

**STUDI PROSES PRODUKSI BIODIESEL  
DARI BIJI KARET (*HEVEA BRASILIENSIS*)  
DENGAN METODE (TRANS)ESTERIFIKASI IN SITU**



**TESIS**  
untuk memenuhi persyaratan  
mencapai derajat Sarjana S-2

**Magister Teknik Kimia**

**Agam Duma Kalista Wibowo**  
**2103011140001**

**PROGRAM PASCASARJANA  
UNIVERSITAS DIPONEGORO  
SEMARANG**

**Mei 2013**

## HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :  
NAMA : Agam Duma Kalista Wibowo  
NIM : 21030111400001  
Jurusan/Program Studi : Magister Teknik Kimia  
Judul Skripsi : Studi proses produksi biodiesel dari biji karet (*Hevea brasiliensis*) dengan metode (trans)esterifikasi in situ

**Telah berhasil dipertahankan di hadapan Tim Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Master pada Jurusan / Program Studi Magister Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.**

### TIM PENGUJI

Pembimbing : Dr. Widayat, ST, M.T. ( ttd )  
Pembimbing : Dr. Hadiyanto, ST, M.Sc. ( ttd )  
Penguji : Prof. Dr. Ir. Purwanto, DEA ( ttd )  
Penguji : Dr. Andri Cahyo Kumoro, S.T., M.T. ( ttd )

Semarang, 20 Mei 2013

Jurusan/Program Studi  
Ketua,

ttd

Dr. Moh. Djaeni, S.T., M.Eng  
NIP.19710207 199512 1 001

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri,  
dan semua sumber baik yang dikutip maupun yang dirujuk  
telah saya nyatakan dengan benar.**

NAMA : Agam Duma Kalista Wibowo  
NIM : 21030111400001  
Tanda Tangan : ttd  
Tanggal : 20 Mei 2013

## **HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademika Universitas Diponegoro, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Agam Duma Kalista Wibowo  
NIM : 21030111400001  
Jurusan/Program Studi : Magister Teknik Kimia  
Departemen : Teknik Kimia  
Fakultas : Teknik  
Jenis Karya : Tesis

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Diponegoro **Hak Bebas Royalti Noneksklusif** (*None-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Studi proses produksi biodiesel dari biji karet (*Hevea brasiliensis*) dengan metode (trans)esterifikasi in situ**

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti/Noneksklusif ini Universitas Diponegoro berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Semarang  
Pada Tanggal : 20 Mei 2013

Yang menyatakan

ttd

(Agam Duma Kalista Wibowo)

## ABSTRAK

Biodiesel merupakan metil ester atau etil asam lemak yang terbuat dari minyak sayur (*edible* dan *nonedible*) atau lemak hewan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memproduksi biodiesel dari biji karet dengan metode *in situ* dengan sasaran sebagai bahan bakar alternatif ramah lingkungan dari bahan *nonedible*. Penelitian ini memfokuskan pada pengaruh waktu reaksi, konsentrasi katalis, rasio bahan baku terhadap metanol, serta mencari model kinetika yang sesuai untuk proses produksi biodiesel secara *in situ* ini. Pada tahap pertama (penelitian pendahuluan) dilakukan untuk mendapatkan waktu reaksi yang sesuai berdasarkan densitas dan viskositas campuran yang dihasilkan dengan menggunakan konsentrasi katalis  $H_2SO_4$  0,5% (v/v) dan KOH 0.5% (w/v) dan rasio bahan baku terhadap metanol (1:2). Pada tahap kedua (penelitian utama) dilakukan variasi konsentrasi katalis 0,1-1% selanjutnya dilakukan variasi rasio bahan baku terhadap metanol 1:1.5-1:3 (w:v). Penelitian perbandingan dilakukan juga dengan rasio bahan baku terhadap metanol (1:7) dan penelitian studi kinetika. Tahapan kerja pada penelitian ini adalah persiapan sampel, produksi biodiesel, pemurnian biodiesel dan karakterisasi biodiesel meliputi densitas, viskositas, analisis dengan GC, bilangan asam serta bilangan Iod. Hasil penelitian pendahuluan dan utama menunjukkan bahwa untuk masing-masing katalis basa dan asam, waktu reaksi (trans)esterifikasi adalah 90 dan 120 menit, konsentrasi katalis terbaik adalah 0,1% dan 0,25%, rasio bahan baku terhadap metanol terbaik adalah (1:3) dengan *yield* FAME tertinggi adalah 58,79% dan 91,05%. Hasil penelitian studi kinetika didapatkan nilai konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) adalah 0,0001/menit, dan nilai konstanta laju reaksi esterifikasi ( $k_f$ ) adalah 0,0020/menit.

**Kata kunci :** Biodiesel, biji karet, *in situ*, (trans)esterifikasi, *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME).

---

## ABSTRACT

*Biodiesel is fatty acids methyl or ethyl esters made from vegetable oils (edible and non edible) or animal fats. The objective of this research was conducted on production of biodiesel from rubber seeds by in situ method with a goal for environmentally friendly alternative fuels from non edible raw materials. This research focuses on influence of reaction time, concentration of catalyst and ratio of raw materials to methanol as well as to find the suitable kinetic models for biodiesel production process by in situ method. At the first stage (preliminary study) was carried out in order to get reaction time based on the density and viscosity of mixture by using  $H_2SO_4$  0.5% (v/v) and KOH 0.5% (w/v) as catalyst and ratio rubber seed to methanol (1:2). At the second stage (main study), the experiment performed variations of catalyst concentration of 0.1-1% and the third stage performed variations of ratio of raw materials to methanol 1:1.5-1:3 (w:v). The comparison researches also carried out with the ratio of raw materials to methanol (1:7) and kinetics studies research. Research methods included, the preparation of samples, biodiesel production, biodiesel purification, and biodiesel characterization includes density, viscosity, GC analysis, acid value and Iodine number. The preliminary and main study results showed that the reaction time of (trans)esterification were 90 and 120 minutes, the best catalyst concentration were 0.1% and 0.25%, the best ratio of raw materials to methanol was (1:3) and the highest yield of FAME were 58,79% and 91,05% for alkaline and acid catalyst respectively. The result of kinetics study showed that the extraction rate constants ( $k$ ) was 0.0001/min, the order of extraction ( $n$ ) was 0,4850 and the esterification reaction rate constants ( $k_f$ ) was 0.0020/min.*

**Keywords :** Biodiesel, rubber seeds, *in situ*, (trans)esterification, *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME)

## KATA PENGANTAR

Bismillahirrohmanirrohim

Assalamu'alaikum Wr Wb

Puji syukur selalu ku panjatkan kepada Allah SWT Rabb semesta alam yang telah memberikan kekuatan sehingga penulis dapat menyelesaikan tesis ini. Shalawat serta salam tak lupa selalu tercurah kepada Nabi Muhammad SAW seorang suri tauladan yang baik bagi seluruh umat manusia

Tesis ini dibuat dalam rangka memenuhi salah satu persyaratan dalam pendidikan pascasarjana strata 2 (S-2) pada jurusan Magister Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.

Penulis pun ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan tesis ini yaitu :

1. Bpk Dr. Widayat, S.T., M.T. selaku dosen pembimbing I yang selalu membimbing penulis sehingga tesis ini dapat diselesaikan.
2. Bpk Dr. Hadiyanto, S.T., M.Sc. selaku pembimbing II, yang telah membagi ilmunya kepada penulis.
3. Bpk Prof. Dr. Ir. Purwanto, DEA., selaku penguji I yang telah memberikan ilmu, saran dan kritik kepada penulis.
4. Bpk Dr. Andri Cahyo Kumoro, S.T., M.T., selaku penguji II yang telah memberikan masukan yang berguna kepada penulis.
5. Bpk Dr. Moh. Djaeni, S.T., M.Eng., selaku Ketua Jurusan Magister Teknik Kimia UNDIP beserta jajarannya yang selalu mendukung dan membantu.
6. Bpk Dr. rer. nat. Heru Susanto, S.T., M.T., yang telah memberikan fasilitas tempat dan alat penunjang penelitian di laboratorium separasi.
7. Istriku Rizki Megawati dan anakku Arkan Falah Az-Zayyan atas cinta, kasih sayang serta dukungannya.
8. Ayahku Laksono Wibowo dan (alm) Ibuku Ecin Siti Kuraesin tercinta dan adik-adikku yang tersayang Masgum Humanior Wibowo dan Vega Methareum Wibowo yang telah mendoakan, memberikan dorongan moril maupun materil.

9. Ibu mertuaku Sukmayati beserta keluarga yang selalu memberikan semangat.
10. Seluruh dosen S-2 Teknik Kimia UNDIP yang telah memberikan ilmunya.
11. Seluruh teman-teman S-2 Teknik Kimia UNDIP angkatan 2010 s.d. 2012 dan teman-teman S-1 yang tidak dapat disebutkan namanya satu-persatu yang selalu membantu.
12. Teman-teman C-BIORE dan MER-C UNDIP yang selalu mendukung.
13. Teman-teman seperjuangan, ust Hasib dan ust Sugeng yang telah berbagi dan memberikan ilmunya.
14. Teman-teman kosanku serta pemilik kosan yang selalu menolong.
15. Seluruh pihak yang telah membantu demi kelancaran penelitian dan pembuatan tesis ini.

Semoga tesis ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang membutuhkan dan sebidang ilmu teknik kimia.

Wassalamu'alaikum Wr Wb

Semarang, Mei 2013

**Agam Duma K W**

## DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	iv
ABSTRAK / INTISARI	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1. Karet dan biji karet	5
2.2. Minyak dan lemak	8
2.3. Komposisi dalam minyak nabati	10
2.3.1. Trigliseida	10
2.3.2. Asam lemak bebas	12
2.4. Biodiesel	13
2.5. Proses reaksi pembuatan biodiesel	16
2.5.1. Esterifikasi	16
2.5.2. Transesterifikasi	17
2.6. Metode pembuatan biodiesel	19
2.6.1. Transesterifikasi konvensional	19
2.6.2. (Trans)esterifikasi in situ	20
2.7. Faktor-faktor yang mempengaruhi pembuatan biodiesel dari minyak biji karet	22
2.7.1. Pada proses esterifikasi asam	22
2.7.2. Pada proses transesterifikasi basa	23
2.8. Kinetika laju reaksi esterifikasi	23
2.9. Kinetika laju ekstraksi	25
2.10. Kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ	26
2.11. Syarat Mutu Biodiesel	27
BAB III METODE PENELITIAN	30
3.1. Diagram alir percobaan secara umum	30
3.2. Tempat dan waktu pelaksanaan	31
3.3. Alat dan bahan	31



3.3.1. Alat	31
3.3.2. Bahan	33
3.4. Variabel operasi	33
3.4.1. Penelitian pendahuluan	33
3.4.2. Penelitian utama tahap 1	34
3.4.3. Penelitian utama tahap 2	34
3.5. Rancangan percobaan	35
3.6. Respon dan pengolahan data	36
3.7. Metode analisis	37
3.7.1. Uji karakteristik biodiesel	37
3.7.2. Menghitung <i>yield</i> FAME (biodiesel)	37
3.7.3. Menghitung konstanta laju ekstraksi dan laju reaksi esterifikasi in situ	37
3.8. Prosedur percobaan	38
3.8.1. Prosedur percobaan penelitian pendahuluan	38
3.8.2. Prosedur percobaan penelitian utama	39
3.9. Diagram alir percobaan	40
3.9.1. Diagram alir percobaan penelitian pendahuluan	40
3.9.2. Diagram alir percobaan penelitian utama	41
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	43
4.1. Penelitian pendahuluan	44
4.2. Pengaruh konsentrasi katalis	46
4.3. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol	51
4.4. Analisis biodiesel	53
4.5. Model kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ	58
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	64
5.1. Kesimpulan	64
5.2. Saran	64
BAB VI RINGKASAN	65
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	72

