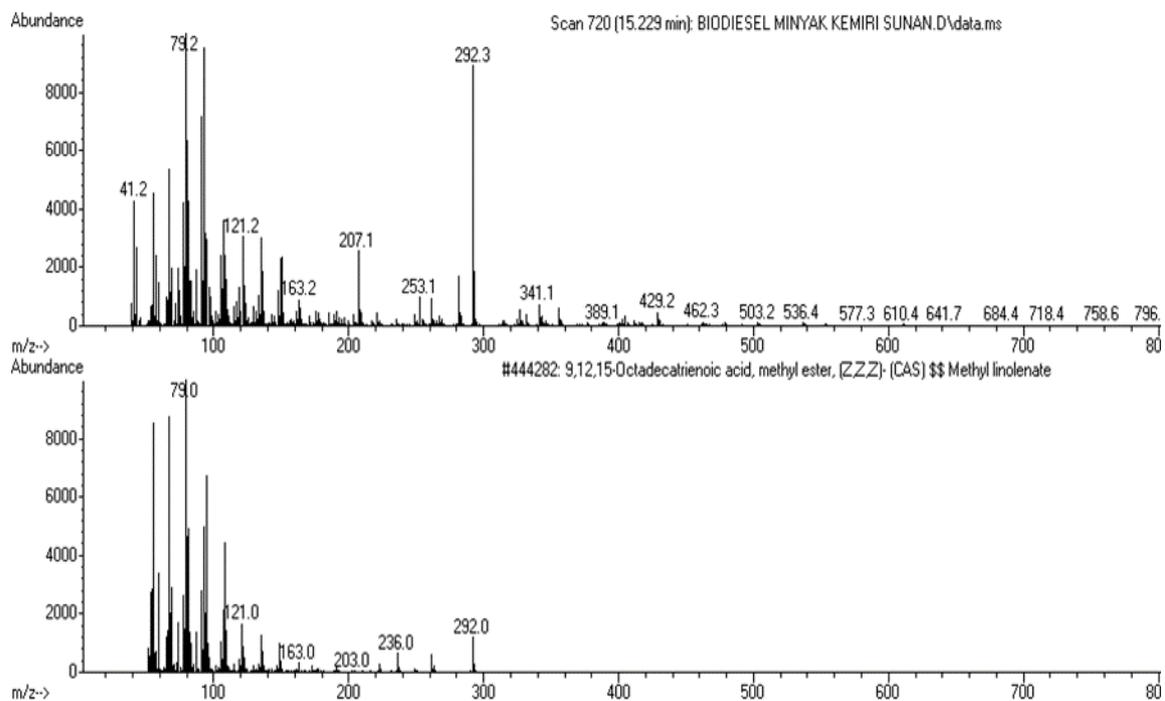
Name Methyl 9.cis.,11.trans.t,13.trans.-octadecatrienoate

Molecular Formula C₁₉H₃₂O₂

Match Quality 99

Molecular Weight 292.24

e. Metil 9,12,15-Oktadekatrinoat (Metil Linonlenat)



Name 9,12,15-Octadecatrienoic acid, methyl ester, (Z,Z,Z)- (CAS) \$\$ Methyl linolenate

Molecular Formula C19H32O2

Match Quality 89

Molecular Weight 292.24

Lampiran 7. Data Hasil Uji GC-MS Produk Biodiesel Kemiri Sunan

Library Search Report

Data Path : D:\Biodiesel\DEA DAN FITRIA\
 Data File : BIODIESEL MINYAK KEMIRI SUNAN.D
 Acq On : 3 Jul 2015 13:57
 Operator : DEA DAN FITRIA JSW
 Sample : BIODIESEL MINYAK KEMIRI SUNAN
 Misc : S1 UNJ
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Search Libraries: C:\Database\Willey9 N11.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex
 Integration Events: ChemStation Integrator - events.e

| Pk# | RT | Area% | Library/ID | Ref# | CAS# | Qual |
|-----|--------|-------|--|--------|-------------|------|
| 1 | 12.474 | 16.34 | C:\Database\Willey9 N11.L Hexadecanoic acid, methyl ester (C AS) \$\$ Methyl palmitate | 382579 | 000112-39-0 | 98 |
| | | | Hexadecanoic acid, methyl ester (C AS) \$\$ Methyl palmitate | 382610 | 000112-39-0 | 98 |
| | | | Hexadecanoic acid, methyl ester \$\$ Palmitic acid, methyl ester | 382582 | 000112-39-0 | 97 |
| 2 | 13.757 | 38.52 | C:\Database\Willey9 N11.L 11-Octadecenoic acid, methyl ester \$\$ Methyl 11-octadecenoate | 455292 | 052380-33-3 | 99 |
| | | | 11-Octadecenoic acid, methyl ester \$\$ Methyl 11-octadecenoate | 455294 | 052380-33-3 | 99 |
| | | | 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester (CAS) \$\$ Methyl oleate | 455239 | 000112-62-9 | 99 |
| 3 | 13.904 | 5.31 | C:\Database\Willey9 N11.L Octadecanoic acid, methyl ester (C AS) \$\$ Methyl stearate \$\$ Methyl octadecanoate | 460856 | 000112-61-8 | 99 |
| | | | Octadecanoic acid, methyl ester (C AS) \$\$ Methyl stearate \$\$ Methyl octadecanoate | 460857 | 000112-61-8 | 99 |
| | | | Methyl stearate \$\$ Octadecanoic acid, methyl ester \$\$ Stearic acid, methyl ester | 460852 | 000112-61-8 | 98 |
| 4 | 14.851 | 32.26 | C:\Database\Willey9 N11.L Methyl 9.cis.,11.trans.t,13.trans.-octadecatrienoate | 444415 | 998444-41-5 | 99 |
| | | | 8-Nitrobenzo[b]carbazole-6,11(5H)-dione | 442622 | 088207-04-9 | 86 |