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1.1. Konsumsi energi di Indonesia pada tahun 2010	1
Tabel 1.2. Cadangan minyak bumi Indonesia 2007-2011	1
Tabel 2.1. Luas lahan dan produksi karet di Indonesia	5
Tabel 2.2. Kandungan minyak dalam beberapa biji-bijian	7
Tabel 2.3. Komposisi isi biji karet	7
Tabel 2.4. Propertis dari minyak biji karet dibandingkan dengan minyak lainnya	8
Tabel 2.5. Karakteristik perbandingan solar dan biodiesel	28
Tabel 2.6. Karakteristik minyak biji karet dan biodiesel dari biji karet	29
Tabel 4.1. Hasil analisis proksimat kandungan bahan baku biji karet dibandingkan dengan peneliti lain.	43
Tabel 4.2. Data hasil pembandingan produk biodiesel pada berbagai variasi produksi biodiesel dari biji karet secara in situ	57
Tabel 4.3. Perbandingan konstanta laju, SSE dan $R^2$ dari tiap asumsi	63

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Beberapa gambar karet ( <i>Hevea brasiliensis</i> )	6
Gambar 2.2. Struktur kimia kolesterol dan fitosterol	9
Gambar 2.3. Struktur molekul minyak nabati dan lemak hewani	11
Gambar 2.4. Struktur molekul asam lemak bebas	12
Gambar 2.5. Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi metil ester	16
Gambar 2.6. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi alkil ester	17
Gambar 2.7. Blok diagram pembuatan biodiesel konvensional	19
Gambar 2.8. Blok diagram pembuatan biodiesel secara in situ	20
Gambar 3.1. Kerangka percobaan secara umum	30
Gambar 3.2. Rangkaian alat percobaan sistem <i>mixing</i>	31
Gambar 3.3. Rangkaian alat percobaan sistem kolom	32
Gambar 3.4. Diagram alir percobaan tahap penelitian pendahuluan	40
Gambar 3.5. Diagram alir percobaan tahap pembuatan biodiesel	41
Gambar 3.6. Diagram alir percobaan tahap pemurnian biodiesel	42
Gambar 4.1. Grafik viskositas kinematik dan densitas campuran biodiesel terhadap waktu	46
Gambar 4.2. Gambar produk biodiesel	47
Gambar 4.3. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap densitas dan viskositas kinematik biodiesel	48
Gambar 4.4. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap <i>yield</i> FAME	50
Gambar 4.5. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol dengan densitas & viskositas kinematik biodiesel	52
Gambar 4.6. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol dengan <i>yield</i> FAME	52
Gambar 4.7. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap bilangan asam & bilangan Iod	53
Gambar 4.8. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol pada bilangan asam & bilangan Iod	54
Gambar 4.9. Kromatogram GC biodiesel pada konsentrasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (v/v)	56
Gambar 4.10. Kromatogram GC biodiesel pada konsentrasi KOH 0,25% (w/v)	56
Gambar 4.11. Grafik kinetika laju reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu (SSE = 0,051, R <sup>2</sup> = 0,96)	60
Gambar 4.12. Grafik kinetika laju ekstraksi terhadap waktu (C <sub>FA</sub> ≠ 0) (SSE = 0,1871, R <sup>2</sup> = 0,87)	61
Gambar 4.13. Grafik kinetika laju ekstraksi terhadap waktu (C <sub>FA</sub> = 0) (SSE = 4,2986, R <sup>2</sup> = 2,74x10 <sup>-5</sup> )	61
Gambar 4.14. Grafik kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu (C <sub>FA,s</sub> = 4,16%, SSE = 0,051, R <sup>2</sup> = 0,96)	62
Gambar 4.15. Grafik kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu (C <sub>FA,s</sub> = 3%, SSE = 0,051, R <sup>2</sup> = 0,96)	62

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Data hasil penelitian	72
Lampiran 2. Perhitungan	74
Lampiran 3. Cara kerja	97
Lampiran 4. Foto kegiatan penelitian	102

*Dipersembahkan kepada keluargaku tercinta  
karena Allah SWT:  
Istriku Rizki Megawati  
Anakku Arkan Falah Az-zayyan  
Abiku Laksono Wibowo  
Ummiku (Alm) Ecin Siti Kuraesin  
Dan Ibu mertuaku Sukmayati  
serta adik-adikku yang kusayangi  
Masgum Humanior Wibowo  
dan Vega Methareum Wibowo*

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

مَثَلُ الَّذِينَ حُمِّلُوا التَّوْرَةَ ثُمَّ لَمْ يَحْمِلُوهَا كَمَثَلِ  
الْجِمَارِ يَحْمِلُ أَسْفَارًا بِئْسَ مَثَلُ الْقَوْمِ الَّذِينَ كَذَّبُوا بِآيَاتِ  
اللَّهِ وَاللَّهُ لَا يَهْدِي الْقَوْمَ الظَّالِمِينَ ﴿٥﴾

*Artinya :*

*Perumpamaan orang-orang yang dipikulkan kepadanya Taurat, kemudian mereka tiada memikulnya adalah seperti kedelai yang membawa kitab-kitab yang tebal. Amatlah buruknya perumpamaan kaum yang mendustakan ayat-ayat Allah itu. Dan Allah tiada memberi petunjuk kepada kaum yang zalim.  
(QS Al-Jumu'ah:5)*

*Siapa yang berjalan di jalan untuk menuntut ilmu, maka Allah akan memudahkan jalannya ke syurga  
(HR Muslim)*

*Sesungguhnya jiwa ini adalah milik Allah SWT, maka untuk apa lagi kita hidup kalau bukan untuk beribadah pada Allah SWT. (Agam D)*

*Teruntuk aktivis dakwah, mudah-mudahan tesis ini menjadi inspirasi bagi antum dan kita selalu istiqomah di dalam jamaah dan jalan dakwah ini. Amin*

*Wallahu Alam*

# I. PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Bahan bakar minyak adalah sumber energi dengan konsumsi yang terbesar untuk saat ini di Indonesia jika dibandingkan dengan sumber energi lainnya. Konsumsi minyak di Indonesia mencapai 363,52 juta BOE atau sekitar 36,41% dari konsumsi total energi yang mencapai 998,53 juta BOE. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 1.1

Tabel 1.1. Konsumsi energi di Indonesia pada tahun 2010 (Syahrial et al., 2011)

<b>Sumber energi</b>	<b>Jumlah (juta BOE)</b>	<b>%</b>
Batubara	136.54	13.67
Minyak	363.52	36.41
Gas	86.9	8.70
Listrik	90.35	9.05
Briket	0.29	0.03
LPG	32.49	3.25
Biomassa	288.44	28.89
<b>Total</b>	<b>998.53</b>	<b>100.00</b>

Ket : BOE (*Barrel Oil Equivalent*)

Besarnya konsumsi minyak tersebut berbanding terbalik dengan cadangan minyak bumi di Indonesia yang semakin berkurang dari tahun ke tahun. Tahun 2011 tersisa total 7,73 milyar barel, turun 0,3% dari tahun 2010 seperti pada Tabel 1.2. berikut

Tabel. 1.2. Cadangan minyak bumi Indonesia 2007-2011 (Syahrial et al., 2011)

(Milyar Barel)			
<b>Tahun</b>	<b>Terbukti</b>	<b>Potensial</b>	<b>Total</b>
2007	3.99	4.41	8.4
2008	3.75	4.47	8.22
2009	4.3	3.7	8
2010	4.23	3.53	7.76
2011	4.04	3.69	7.73

Untuk mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi dan memenuhi persyaratan lingkungan global, satu-satunya cara adalah dengan pengembangan bahan bakar alternatif ramah lingkungan. Salah satu energi alternatif adalah biodiesel.

Biji karet memiliki kandungan minyak yang cukup tinggi sekitar 40-50% (Ketaren, 1986), oleh karena itu dapat menjadi salah satu bahan baku dalam pembuatan biodiesel di Indonesia. Indonesia merupakan negara dengan luas lahan karet terbesar di dunia dengan luas areal mencapai 3,4 juta hektar dengan produksi karet nasional mencapai 2,6 juta ton pada tahun 2009 (Parhusip, 2008). Adapun bagi tanaman karet, biji karet belum banyak dimanfaatkan, padahal kadar minyaknya cukup besar sekitar 40-50% (Ramadhas et al., 2005). Pemanfaatan biji karet sebagai bahan baku pembuatan biodiesel cukup potensial di Indonesia.

Saat ini, sebagian besar biodiesel dihasilkan dari minyak *Crude Palm Oil* menggunakan metanol dan katalis basa. Penelitian-penelitian tentang proses produksi biodiesel sangat beragam, ada yang memakai proses katalis asam homogen (Furukawa et al., 2010) proses superkritis (Deshpande et al., 2010), proses enzimatik (Sotoft et al., 2010), proses katalis asam heterogen (Jitputti et al., 2006) dan teknik *sonication* (Ragavan, 2011). Pemilihan katalis sangat berpengaruh terhadap *yield* biodiesel yang dihasilkan. Kandungan asam lemak bebas/*free fatty acid* (FFA) dalam bahan baku juga berpengaruh terhadap produksi biodiesel. Proses transesterifikasi mensyaratkan kadar FFA yang sedikit dan reaktan harus anhidrat. Keberadaan asam lemak bebas dapat menghasilkan sabun dan akan meningkatkan viskositas atau pembentukan gel sehingga dapat menurunkan konversi dan menghambat pemisahan. Proses esterifikasi asam dapat digunakan untuk bahan baku minyak yang memiliki kandungan FFA lebih tinggi dari 3%. Proses esterifikasi-transesterifikasi dua tahap dikembangkan untuk menghasilkan biodiesel dari bahan baku minyak/lemak yang mengandung FFA tinggi (Pandey, 2009).

Untuk memperoleh bahan baku minyak nabati, biji terlebih dahulu dikempa dengan proses mekanik atau ekstraksi dengan bahan kimia. Minyak selanjutnya



dilakukan proses *pretreatment* seperti *degumming*. Dengan adanya proses ini tentunya membutuhkan biaya yang tidak sedikit.

Proses pembuatan biodiesel dari minyak biji karet (Ramadhas et al., 2005) menggunakan metode dua tahap esterifikasi-transesterifikasi, Proses ini tentunya masih mempunyai kekurangan yang sama yaitu adanya proses *pretreatment*. (Georgogianni et al., 2007). Proses produksi biodiesel yang dapat menghemat biaya adalah (trans)esterifikasi in situ. Cara ini bisa menghilangkan biaya terkait dengan ekstraksi pelarut dan pemurnian minyak, sehingga langkah-langkah dalam produksi alkil-ester (biodiesel) menjadi lebih sederhana dengan demikian dapat mengakibatkan penurunan biaya produksi (Hincapie et al., 2011).

Transesterifikasi in situ dikenalkan pertama kali oleh Harrington & Evans (1985) dengan bahan baku biji bunga matahari, kemudian esterifikasi in situ dari dedak padi (Ozgul and Turkay, 1993) dan berkembang seterusnya hingga terakhir dilakukan transesterifikasi in situ dari biji jarak (Hincapié et al., 2011). Dengan demikian penelitian ini akan memproduksi biodiesel dari biji karet dengan proses in situ.

## 1.2. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, permasalahan dalam proses produksi biodiesel secara konvensional di antaranya membutuhkan waktu yang lama minimal 5 jam, bahan baku dari minyak nabati serta proses pemisahan produk dan katalis yang masih sulit. Dengan demikian dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut :

- a. Bagaimana pengaruh waktu reaksi, pengaruh konsentrasi katalis asam dan atau basa serta pengaruh rasio bahan baku dengan metanol terhadap *yield* biodiesel dengan proses in situ ini?
- b. Parameter apakah yang paling berpengaruh dalam pembuatan biodiesel ini?
- c. Bagaimanakah hasil *yield* biodiesel yang dihasilkan dari dua metode in situ yang dipakai yaitu dengan sistem *mixing* dan dengan alat sistem kolom (trans)esterifikator in situ?

- d. Berapakah nilai konstanta laju ekstraksi dan konstanta reaksi esterifikasi proses in situ ini berdasarkan model kinetiknya?

### 1.3. Tujuan Penelitian

Secara umum penelitian ini bertujuan untuk memproduksi biodiesel dari biji karet secara in situ. Secara khusus penelitian ini bertujuan untuk :

- a. Mempelajari pengaruh waktu reaksi, pengaruh konsentrasi katalis asam dan atau basa, pengaruh rasio bahan baku dengan metanol terhadap *yield* biodiesel.
- b. Menentukan parameter yang paling berpengaruh dalam pembuatan biodiesel dari biji karet dengan proses in situ.
- c. Membandingkan *yield* biodiesel yang dihasilkan dari dua metode in situ yang dipakai yaitu dengan sistem *mixing* dan dengan alat sistem kolom (trans)esterifikator in situ.
- d. Menggabungkan model kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ sehingga diketahui nilai konstanta laju ekstraksi dan konstanta laju reaksi esterifikasinya.

### 1.4. Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini di antaranya adalah :

- a. Penelitian ini dapat memberikan manfaat dalam proses produksi biodiesel, sehingga menghasilkan proses yang lebih efisien, disamping itu pemanfaatan biji karet yang merupakan bahan baku *nonedible*, dapat mengalihkan bahan baku minyak-minyak nabati yang diperoleh dari minyak *edible*.
- b. Dengan adanya publikasi ilmiah dapat membantu dalam perkembangan ilmu pengetahuan khususnya dalam proses produksi biodiesel dan juga sebagai bahan bakar alternatif yang dapat dicampurkan ke dalam petrodiesel sehingga konsumsi petrodiesel dapat ditekan.

## II. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Karet dan biji karet

Tanaman karet (*Havea brasiliensis*) berasal dari negara Brazil. Tahun 1864 untuk pertama kalinya tanaman karet diperkenalkan di Indonesia. Mula-mula karet ditanam di Kebun Raya Bogor sebagai tanaman koleksi selanjutnya dikembangkan ke beberapa daerah sebagai tanaman perkebunan komersil. Daerah yang pertama kali digunakan sebagai tempat uji coba penanaman karet adalah Pamanukan dan Ciasem, Jawa Barat. Jenis yang pertama kali diujicobakan di kedua daerah tersebut adalah species *Ficus elastica* atau karet rembung. Jenis karet *Havea brasiliensis* baru ditanam di Sumatera bagian timur pada tahun 1902 dan di Jawa pada tahun 1906 (Tim Penebar Swadaya, 2008).

Karet adalah polimer dari satuan isoprena (politerpena) yang tersusun dari 5000 hingga 10.000 satuan dalam rantai tanpa cabang. Tiga ikatan pertama dalam polimer bersifat trans dan selanjutnya cis. Senyawa ini terkandung pada lateks pohon penghasilnya (Anonim, 2011).

Terdapat 3 jenis perkebunan karet yang ada di Indonesia, yaitu Perkebunan Rakyat (PR), Perkebunan Besar Negara (PBN) dan Perkebunan Besar Swasta (PBS). Berikut adalah luas dan produksi karet di Indonesia (Parhusip, 2008).

Tabel 2.1. Luas lahan dan produksi karet di Indonesia (Parhusip, 2008)

Tahun	Luas lahan (ribu Ha)			Total	Produksi (ribu ton)			Total
	PR	PBN	PBS		PR	PBN	PBS	
2002	2825.5	221.2	271.7	3318.4	1226.6	186.5	217.2	1630.3
2003	2772.5	241.6	276	3290.1	1396.2	191.7	204.4	1792.3
2004	2747.9	239.1	275.3	3262.3	1662	196.1	207.7	2065.8
2005	3851.1	237.6	274.8	4363.5	1838.7	209.8	222.4	2270.9
2006	3880.4	237.9	275.4	4393.7	1916.5	218.7	231.8	2367
2007	2841	241.7	279.8	3362.5	1986.4	226.7	240.3	2453.4
2008	2886.4	245.5	284.2	3416.1	2005.1	234.5	248.6	2488.2
2009 *	2932.6	249.5	288.8	3470.9	2123.6	242.4	256.8	2622.8

Ket : PR (Perkebunan Rakyat), PBN (Perkebunan Besar Negara), PBS (Perkebunan Besar Swasta)

Jumlah biji karet yang dihasilkan dari satu hektar tanaman sangat bervariasi, yaitu sekitar 3.000-450.000 butir/ha/tahun. (Balai Penelitian Sembawa, 2009). Jika asumsi 1 hektar menghasilkan 200.000 butir biji karet/tahun yang terbang, maka, dengan luas total areal perkebunan karet di Indonesia sekitar 3,4 juta hektar, potensi biji karet yang dapat dimanfaatkan untuk biodiesel adalah 680 milyar butir biji karet/tahun.

Karet adalah bahan utama pembuatan ban, beberapa alat-alat kesehatan, alat-alat yang memerlukan kelenturan dan tahan guncangan. Biji karet diperoleh sebagai produk sampingan dari budidaya karet selain lateksnya. Gambar 2.1 (a) adalah pohon karet, Gambar 2.1 (b) adalah proses penyadapan karet dan Gambar 2.1 (c) adalah biji karet.



(a) Pohon karet



(b) Proses penyadapan karet



(b) Biji karet

Gambar 2.1. Beberapa gambar karet (*Hevea brasiliensis*)

Biji karet terdiri atas 45-50 % kulit biji yang keras berwarna coklat dan 50-55% daging biji berwarna putih (Nadarajah,1969). Menurut Ramadhas et al., (2005), bagian biji karet sekitar 50-60% kernel mengandung 40-50% minyak. Berikut kandungan minyak dalam beberapa biji-bijian seperti disajikan dalam Tabel 2.2 di bawah ini.

Tabel 2.2. Kandungan minyak dalam beberapa biji-bijian (Ketaren, 1986)

<b>Kandungan</b>	<b>Jumlah %</b>
Karet	40-50
Jarak	54
Inti sawit	47-52
Wijen	35-57
Kemiri	55-65
Kacang tanah	46-52
Kacang kedelai	13,9-23,2
Jagung *	4,2-5
Jambu mete	47
Tengkawang	50-70
Kapas	19,5
Coklat	53,05

\*: Basis kering

Kadar protein di dalam biji karet ternyata cukup tinggi yaitu 22,17% begitu pula dengan karbohidrat 24,21%, komposisi lengkap biji karet tersaji dalam Tabel 2.3. di bawah ini.

Tabel 2.3. Komposisi isi biji karet (Shokib & Gumanti, 2009)

<b>Komposisi isi biji karet</b>	<b>Jumlah %</b>
Minyak	45,63
Karbohidrat	24,21
Protein	22,17
Air	3,71
Abu	2,71

Meskipun mengandung protein tinggi, biji karet tidak bisa langsung dikonsumsi dikarenakan mengandung sianida yang dapat meracuni tubuh, sehingga proses pengolahannya harus sempurna (Setiawan & Andoko, 2008).

Biji karet mengandung minyak dengan komposisi asam lemak yang berbeda dengan minyak nabati lainnya. Komposisi asam lemak yang tertinggi dari minyak

biji karet adalah asam linoleat sebesar 39,6%. Viskositas minyak biji karet merupakan yang terbesar (66,2 mm<sup>2</sup>/s) dibandingkan dengan minyak nabati lainnya. Komposisi lengkap dapat dilihat seperti yang disajikan pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4. Propertis dari minyak biji karet dibandingkan dengan minyak lainnya (Ramadhas et al, 2005)

Propertis	Minyak biji karet	Minyak bunga matahari	Minyak lobak	Minyak biji kapas	Minyak kedelai
Komposisi as. lemak (%)					
(i) Asam Palmitat C <sub>16:0</sub>	10,2	6,8	3,49	11,67	11,75
(ii) Asam Stearat C <sub>18:0</sub>	8,7	3,26	0,85	0,89	3,15
(iii) Asam Oleat C <sub>18:1</sub>	24,6	16,93	64,4	13,27	23,26
(iv) Asam Linoleat C <sub>18:2</sub>	39,6	73,73	22,3	57,51	55,53
(v) Asam Linolenat C <sub>18:3</sub>	16,3	0	8,23	0	6,31
<i>Specific gravity</i>	0,91	0,918	0,914	0,912	0,92
Viskositas (mm <sup>2</sup> /s), 40 °C	66,2	58	39,5	50	65
Titik nyala (°C)	198	220	280	210	230
Nilai kalori (MJ/kg)	37,5	39,5	37,6	39,6	39,6
Nilai asam	34	0,15	1,14	0,11	0,2

## 2.2. Minyak dan lemak

Minyak dan lemak termasuk salah satu anggota dari golongan lipid, yaitu merupakan lipid netral. Lipid itu sendiri dapat diklasifikasikan menjadi 4 kelas, yaitu : 1) lipid netral, 2) fosfatida, 3) spingolipid, dan 4) glikolipid. Minyak dan lemak yang telah dipisahkan dari jaringan asalnya mengandung sejumlah kecil komponen selain trigliserida yaitu : 1) lipid kompleks (yaitu lesithin, cephalin, fosfatida serta glikolipid), 2) sterol, berada dalam keadaan bebas atau terikat dengan asam lemak, 3) asam lemak bebas, 4) lilin, 5) pigmen yang larut dalam lemak dan 6) hidrokarbon (Ketaren, 1986).

Hal yang membedakan antara minyak dan lemak adalah dalam persenyawaan sterolnya. Persenyawaan kolesterol umumnya terdapat dalam lemak hewani, sedangkan fitosterol terdapat dalam minyak nabati (Ketaren, 1986). Struktur senyawa kolesterol dan fitosterol dapat dilihat pada Gambar 2.2. di bawah ini.



lemak jenuh, misalnya asam palmitat dan stearat yang mempunyai titik cair lebih tinggi (Ketaren, 1986).

Gliserida dalam minyak dan lemak bukan merupakan gliserida sederhana (3 gugus hidroksil dalam gliserol berikatan dengan 3 asam dari jenis yang sama), tetapi merupakan gliserida campuran yaitu molekul gliserol berikatan dengan radikal asam lemak yang berbeda (Ketaren, 1986).

Adapun perbedaan umum antara lemak nabati & hewani adalah (Ketaren, 1986) :

1. Lemak hewani mengandung kolesterol, sedangkan lemak nabati mengandung fitosterol
2. Kadar asam lemak tidak jenuh dalam lemak hewani lebih kecil dari lemak nabati
3. Lemak hewani mempunyai bilangan *Reichert-Meissl* lebih besar dan bilangan *Polenske* lebih kecil dibanding dengan minyak nabati.