1-(3',4'-Dimethoxyphenyl)-3-oxo-5-phenyl-4-penten-1-yne 444136 998444-13-6 83

5 15.229 7.56 C:\Database\Willey9 N11.L
 Methyl 9.cis.,11.trans.t,13.trans. 444415 998444-41-5 99
 -octadecatrienoate
 9,12,15-Octadecatrienoic acid, met 444282 000301-00-8 89
 hyl ester, (Z,Z,Z)- (CAS) \$\$ Methy
 l linolenate
 2H-Naphtho[1,8-bc]thiophene, 5-eth 444052 010245-70-2 76
 oxy-2-phenyl- (CAS)

ANALISIS BIODIESEL.M Sun Jul 12 01:34:12 2015

Area Percent Report

Data Path : D:\Biodiesel\DEA DAN FITRIA\
 Data File : BIODIESEL MINYAK KEMIRI SUNAN.D
 Acq On : 3 Jul 2015 13:57
 Operator : DEA DAN FITRIA JSW
 Sample : BIODIESEL MINYAK KEMIRI SUNAN
 Misc : S1 UNJ
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: events.e
 Integrator: ChemStation

Method : C:\msdchem\1\METHODS\ANALISIS BIODIESEL.M
 Title :

Signal : TIC: BIODIESEL MINYAK KEMIRI SUNAN.D\data.ms

| peak # | R.T. min | first scan | max scan | last scan | PK TY | peak height | corr. area | corr. % max. | % of total |
|--------|----------|------------|----------|-----------|-------|-------------|------------|--------------|------------|
| 1 | 12.480 | 586 | 589 | 593 | PV | 5680834 | 113770212 | 42.42% | 16.341% |
| 2 | 13.755 | 639 | 650 | 654 | BV 2 | 8334750 | 268202370 | 100.00% | 38.523% |
| 3 | 13.908 | 654 | 657 | 676 | PB | 3061118 | 36984430 | 13.79% | 5.312% |
| 4 | 14.855 | 678 | 702 | 705 | BV | 7329333 | 224610473 | 83.75% | 32.262% |
| 5 | 15.239 | 713 | 720 | 725 | BV | 2410279 | 52650220 | 19.63% | 7.562% |

Sum of corrected areas: 696217705

ANALISIS BIODIESEL.M Sun Jul 12 01:37:53 2015

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Dengan ini, saya yang bertanda tangan di bawah ini, mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta

Nama : Fitria Nurul Khairunnisa

Nomor Registrasi : 3325110291

Jurusan : Kimia

Program Studi : Kimia

menyatakan bahwa skripsi yang saya buat dengan judul "**Pengaruh Perbandingan Minyak dan Metanol pada Reaksi Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biodiesel dari Minyak Kemiri Sunan (*Reutealis trisperma* (Blanco) Airy Shaw) Menggunakan Katalis CaO dan Gelombang Mikro**" adalah:

1. Dibuat dan diselesaikan oleh saya sendiri berdasarkan data penelitian yang diperoleh dari hasil penelitian pada bulan Februari – Juli 2015.
2. Bukan merupakan duplikat skripsi yang pernah dibuat oleh orang lain atau jiplakan karya tulis orang lain.

Pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya dan saya bersedia menanggung segala akibat yang timbul jika pernyataan ini tidak benar.

Jakarta, Juli 2015

Yang membuat pernyataan



Fitria Nurul Khairunnisa

DAFTAR RIWAYAT HIDUP



Fitria Nurul Khairunnisa lahir di Jakarta pada tanggal 01 April 1993 dari pasangan bapak Muchyanto dan ibu Sumarni. Penulis merupakan anak kedua dari tiga bersaudara. Saat ini penulis beralamat di Jalan Raya Ciracas Gg. Nisin RT 005 RW 07 Nomor 68, Jakarta Timur.

Riwayat Pendidikan. Penulis memulai pendidikannya dari bangku taman kanak-kanak di TK Islam Wahyu Bhakti pada tahun 1998-1999. Selanjutnya menyelesaikan pendidikan di SD Negeri Ciracas 03 Pagi tahun 1999-2005, SMP Negeri 09 Jakarta tahun 2005-2008, dan SMA Negeri 58 Jakarta tahun 2008-2011. Setelah menyelesaikan Sekolah Menengah Atas, pada tahun yang sama yaitu ditahun 2011, penulis mendapat kesempatan untuk berkuliah sebagai mahasiswi Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Jakarta melalui jalur SNMPTN undangan.

Pengalaman Organisasi. Penulis aktif dalam kegiatan pramuka saat duduk di bangku SD, saat SMP penulis menjadi anggota OSIS dan aktif dalam ekstrakurikuler ROHIS dan PMR. Saat menduduki bangku SMA, penulis aktif dalam ekstrakurikuler ROHIS dan menjadi bendahara FESTRADE (*Fifty Eight Saman Traditional Dance*) periode 2009/2010 serta menjadi wakil ketua KARANG TARUNA. Selama menyelesaikan masa studi di Jurusan Kimia, Universitas Negeri Jakarta, penulis pernah berpartisipasi dalam kegiatan Temu Kimia XVII sebagai panitia Kunjungan Industri.

Selain itu selama masa kuliah, penulis pernah menjadi Asisten Laboratorium untuk mata kuliah Kimia Unsur pada semester 101 dan Kimia Analisis Instrumen pada semester 102 tahun akademik 2014/2015. Penulis juga pernah berpartisipasi dalam kegiatan Pelangi Matematika dalam acara “Seminar Pendidikan Pagelaran Ilmiah”.