### **2.3. Komposisi dalam minyak nabati**

Komposisi yang terdapat dalam minyak nabati terdiri dari trigliserida-trigliserida asam lemak (mempunyai kandungan terbanyak dalam minyak nabati, mencapai sekitar 95%), asam lemak bebas (*free fatty acid* atau biasa disingkat dengan FFA), mono-dan digliserida, serta beberapa komponen-komponen lain seperti fosfolgliserida, vitamin, mineral, atau sulfur. Bahan-bahan mentah pembuatan biodiesel adalah :

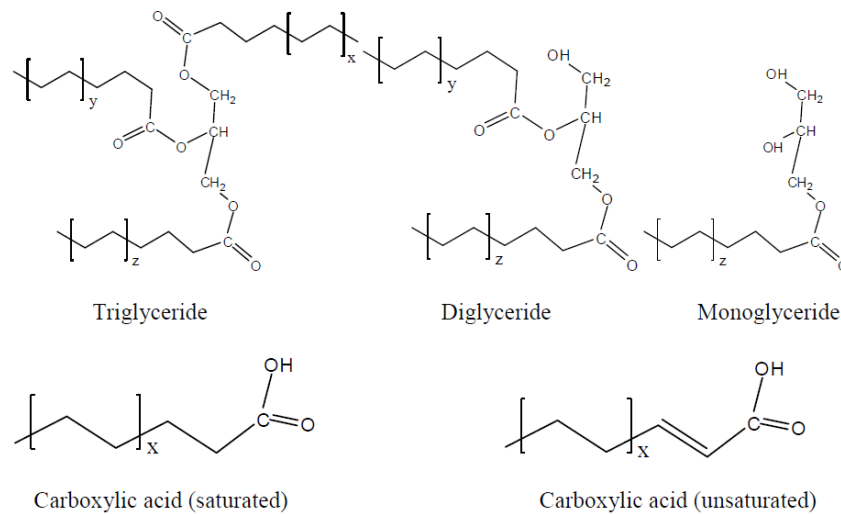
- a. Trigliserida-trigliserida, yaitu komponen utama aneka lemak dan minyak-lemak, dan
- b. Asam-asam lemak, yaitu produk samping industri pemurnian (*refining*) lemak dan minyak-lemak (Mittelbach, 2004)

#### **2.3.1. Trigliseida**

Trigliserida/triakilgliserol (TAG) adalah triester dari gliserol dengan asam-asam lemak, yaitu asam-asam karboksilat berat atom karbon 6 s/d 30. Trigliserida banyak dikandung dalam minyak dan lemak, merupakan komponen terbesar



penyusun minyak nabati. Selain trigliserida, terdapat juga monogliserida dan digliserida (Soerawidjaja, 2005). Struktur molekul minyak nabati dan lemak hewani dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Struktur molekul minyak nabati dan lemak hewani (Suwannakarn, 2008).

Trigliserida dapat berbentuk cair atau padat, tergantung asam lemak yang menyusunnya. Trigliserida akan berbentuk cair jika mengandung sejumlah besar asam lemak tidak jenuh yang mempunyai titik cair rendah. Secara alamiah, asam lemak jenuh yang mengandung atom karbon  $C_1$ - $C_8$  berbentuk cair, sedangkan jika lebih dari  $C_8$  akan berbentuk padat. Asam stearat ( $C_{18}$ ) mempunyai titik cair  $70^\circ\text{C}$ , tetapi dengan adanya 1 ikatan rangkap [disebut asam oleat ( $C_{18}$ )] maka titik cairnya turun mencapai  $14^\circ\text{C}$ . Makin banyak jumlah ikatan rangkap pada suatu rantai karbon tertentu, maka titik cairnya semakin rendah (Ketaren, 1986).

Triakilgliserol (TAG) dapat dibakar langsung dalam mesin diesel, dan teknologinya ada untuk efisiensi menggunakan sumber ini tanpa transesterifikasi. Mesin diesel dapat dimodifikasi untuk beroperasi langsung pada minyak nabati, tetapi dengan kinerja pada suhu rendah akan menyulitkan. Hal ini dapat diatasi dengan pemanasan bahan bakar dan dengan mengisolasi saluran bahan bakar (Pramanik, 2003). Namun viskositas adalah masalah utama dalam pengoperasian dengan minyak TAG. Pemanasan pada ruangan minyak TAG telah berhasil



(*free fatty acid*/FFA) bereaksi dengan katalis untuk membentuk sabun dan air. Reaksi masih dapat dikatalisasi dengan katalis basa untuk minyak dengan kandungan FFA hingga 5%. Sabun yang terbentuk dapat dihilangkan dengan gliserol atau dicuci dengan air. Ketika kandungan FFA adalah  $> 5\%$ , sabun dapat menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan membentuk emulsi selama pencucian dengan air. Untuk kasus ini, katalis asam seperti asam sulfat dapat digunakan untuk esterifikasi FFA menjadi metil ester. Proses ini dapat digunakan sebagai *pretreatment* untuk mengkonversi FFA menjadi metil ester, sehingga mengurangi kandungan FFA, yang kemudian, dapat dilanjutkan dengan transesterifikasi katalis basa untuk mengkonversi trigliserida metil ester (Keim, 1945).

#### **2.4.Biodiesel**

Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati maupun lemak hewan, namun yang paling umum digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel adalah minyak nabati. Minyak nabati dan biodiesel tergolong ke dalam kelas besar senyawa-senyawa organik yang sama, yaitu kelas ester asam-asam lemak. Akan tetapi, minyak nabati adalah triester asam-asam lemak dengan gliserol, atau trigliserida, sedangkan biodiesel adalah monoester asam-asam lemak dengan metanol. Perbedaan wujud molekuler ini memiliki beberapa konsekuensi penting dalam penilaian keduanya sebagai kandidat bahan bakar mesin diesel :

- a. Minyak nabati (yaitu trigliserida) berberat molekul besar, jauh lebih besar dari biodiesel (yaitu metil ester). Akibatnya, trigliserida relatif mudah mengalami perengkahan (*cracking*) menjadi aneka molekul kecil, jika terpanaskan tanpa kontak dengan udara (oksigen)
- b. Minyak nabati memiliki kekentalan (viskositas) yang jauh lebih besar dari minyak diesel/solar maupun biodiesel, sehingga pompa penginjeksi bahan bakar di dalam mesin diesel tak mampu menghasilkan pengkabutan (*atomization*) yang baik ketika minyak nabati disemprotkan ke dalam kamar pembakaran

- c. Molekul minyak nabati relatif lebih bercabang dibanding ester metil asam-asam lemak. Akibatnya, angka setana minyak nabati lebih rendah daripada angka setana ester metil. Angka setana adalah tolok ukur kemudahan menyala/terbakar dari suatu bahan bakar di dalam mesin diesel (Soerawidjaja, 2006).

Di luar perbedaan yang memiliki tiga konsekuensi penting di atas, minyak nabati dan biodiesel sama-sama berkomponen penyusun utama ( $\geq 90\%$  berat) asam-asam lemak. Pada kenyataannya, proses transesterifikasi minyak nabati menjadi ester metil asam-asam lemak, memang bertujuan memodifikasi minyak nabati menjadi produk (yaitu biodiesel) yang berkekentalan mirip solar, berangka setana lebih tinggi, dan relatif lebih stabil terhadap perengkahan (Soerawidjaja, 2006).

Biodiesel merupakan metil ester atau etil asam lemak terbuat dari minyak sayur (*edible* dan *nonedible*) atau lemak hewan. Biodiesel dapat diproduksi dari berbagai macam bahan baku. Bahan baku meliputi minyak nabati yang paling umum (misalnya, kedelai, biji kapas, kelapa, kacang, lobak/kanola, bunga matahari, *safflower*, kelapa, jarak) dan lemak hewan serta limbah minyak goreng (Knothe et al., 2005). Biodiesel dapat dicampur dengan diesel mineral untuk menciptakan campuran biodiesel atau dapat digunakan dalam bentuk yang murni. Sama seperti minyak solar, biodiesel beroperasi di kompresi pengapian (diesel) mesin, dan pada dasarnya memerlukan modifikasi mesin sangat sedikit atau tidak karena biodiesel memiliki sifat yang mirip dengan diesel mineral. Penggunaan biodiesel pada mesin diesel konvensional berpengaruh penting dalam pengurangan emisi hidrokarbon yang tidak terbakar, karbon monoksida, dan partikulat (Pandey, 2009).

Biodiesel ini jauh lebih bersih dari bahan bakar fosil konvensional diesel. Hal ini dapat digunakan dalam mesin diesel dengan tanpa modifikasi dan keuntungan lainnya adalah (Fukuda, 2001; Ma, 1999) :

- a. Bahan bakar biodiesel terbakar 75% lebih bersih daripada diesel konvensional dari bahan bakar fosil

- b. Biodiesel secara substansial mengurangi hidrokarbon yang tidak terbakar, karbon monoksida dan partikulat asap emisi knalpot
- c. Mengeliminasi sulfur dioksida (biodiesel tidak mengandung belerang)
- d. Biodiesel adalah bahan bakar berbasis nabati
- e. Potensi pembentukan ozon dari emisi biodiesel < 50% dari bahan bakar diesel konvensional
- f. Emisi nitrous oksida (NO<sub>x</sub>) bisa meningkat atau menurun tetapi dapat dikurangi jauh di bawah bahan bakar diesel konvensional
- g. Pembuangan biodiesel pada knalpot tidak ofensif dan tidak menyebabkan iritasi mata (baunya seperti kentang goreng)
- h. Biodiesel adalah ramah lingkungan : energi yang dapat diperbaharui
- i. Biodiesel dapat digunakan dalam mesin diesel, bahan bakar yang sama dengan bahan bakar diesel konvensional
- j. Biodiesel merupakan pelumas yang jauh lebih baik daripada bahan bakar diesel konvensional dan memperpanjang umur mesin
- k. Biodiesel memiliki bilangan setana yang tinggi, yang meningkatkan performa mesin : 20% biodiesel jika ditambahkan ke bahan bakar diesel konvensional dapat meningkatkan bilangan setana 3 poin
- l. Biodiesel dapat dicampur dengan solar biasa dengan perbandingan berapapun, bahkan sejumlah kecil biodiesel menghasilkan emisi lebih bersih dan pelumasan mesin yang lebih baik : biodiesel 1% akan meningkatkan pelumasan sebesar 65%.

Biodiesel larut dengan petrodiesel pada semua rasio. Di banyak negara, hal ini telah menyebabkan penggunaan campuran biodiesel dengan petrodiesel. Sering campuran dengan petrodiesel dilambangkan dengan singkatan seperti B20, yang menunjukkan campuran 20% biodiesel dengan petrodiesel. Metanol biasanya digunakan sebagai alkohol untuk memproduksi biodiesel karena paling murah, meskipun alkohol lain seperti etanol atau isopropanol mungkin menghasilkan bahan bakar biodiesel dengan sifat bahan bakar yang lebih baik. Dan untuk

produk yang dihasilkan juga disebut metil ester asam lemak (FAME) daripada biodiesel, meskipun alkohol lainnya dapat didefinisikan menghasilkan biodiesel (Knothe et al., 2005).

## 2.5. Proses reaksi pembuatan biodiesel

### 2.5.1. Esterifikasi

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah zat berkarakter asam kuat dan, karena ini, asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial (Soerawidjaja, 2006).

Proses esterifikasi adalah reaksi reversibel di mana asam lemak bebas (*free fatty acid*/FFA) dikonversi menjadi alkil ester melalui katalis asam (HCl atau umumnya H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Ketika asam lemak bebas dalam minyak tinggi seperti dalam minyak goreng bekas, esterifikasi simultan dan reaksi transesterifikasi melalui katalis asam dapat berpotensi untuk mendapatkan konversi biodiesel yang hampir lengkap. Proses esterifikasi mengikuti mekanisme reaksi yang sama seperti transesterifikasi katalis asam. (Loterio et al., 2005). Reaktan FFA dan alkohol yang dikatalisasi oleh asam untuk menghasilkan alkil ester dan air ditunjukkan dalam Gambar 2.5.

Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada suhu rendah, reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih (biasanya lebih besar dari 10 kali nisbah stoikhiometrik) dan air produk ikutan reaksi harus disingkirkan dari fasa reaksi, yaitu fasa minyak. Konversi sempurna asam-asam lemak ke ester metilnya dapat dituntaskan dalam waktu 1 sampai beberapa jam. Reaksi esterifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.5.



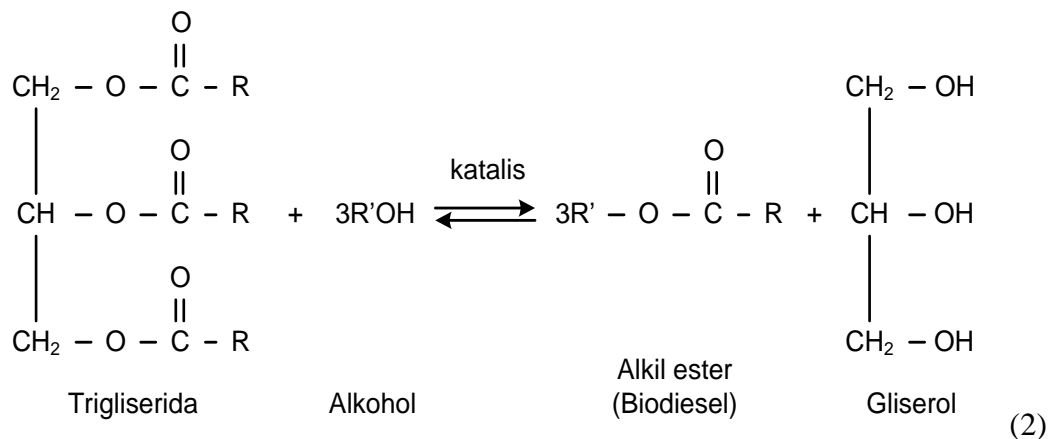
Gambar 2.5. Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi metil ester

Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar FFA tinggi (berangka-asam  $\geq 5$  mg-KOH/g). Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversikan menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasa diikuti dengan tahap transesterifikasi. Namun sebelum produk esterifikasi diumpankan ke tahap transesterifikasi, air dan bagian terbesar katalis asam yang dikandungnya harus disingkirkan terlebih dahulu (Soerawidjaja, 2006).

Wang et al., (2007). menggunakan 2%  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  sebagai katalis untuk melakukan esterifikasi sebagai langkah *pretreatment* sebelum transesterifikasi dan memperoleh 97% konversi dari minyak goreng bekas yang mengandung FFA tinggi. Keuntungan dari katalis ini adalah tidak menghasilkan asam pada air limbah sehingga mudah dalam pemurnian (Drapcho, et al., 2008).

### 2.5.2. Transesterifikasi

Transesterifikasi (biasa disebut dengan alkoholisis) adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkil ester (biodiesel). Alkil ester yang dihasilkan tergantung pada alkohol yang digunakan dengan bantuan katalis (asam/basa) dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Alkohol yang paling umum digunakan adalah metanol dan etanol, terutama metanol, karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi disebut metanolisis). Biodiesel praktis identik dengan ester metil asam-asam lemak (*Fatty Acids Metil Ester*, FAME) (Mittlebatch, 2004). Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester (biodiesel) dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi alkil ester

Laju reaksi dapat secara signifikan ditingkatkan dengan keberadaan katalis asam atau basa. Umumnya memakai KOH, NaOH atau H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, penggunaan katalis basa lebih sering dipakai karena memberikan konversi yang maksimum dalam waktu singkat (Suwannakarn, 2008).

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi *reversible*, oleh karena itu alkohol biasanya diberi berlebih untuk membantu konversi trigliserida yang cepat dan memastikan konversi sempurna. Kelebihan alkohol dengan katalis yang memadai mendorong kesetimbangan reaksi ke arah produk biodiesel dan gliserol (Zhang et al, 2003), (Meher et al, 2006). Dengan minyak berbasis bio, hubungan stoikiometrinya memerlukan 3 mol alkohol per mol TAG (3:1), namun reaksi biasanya membutuhkan alkohol berlebih berkisar 6:1 hingga 20:1, tergantung pada reaksi kimia untuk transesterifikasi katalis basa, dan 50:1 untuk transesterifikasi katalis asam (Zhang et al, 2003). Reaksi yang dikatalisis dengan basa, akan terjadi dengan cepat pada suhu ruangan, meskipun suhu yang lebih tinggi dari 50°C sering dilakukan untuk mengurangi viskositas awal minyak sambil meningkatkan laju reaksi. Transesterifikasi katalis asam dapat juga bereaksi pada suhu yang lebih tinggi dengan suhu tepat di bawah titik didih alkohol, 120°C pada reaktor bertekanan. Reaksi transesterifikasi TAG berlangsung dalam tiga tahapan yang di mana TAG pertama dikonversi ke diakilgliserol (DAG) dan satu ester asam lemak. Kemudian DAG dikonversi ke monoakilgliserol (MAG) membebaskan ester asam lemak tambahan, dan akhirnya MAG adalah dikonversi ke gliserol membebaskan ester asam lemak akhir (Drapcho et al., 2008).

Saat ini, sebagian besar produksi biodiesel secara komersial dilakukan oleh transesterifikasi katalis basa, karena dapat dioperasikan dengan suhu yang tidak terlalu tinggi untuk mencapai konversi maksimum dengan reaksi samping dan waktu reaksi yang minimal. Namun produksi biodiesel standar sangat terganggu kehadiran air dan asam lemak bebas (FFA) dalam bahan baku. Hal ini dikarenakan air membantu pembentukan FFA dengan menghidrolisis trigliserida dan produk ester (biodiesel) (Suwannakarn, 2008).

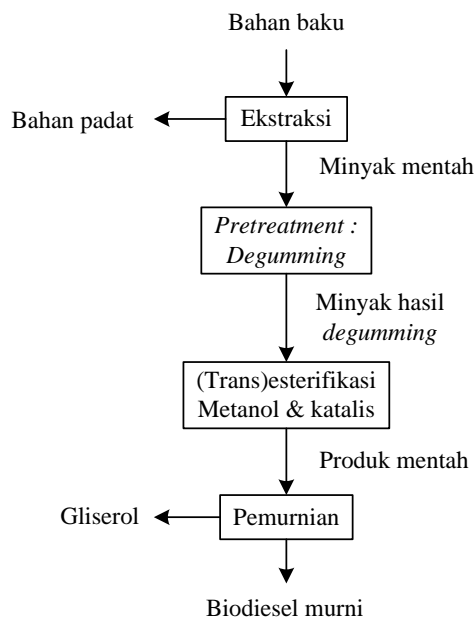


Pembentukan FFA dengan katalis basa homogen akan membentuk sabun dan menciptakan masalah serius pada pemisahan produk dan akhirnya menghambat aktivitas katalitik, oleh karena itu pemurnian minyak nabati diperlukan sebelum proses transesterifikasi atau langkah-langkah *pretreatment* dilakukan pada bahan baku untuk mengurangi konsentrasi asam dan air hingga batas maksimal yaitu  $FFA < 1\%$  wt dan  $air < 0,5\%$  wt (Zhang et al., 2003).

## 2.6. Metode pembuatan biodiesel

### 2.6.1. Transesterifikasi konvensional

Metode pembuatan biodiesel secara konvensional adalah proses pembuatan biodiesel dengan mengambil minyak terlebih dahulu dari bahan baku sebelum direaksikan dengan alkohol. Cara untuk mendapatkan minyak atau lemak dari bahan yang diduga mengandung minyak atau lemak disebut ekstraksi (Ketaren, 1986). Berikut adalah blok diagram pembuatan biodiesel secara konvensional :

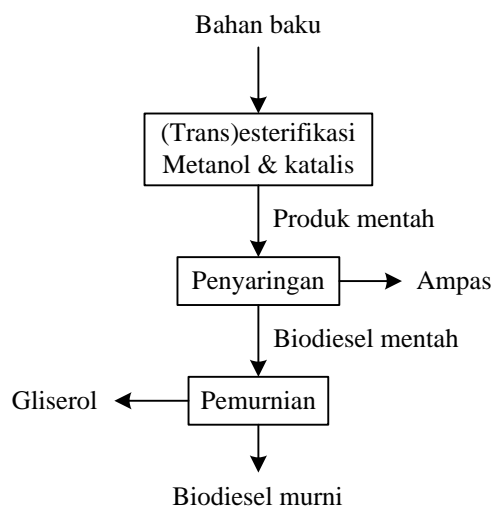


Gambar 2.7. Blok diagram pembuatan biodiesel konvensional (Harrington & Evans, 1985)

Adapun cara ekstraksi ini bermacam-macam, yaitu *rendering* (*dry rendering* dan *wet rendering*), *mechanical expression* (pengepresan mekanis) dan *solvent extraction* (Ketaren, 1986).

### 2.6.2. (Trans)esterifikasi in situ

(Trans)esterifikasi in situ, adalah metode pembuatan alkil ester (biodiesel) dengan cara kontak langsung dari bahan baku dengan alkohol/metanol yang dibantu dengan katalis asam/basa dan tidak didahului dengan tahapan ekstraksi dan pemurnian/distilasi minyak dengan pelarut. Dalam proses transesterifikasi in situ baik dengan katalis asam atau katalis basa, rasio molar metanol/minyak jauh lebih tinggi dari nilai yang dihitung berdasarkan stoikiometri dari reaksi transesterifikasi, misalnya, 532:1 (Harrington, 1985), 300:1 (Marinkovic, 1998) dan 543:1 (Haas et al., 2004). Kelebihan metanol akan memainkan peran ekstraksi pelarut (Ozgul, 2002). Alkohol dan katalis basa akan mengubah permeabilitas dari substrat padat (Haas, 2007). Waktu reaksi pada transesterifikasi in situ biasanya beberapa jam. Jika pelarut yang tepat ditambahkan untuk mempercepat ekstraksi minyak, maka efisiensi reaksi akan dapat diperbaiki (Zeng et al., 2009). Berikut adalah blok diagram (trans)esterifikasi in situ :



Gambar 2.8. Blok diagram pembuatan biodiesel secara in situ (Harrington & Evans, 1985)

#### **a. In situ katalis asam**

Transesterifikasi in situ ini pertama kali dikenalkan oleh Harrington et al., (1985) dengan memakai bahan baku biji bunga matahari dan metanol dengan bantuan katalis asam sulfat selama 4 jam. Minyak biji bunga matahari tidak banyak mengandung FFA sehingga menggunakan reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodieselnnya. Penelitian yang dilakukan oleh Özgül et al., (2002) adalah pembuatan metil ester dari dedak padi dengan metanol dan katalis asam sulfat dengan metode esterifikasi in situ. Dedak padi mengandung banyak FFA, maka reaksinya adalah esterifikasi in situ. Oleh karena itulah istilah esterifikasi/transesterifikasi in situ itu tergantung dari bahan bakunya apakah dari FFA atau trigliserida. Esterifikasi/transesterifikasi in situ ini merupakan metode pembuatan biodiesel yang sangat menguntungkan, dikarenakan tidak menggunakan tahapan ekstraksi-distilasi minyak di dalam prosesnya sehingga biaya produksi lebih lanjut dapat dikurangi (Özgül et al., 2002). Kekurangannya adalah n-heksana sebagai pelarut minyak memberikan kontribusi terhadap produksi kabut asap atmosfer dan pemanasan global dan diklasifikasikan sebagai polutan udara berbahaya, sehingga dengan penghilangan proses ekstraksi dapat mereduksi biaya secara signifikan (Haas et al., 2004).

#### **b. In situ katalis basa**

Haas et al., (2004) meneliti dan mengidentifikasi kondisi optimal FAME yang dihasilkan dari kedelai dengan proses transesterifikasi in situ dengan reaksi pada suhu ruang dengan katalis basa pertama kali dan memperoleh hasil pengambilan minyak jauh lebih besar dari biji (95%) dan transesterifikasinya lebih efektif mencapai (84%) dari minyak yang diekstrak. Kemudian Haas and Scott, (2007) melakukan optimasi dari kedelai pada suhu ruang, diperoleh *yield* FAME tertinggi 97% dengan katalis NaOH 0,1 N dalam waktu 16 jam. *Yield* FAME 97% juga dihasilkan dari biji bunga matahari dengan katalis NaOH 2% dengan suhu 60°C selama 2 jam (Georgogianni et al., 2007). Penelitian Ginting et al., (2011) menghasilkan *yield* etil ester yang paling tinggi yaitu 99,98% dari biji jarak dengan reaktan etanol dan katalis CH<sub>3</sub>ONa 2% wt pada suhu 30°C selama 2 jam.

## **2.7.Faktor-faktor yang mempengaruhi pembuatan biodiesel dari minyak biji karet**

Pada intinya, tahapan reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel selalu menginginkan agar didapatkan produk biodiesel dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi reaksi yang mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel dari minyak biji karet melalui dua tahap adalah sebagai berikut (Pandey, 2009) :

### **2.7.1.Pada proses esterifikasi asam**

#### **a. Pengaruh jumlah katalis asam**

Jumlah katalis asam yang digunakan dalam proses merupakan parameter penting yang mempengaruhi hasil dan kualitas biodiesel. Metanol yang digunakan secara berlebihan dengan berbagai jumlah asam sulfat pekat (0,25 sampai 2%). Ditemukan bahwa 0,5% asam sulfat pekat (v/v) memberikan *yield* maksimum. Dengan kelebihan jumlah asam sulfat, tidak meningkatkan *yield*, tetapi malah menggelapkan warna produk dan menambah biaya. Namun, jumlah asam sulfat yang tidak sesuai akan menurunkan *yield* (Pandey, 2009).

#### **b. Pengaruh jumlah metanol**

Jumlah metanol yang digunakan merupakan faktor penting yang mempengaruhi hasil dari proses dan biaya produksi biodiesel. Rasio molar didefinisikan sebagai rasio jumlah mol alkohol terhadap jumlah mol trigliserida. Secara teoritis 3 mol alkohol diperlukan untuk konversi dari 1 mol trigliserida menjadi 3 mol ester dan 1 mol gliserol. Namun, dalam praktiknya, diperlukan jumlah metanol berlebih untuk mendorong reaksi ke arah produk. Percobaan telah dilakukan dengan jumlah katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang optimal (0,5% v/v) menunjukkan *yield* maksimum dengan 20 ml metanol untuk 100 ml minyak biji karet. Dengan peningkatan lebih lanjut dalam jumlah metanol, hanya ada sedikit peningkatan *yield*. Namun, penurunan viskositas campuran diamati dengan peningkatan jumlah metanol. Kelebihan metanol dalam biodiesel akan mengurangi titik nyala bahan bakar (Pandey, 2009).

### c. Pengaruh suhu reaksi

Suhu reaksi sangat mempengaruhi laju reaksi dan *yield* dari proses. Hasil biodiesel dari minyak biji karet sangat rendah (sekitar 10%) ketika reaksi dilakukan pada suhu kamar. Suhu optimum berada di kisaran  $45 \pm 5$  °C. Titik didih metanol adalah  $64,7^\circ\text{C}$  dan karenanya dengan terlalu tingginya suhu mengakibatkan hilangnya metanol dan menggelapkan warna produk. Selanjutnya, suhu reaksi yang lebih tinggi mengkonsumsi lebih banyak energi dan dengan demikian meningkatkan biaya produksi secara keseluruhan dari biodiesel (Pandey, 2009).

## 2.7.2. Pada proses transesterifikasi basa

### a. Pengaruh jumlah katalis basa

Untuk mempelajari pengaruh jumlah katalis basa pada produksi biodiesel dari minyak biji karet, natrium hidroksida pelet dalam kisaran 0,3 sampai 1% berat (berat NaOH /berat minyak) dilarutkan dalam metanol berlebih. Hasil maksimum dicapai dengan menggunakan NaOH 0,5%. Kelebihan jumlah katalis akan meningkatkan viskositas campuran dan menyebabkan pembentukan sabun. Dan juga, jumlah katalis yang tidak cukup tidak akan memulai reaksi (Pandey, 2009).

### b. Pengaruh jumlah metanol

Hasil ester yang maksimum diperoleh dengan metanol 30% volume. Namun dengan peningkatan lebih lanjut dalam perbandingan molar metanol atau kuantitas, didapatkan *yield* yang tetap, hampir sama. Pada pengendapan campuran, metanol berlebih pindah ke lapisan ester (Pandey, 2009).

## 2.8. Kinetika laju reaksi esterifikasi

Dalam hal ini difokuskan kepada kinetika laju reaksi esterifikasi dengan reaksi sebagai berikut :



Dengan asumsi reaksi orde 1 maka laju reaksinya adalah :

$$-\frac{dC_{FA}}{dt} = k_f \cdot C_{FA} \cdot C_{MeOH} - k_r \cdot C_{FAME} \cdot C_{H_2O} \quad (4)$$

Dimana  $C_{FA}$ ,  $C_{FAME}$ ,  $C_{MeOH}$ , dan  $C_{H_2O}$  masing-masing adalah konsentrasi asam lemak (FA), metil ester asam lemak (FAME), metanol dan air, dalam (mol/volume) dan  $k_f$ , serta  $k_r$  adalah konstanta laju reaksi ke kanan dan reaksi baliknya (reaksi ke kiri). Kondisi reaksi bertujuan menghilangkan air dari sistem reaksi dan penambahan metanol yang berlebih, oleh karena itu kita dapat mengabaikan reaksi baliknya (reaksi ke kiri) sehingga persamaannya menjadi (Cho et al., 2011) :

$$-\frac{dC_{FA}}{dt} = k_f \cdot C_{FA} \cdot C_{MeOH} \quad (5)$$

Selain itu, dengan kelebihan metanol yang ditambahkan ke dalam sistem reaksi seperti yang dikemukakan oleh Joelianingsih et al. (2007),  $C_{MeOH}$  dapat dianggap konstan dan Persamaan (5) dapat ditulis menjadi (Cho et al., 2011) :

$$-\frac{dC_{FA}}{dt} = k_f \cdot C_{FA} \quad (6)$$

Berdasarkan asumsi tersebut maka reaksi esterifikasi ini adalah reaksi orde 1. sehingga satuan konstanta laju reaksinya ( $k_f$ ) adalah (1/waktu). Hasil integrasi Persamaan (6) adalah sebagai berikut :

$$-\ln\left(\frac{C_{FA,t}}{C_{FA,0}}\right) = k_f \cdot t \quad (7)$$

Dengan  $C_{FA,t} = C_{FA,0}(1-X)$ , dimana  $C_{FA,0}$  dan  $C_{FA,t}$  masing-masing adalah konsentrasi asam lemak saat awal dan saat waktu tertentu, maka Persamaan (7) menjadi (Shi et al., 2010) :

$$-\ln(1-X) = k_f \cdot t \quad (8)$$

Dengan mem-plot  $-\ln(1-X)$  vs  $t$  dapat diketahui konstanta kinetika ( $k_f$ ) sebagai slope. Konversi asam lemak bebas (FFA) diketahui dengan :

$$X = \frac{AV_0 - AV_t}{AV_0} \quad (9)$$

Dimana  $AV_0$  dan  $AV_t$  masing-masing adalah bilangan asam/acid value saat awal dan saat waktu tertentu (Ozbay et al., 2007).

## 2.9. Kinetika laju ekstraksi

Berbagai penelitian dan studi telah dilakukan untuk menggambarkan kinetika dan mekanisme dari proses ekstraksi, dimana proses ekstraksi padat cair dapat dimodelkan sebagai model orde dua. Proses ekstraksi tersebut merupakan tipikal proses orde dua yang berlangsung pada dua tahap. Tahapan pertama, sebagian besar zat terlarut diekstrak secara cepat karena *scrubbing* dan pelarutan yang disebabkan oleh gaya dorong dari pelarut segar dan kemudian pada proses selanjutnya akan lebih lambat yang disempurnakan oleh difusi eksternal dari sisa zat terlarut ke dalam larutan (Sayyar et al., 2009).

Model mekanisme orde dua mempertimbangkan hukum laju orde dua, dimana laju pelarutan minyak yang terkandung dalam bahan padat ke larutan dapat dinyatakan dalam rumus sebagai berikut :

$$\frac{dC_t}{dt} = k(C_s - C_t)^2 \quad (10)$$

Dimana :  $k$  = konstanta laju ekstraksi orde 2 (L/g menit)

$C_s$  = konsentrasi minyak pada kondisi saturasi (g/L)

$C_t$  = konsentrasi minyak pada  $t$  (menit) (g/L)

Kondisi batas : pada  $t = 0$ , maka  $C_t = 0$

pada  $t = t$ , maka  $C_t = C_t$

Dengan mengintegrasikan Persamaan (10) akan diperoleh :

$$\frac{C_t}{C_s^2 - C_s C_t} = kt \quad (11)$$

$$C_t = \frac{C_s^2 kt}{1 + C_s kt} \quad (12)$$

Bentuk linear dari Persamaan (12) adalah :

$$\frac{t}{C_t} = \frac{1}{kC_s^2} + \frac{t}{C_s} \quad (13)$$

Laju ekstraksi dapat ditulis sebagai berikut :

$$\frac{C_t}{t} = \frac{1}{\left(\frac{1}{kC_s^2}\right) + \left(\frac{t}{C_s}\right)} \quad (14)$$

Jika  $t = 0$  dan laju ekstraksi awal adalah  $h$ , maka dari Persamaan (14) diperoleh :

$$h = kC_s^2 \quad (15)$$

Dengan memasukkan harga  $h$  ke dalam Persamaan (14), diperoleh :

$$\frac{t}{C_t} = \frac{1}{C_s} t + \frac{1}{h} \quad (16)$$

Harga  $h$ ,  $C_s$ , dan  $k$  dapat dihitung secara eksperimental dengan membuat kurva  $t/C_t$  versus  $t$  dari Persamaan (16) (Sayyar et al., 2009).

Menurut Yang et al. (2009), proses ekstraksi dapat dimodelkan sebagai model orde 1 dan orde 2. Model mekanisme orde satu mempertimbangkan hukum laju orde satu, dimana pelarutan minyak yang ada dalam bahan padat ke larutan dapat dinyatakan dalam rumus sebagai berikut :

$$\frac{dC_t}{dt} = k(C_s - C_t) \quad (17)$$

Satuan konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) orde 1 adalah (1/waktu).

Kondisi batas : pada  $t = 0$ , maka  $C_t = 0$

pada  $t = t$ , maka  $C_t = C_t$

Hasil integrasi Persamaan (17) adalah :

$$-\ln \frac{(C_s - C_t)}{C_s} = kt \quad (18)$$

Dengan mem-plot  $-\ln \frac{(C_s - C_t)}{C_s}$  vs  $t$ , maka dapat diketahui konstanta laju ekstraksi

orde 1 ( $k$ ) sebagai slope.

## 2.10. Kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ

Proses produksi biodiesel secara in situ melibatkan dua proses yang berjalan bersamaan dalam satu reaktor yaitu proses ekstraksi dan (trans)esterifikasi, namun pada penelitian ini hanya diwakili dengan reaksi esterifikasi saja, oleh karena itu akan dibuat model kinetika gabungan antara laju ekstraksi dan laju reaksi esterifikasi.



Kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi dibuat dengan menggabungkan kinetika laju reaksi esterifikasi orde 1 pada Persamaan (6) dan kinetika laju ekstraksi orde 1 pada Persamaan (17) yang dirubah berdasarkan konsentrasi FFA (%) menjadi sebagai berikut :

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = k(C_{FA,s} - C_{FA}) \quad (19)$$

Penggabungan dari Persamaan (6) dan (19) adalah :

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = -k_f \cdot C_{FA} + k(C_{FA,s} - C_{FA}) \quad (20)$$

Dimana  $C_{FA,s}$  adalah konsentrasi FFA akhir (%).

## 2.11.Syarat Mutu Biodiesel

Pemanfaatan biodiesel komersial sebagai salah satu bahan bakar diesel alternatif memerlukan standar mutu tertentu. Untuk melindungi konsumen biodiesel dan produsen khususnya di Indonesia serta untuk mendukung pengembangan industri biodiesel, biodiesel standar di Indonesia - yang disebut SNI 04-7182-2006 telah disetujui oleh Badan Standardisasi Nasional (BSN) melalui SK No 73/KEP/BSN/2006 pada 22 Februari 2006. Isi SNI 04-7182-2006 sebagian mengadopsi dari Eropa EN 14214:2002) dan US standar (ASTM D6751) dan nilai-nilai lain yang ditetapkan berdasarkan pada beberapa pertimbangan termasuk :

- a. Sumber daya minyak nabati di Indonesia memiliki jangkauan komponen karbon yang lebih luas dibandingkan dengan minyak nabati dari Eropa dan AS. Misalnya, minyak kelapa memiliki berbagai rantai karbon lemak  $C_8$  hingga  $C_{18}$ .
- b. Beberapa sumber minyak nabati Indonesia memiliki asam lemak yang unik yang keberadaan mereka dalam bahan bakar biodiesel mungkin memiliki efek negatif terhadap mesin diesel.
- c. Pabrik biodiesel lokasinya tersebar dan dioperasikan oleh perusahaan menengah dan besar, semua level perusahaan harus mampu membayar metode pengujian. Maka metode tersebut harus dirancang untuk kondisi lokal tanpa

mengabaikan kualitas. Rincian SNI 04-7182-2006 yang ditunjukkan pada Tabel 2.7

Pada tanggal 17 Maret 2006, Direktorat Jenderal Minyak dan Gas Bumi Departemen Energi dan Sumber Daya Mineral telah mengeluarkan Keputusan No 3675K/24/DJM/2006 mengenai kualitas dan spesifikasi minyak jenis solar surya 48 dan surya 51. Keputusan ini mengatur penggunaan FAME (ester metil asam lemak) sampai dengan maksimum 10 % dari volume bahan bakar solar yang akan dicampurkan. Biodiesel yang akan dicampur harus memenuhi standar biodiesel SNI 04-7182-2006.

Tabel 2.5. Karakteristik perbandingan solar dan biodiesel (SNI 04-7182-2006)

No	Parameter	Satuan	Solar	Biodiesel
1	Massa jenis	kg/m <sup>3</sup>	820-870 (15°C)	850-890 (40°C)
2	Viskositas kinematik (40 °C)	Mm <sup>2</sup> /s (cSt)	1,6 – 5,8	2,3 – 6,0
3	Angka setana		min. 45	min. 51
4	Titik nyala	°C	min. 60	min. 100
5	Titik kabut	°C		max. 18
6	Titik tuang	°C	Max. 18	
7	Korosi bilah tembaga	Laju (3 jam, 50 °C)	max. no 1	max. no 3
8	Residu karbon			
	- Dalam contoh asli	% (m/m)	-	max 0,05
	- Dalam 10% ampas distilasi	% (m/m)	max. 0,1	max 0,30
9	Air dan sedimen	%-vol	max. 0,05*	max 0,05*
10	Diperoleh 90% pada suhu distilasi	°C	-	max. 360
11	Diperoleh 95% pada suhu distilasi	°C	max. 370	-
12	Kandungan abu (Abu tersulfatkan)	% (m/m)	max.0,01	max.0,02
13	Belerang	ppm-m (mg/kg)	max. 5000	max. 100
14	Fosfor	ppm-m (mg/kg)	-	max. 10
15	Angka asam	mg-KOH/g	max.0,6	max. 0,8
16	Gliserol bebas	% (m/m)	-	max. 0,02
17	Gliserol total	% (m/m)	-	max. 0,24
18	Kadar alkil ester	% (m/m)	-	min. 96,5
19	Angka iodium	% (m/m)	-	max. 115
		(g-I <sub>2</sub> /100g)		
20	Uji Halphen		-	Negatif

Catatan : Dapat diuji secara terpisah selama kandungan sedimen maksimum 0,01%-vol SNI Biodiesel No 04-7182-2006, berdasarkan ASTM D 6751 & EN 14214

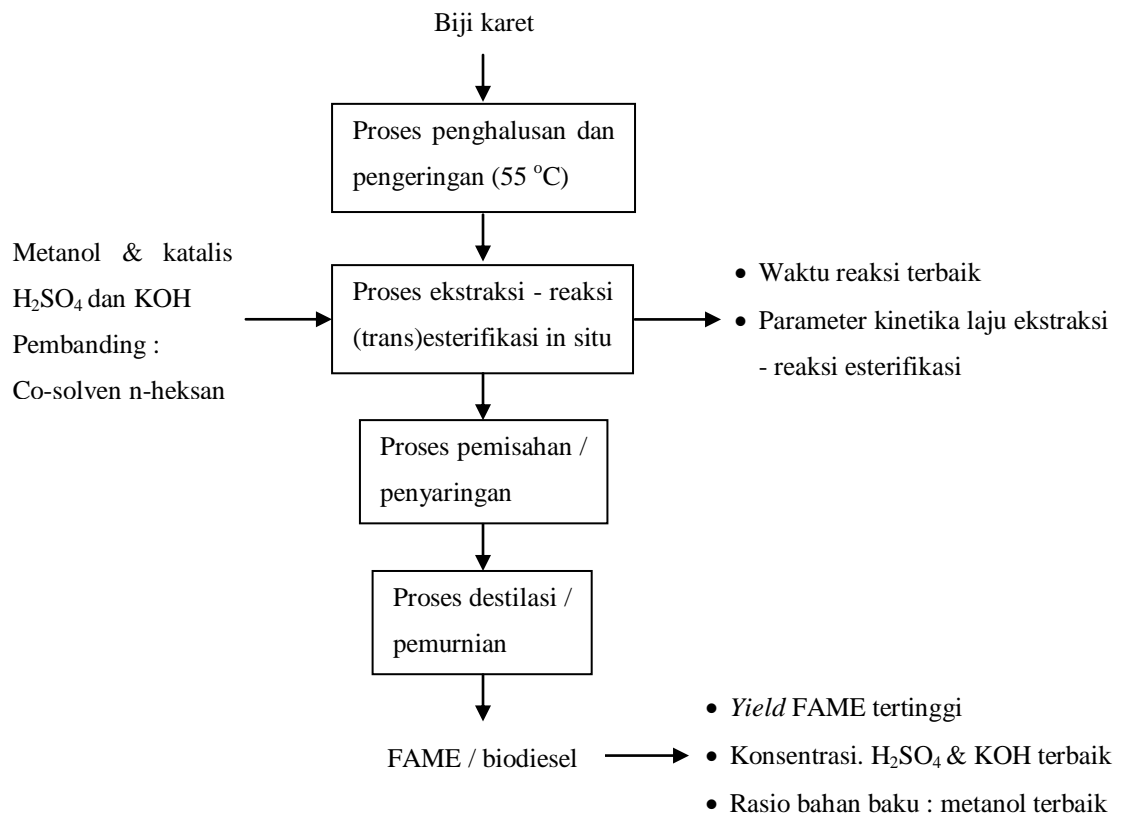
Tabel 2.6. Karakteristik minyak biji karet dan biodiesel dari biji karet  
(Ikwuagwu et al., 2000)

<b>Analisis</b>	<b>Minyak biji karet <i>crude</i></b>	<b>Minyak biji karet <i>refined</i></b>	<b>Metil ester dari minyak biji karet</b>
<i>Specific gravity</i> (30°C)	0,922	0,918	0,885
Viskositas (cSt), 30°C	41,24	37,85	6,29
Titik kabut (°C)	0	-1,0	0,4
<i>Flash point</i> (°C)	294	290	235
<i>Fire point</i> (°C)	345	345	276
Panas pembakaran (KJ/g)	39,25	38,76	38,65
Kadar abu (%)	0,2	0,02	0,01
Bilangan setana	34	34	44,81
Bilangan Iod (g-I <sub>2</sub> /100g)	142,6	142,6	144
Bilangan peroksida (m <sub>eq</sub> /kg)	2,5	1,0	0,8
Bilangan asam (mg-KOH/g)	4,0	1,0	0,9

### III. METODE PENELITIAN

#### 3.1. Diagram alir percobaan secara umum

Secara umum kerangka percobaan penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1 di bawah ini yang terdiri dari beberapa tahap yaitu : tahap pertama (penelitian pendahuluan) yang bertujuan untuk mencari waktu terbaik dari reaksi (trans)esterifikasi in situ ini. Tahap kedua (penelitian utama 1) bertujuan untuk mencari konsentrasi katalis yang terbaik dan tahap ketiga (penelitian utama 2) bertujuan untuk mencari rasio bahan baku terhadap metanol yang terbaik.



Gambar 3.1. Kerangka percobaan secara umum

### 3.2. Tempat dan waktu pelaksanaan

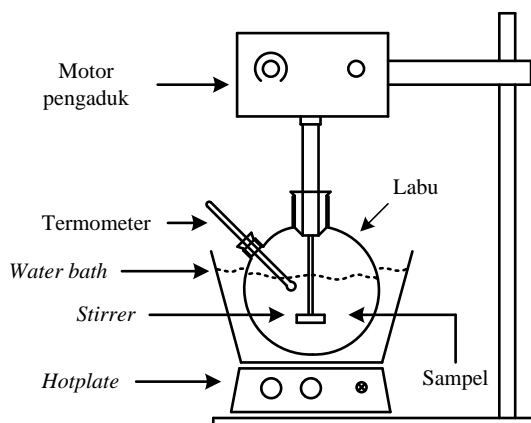
Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Separasi Teknik Kimia Universitas Diponegoro, Tembalang, Semarang. Penelitian ini dilakukan selama 6 bulan dimulai dari tanggal 6 Maret – 6 Agustus 2012.

### 3.3. Alat dan bahan

#### 3.3.1. Alat

Rangkaian alat percobaan adalah sebagai berikut :

##### a. Metode in situ dengan sistem *mixing*

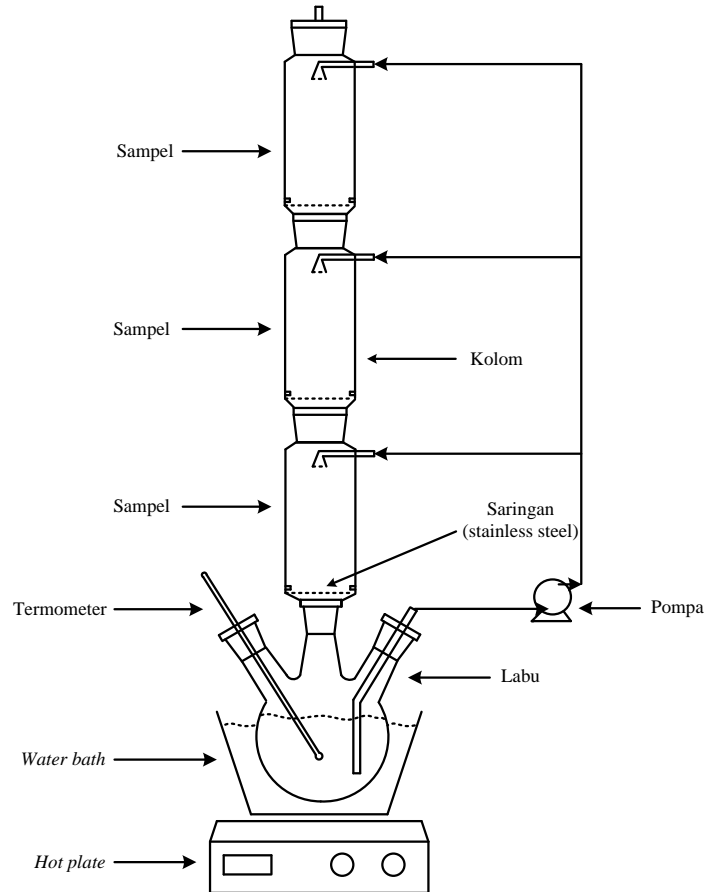


Gambar 3.2. Rangkaian alat percobaan sistem *mixing*

Sampel biji karet beserta pereaksi metanol dan katalis asam ( $H_2SO_4$ )/basa (KOH) ditempatkan di labu yang kemudian diaduk pada suhu yang diinginkan selama waktu tertentu.

Peralatan yang digunakan pada metode sistem *mixing* ini adalah : labu, *water bath*, motor pengaduk, statif, pengaduk (*stirrer*), *hot plate* dan termometer. Untuk gambar lengkapnya dapat dilihat pada Gambar 3.2.

## b. Metode in situ dengan sistem kolom



Gambar 3.3. Rangkaian alat percobaan sistem kolom

Pembuatan biodiesel dengan metode ini menggunakan alat yang dirancang sendiri untuk proses in situ ini yang memungkinkan proses ekstraksi sekaligus (trans)esterifikasi dan reaksinya berjalan kontinu tanpa menggunakan *stirrer* seperti yang dipakai pada metode yang pertama. Alat ini memakai pompa untuk memindahkan cairan yang berada di labu, sehingga pereaksi metanol dan katalis  $H_2SO_4$  atau  $KOH$  dapat dikontakkan kembali ke kolom tempat sampel biji karet berada yang diharapkan dapat meningkatkan *yield* biodiesel yang dihasilkan. Alat ini dinamakan (trans)esterifikator in situ. Untuk gambar lengkapnya dapat dilihat pada Gambar 3.3.

Peralatan yang digunakan pada sistem in situ ini adalah : labu leher tiga, *water bath*, kolom, *hot plate*, pompa dan termometer

Selain peralatan utama diatas, dalam penelitian ini digunakan peralatan lainnya, yaitu : neraca digital, viskometer *Ostwald*, lumpang, blender, oven, tanur/*furnace*, cawan porselen, desikator, piknometer, labu takar, gelas ukur, piala gelas, erlenmeyer, pipet ukur, pipet tetes, bulp, alat destilasi, tabung *Kjeldahl*, refluks, kertas saring kasar, corong, corong pisah, buret dan *Gas Chromatography* (GC).

### 3.3.2. Bahan

Biji karet, metanol teknis,  $H_2SO_4$  pekat 95-97% p.a, KOH p.a, n-heksan p.a,  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  p.a,  $K_2SO_4$  p.a, aquadest, NaOH 45%,  $H_3BO_3$  4%, HCl 0,1 N, indikator BCG, MM, PP, amilum/kanji p.a,  $Na_2CO_3$  p.a, KOH 0,1 N, etanol 96%,  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  p.a,  $K_2Cr_2O_7$  p.a,  $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$  0,1 N,  $CH_3COOH$  glasial p.a, larutan Wijs p.a, KI 10%, HCl pekat 37% p.a.

## 3.4. Variabel operasi

### 3.4.1. Penelitian pendahuluan

Untuk mempelajari proses produksi biodiesel dari biji karet secara in situ, maka terlebih dahulu dilakukan penelitian pendahuluan untuk mendapatkan waktu reaksi yang terbaik berdasarkan densitas dan viskositas biodiesel yang dihasilkan. Penelitian pendahuluan ini menggunakan peralatan pada Gambar 3.2. Dalam kegiatan ini digunakan variabel sebagai berikut:

#### a. Variabel tetap

1. Berat biji karet = 100 gram
2. Suhu = 60 °C
3. Rasio berat bahan baku : metanol = 1:2 (w:v)
4. Konsentrasi katalis  $H_2SO_4$  = 0,5 % (v/v)
5. Konsentrasi katalis KOH = 0,5 % (w/v)

#### b. Variabel berubah

Waktu tiap pengambilan sampel biodiesel (menit) = 15, 30, 60, 90, 120, 150

### 3.4.2. Penelitian utama tahap 1

Pada tahap penelitian utama digunakan peralatan pada Gambar 3.2. Hasil dari penelitian pendahuluan (waktu reaksi terbaik) digunakan pada penelitian utama tahap 1 ini. Tujuan penelitian utama tahap 1 ini untuk mendapatkan konsentrasi katalis asam/basa yang menghasilkan *yield* FAME maksimum, dilakukan dengan 5 perlakuan. Dalam penelitian ini digunakan variabel sebagai berikut :

#### a. Variabel tetap

1. Berat biji karet = 100 gram
2. Suhu reaksi = 60 °C
3. Waktu reaksi = Waktu reaksi terbaik
4. Rasio berat bahan baku : metanol = 1:2 (w:v)

#### b. Variabel berubah

1. Konsentrasi katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (% v/v) = 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1
2. Konsentrasi katalis KOH (% w/v) = 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1

### 3.4.3. Penelitian utama tahap 2

Pada penelitian utama tahap 2 ini menggunakan hasil dari penelitian utama tahap 1. Tujuan penelitian utama tahap 2 ini untuk mendapatkan rasio (berat bahan baku : metanol) yang menghasilkan *yield* FAME maksimum, dilakukan dengan 5 perlakuan. Dalam penelitian ini digunakan variabel sebagai berikut :

#### a. Variabel tetap

1. Berat biji karet = 100 gram
2. Suhu reaksi = 60 °C
3. Waktu reaksi = Waktu reaksi terbaik
4. Konsentrasi katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (% v/v) = Konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> terbaik
5. Konsentrasi katalis KOH (% w/v) = Konsentrasi KOH terbaik

#### b. Variabel berubah

- Rasio berat bahan baku : metanol (w:v) = 1:1,5; 1:1,75; 1:2; 1:2,5; 1:3



### 3.5.Rancangan percobaan

#### a. Penelitian pendahuluan

Waktu (menit)	Densitas biodiesel	Viskositas kinematik
15		
30		
60		
90		
120		

#### b. Penelitian utama tahap 1

Rasio (w:v) bahan baku : metanol	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (% v/v)	Densitas biodiesel	Visk. kinematik biodiesel	Yield FAME (%)
1:2	0,1			
	0,25			
	0,5			
	0.75			
	1			

Rasio (w:v) bahan baku : metanol	KOH (% w/v)	Densitas biodiesel	Visk. kinematik biodiesel	Yield FAME (%)
1:2	0,1			
	0,25			
	0,5			
	0.75			
	1			

#### c. Penelitian utama tahap 2

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (% v/v)	Rasio (w:v) bahan baku : metanol	Densitas biodiesel	Visk. kinematik biodiesel	Yield FAME (%)
% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> terbaik	1 : 1,5			
	1 : 1,75			
	1 : 2			
	1 : 2,5			
	1 : 3			

KOH (% w/v)	Rasio (w:v) bahan baku : metanol	Densitas biodiesel	Visk. kinematik biodiesel	Yield FAME (%)
% KOH terbaik	1 : 1,5			
	1 : 1,75			
	1 : 2			
	1 : 2,5			
	1 : 3			

### **3.6. Respon dan pengolahan data**

#### **a. Penelitian pendahuluan**

Respon yang diamati pada penelitian utama adalah nilai densitas dan viskositas dari campuran reaksi yang diukur pada setiap waktu tertentu, sehingga diperoleh waktu reaksi yang terbaik setelah diperoleh nilai densitas dan viskositas yang konstan. Dengan membuat grafik hubungan antara waktu vs densitas dan viskositas maka waktu reaksi yang terbaik dapat dilihat dengan jelas.

#### **b. Penelitian utama tahap 1**

Respon yang diamati pada setiap perlakuan pada tahap ini adalah konsentrasi metil ester (biodiesel) yang dihasilkan dengan variabel yang berubah adalah konsentrasi katalis asam/basa, sehingga nanti akan diperoleh *yield* metil ester. Analisis konsentrasi metil ester yang dihasilkan diukur dengan alat Kromatografi Gas. Dengan membuat grafik hubungan antara konsentrasi katalis vs *yield* metil ester, maka konsentrasi katalis saat *yield* FAME maksimum (terbaik) dapat dilihat dengan jelas.

#### **c. Penelitian utama tahap 2**

Respon yang diamati pada setiap perlakuan tahap ini adalah konsentrasi metil ester (biodiesel) yang dihasilkan dengan variabel yang berubah adalah rasio berat bahan baku terhadap metanol, sehingga nanti akan diperoleh *yield* metil ester. Analisis konsentrasi metil ester yang dihasilkan diukur dengan alat Kromatografi Gas. Dengan membuat grafik hubungan antara rasio berat bahan baku : metanol vs *yield* metil ester, maka rasio berat bahan baku terhadap metanol saat *yield* FAME maksimum (terbaik) dapat dilihat dengan jelas.

Setelah didapatkan konsentrasi katalis dan rasio bahan baku : metanol yang terbaik dengan metode *mixing*, maka konsentrasi katalis dan rasio tersebut diterapkan untuk :

- i. Produksi biodiesel secara in situ dengan alat kolom sesuai Gambar 3.3.
- ii. Produksi biodiesel secara in situ dengan menambahkan co-solven (n-heksan-metanol).

- iii. Produksi biodiesel secara in situ dengan katalis  $H_2SO_4$  dan  $KOH$ , waktu reaksi 2 & 4 jam, dengan rasio bahan baku : metanol (1:7).
- iv. Menentukan konstanta laju ekstraksi dan laju reaksi esterifikasi in situ.

### 3.7. Metode analisis

Metode analisis biji karet meliputi kadar air (metode oven), kadar abu, kadar minyak (metode *soxhlet*) dan kadar nitrogen total (metode *Kjeldahl*).

Metode analisis penentuan densitas biodiesel menggunakan metode piknometer dan untuk penentuan viskositas biodiesel menggunakan alat viskometer *Ostwald*. Metode analisis penentuan bilangan asam menggunakan titrasi alkalimetri dan penentuan bilangan Iod menggunakan titrasi Iodometri.

#### 3.7.1. Uji karakteristik biodiesel

Karakterisasi biodiesel dilakukan dengan menganalisis kandungan metil esternya dengan menggunakan Kromatografi Gas.

#### 3.7.2. Menghitung yield FAME (biodiesel)

Yield FAME dihitung dengan menggunakan rumus (Ginting, 2011), (Yang, 2010) :

$$Yield\ FAME = \frac{\text{berat biodiesel aktual (g)}}{\text{berat biodiesel teoritis (g)}} \times 100\% \quad (21)$$

#### 3.7.3. Menghitung konstanta laju ekstraksi dan laju reaksi esterifikasi in situ

Penentuan konstanta laju ekstraksi dan atau laju reaksi esterifikasi in situ dihitung dengan mengasumsikan :

- a. Proses reaksi esterifikasi yang berpengaruh sedangkan proses ekstraksi tidak berpengaruh secara signifikan ( $k = 0$ ) persamaannya :  $\frac{dC_{FA}}{dt} = k_f \cdot C_{FA}$
- b. Proses ekstraksi yang berpengaruh sedangkan proses reaksi esterifikasi tidak berpengaruh ( $k_f = 0$ ) dan jika  $C_{FA} \neq 0$  persamaannya :  $\frac{dC_{FA}}{dt} = k(C_{FA,s} - C_{FA})$

serta jika  $C_{FA} = 0$  persamaannya :  $\frac{dC_{FA}}{dt} = k \cdot C_{FA,s}$

- c. Baik proses ekstraksi dan reaksi esterifikasi keduanya berpengaruh secara signifikan ( $k_f \neq 0$ ,  $k \neq 0$ ) persamaannya :  $\frac{dC_{FA}}{dt} = -k_f \cdot C_{FA} + k(C_{FA,s} - C_{FA})$

Dengan menggunakan program MATLAB 7.0.1, maka dari persamaan-persamaan di atas akan dapat diketahui konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) dan konstanta laju reaksi esterifikasi ( $k_f$ ).

Model yang digunakan pada data percobaan dievaluasi dengan menggunakan uji statistik : koefisien regresi linear ( $R^2$ ) dan *sum of square error* (SSE). Nilai yang terendah dari SSE serta nilai yang tertinggi dari  $R^2$  ( $\approx 1,0$ ) dipilih sebagai kriteria untuk mengevaluasi kesesuaian model yang digunakan (Gálvez et al., 2009).

$$R^2 = 1 - \frac{SSE}{SST}, \quad \text{dimana} \quad SST = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N (X_{exp,j,i} - \bar{X}_i)^2 \quad (22)$$

$$SSE = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^N (X_{exp,j,i} - X_{calc,j,i})^2 \quad (23)$$

Dimana :  $X_{exp}$  = data hasil percobaan

$X_{calc}$  = data hasil perhitungan

$\bar{X}$  = data rata-rata

### 3.8. Prosedur percobaan

#### 3.8.1. Prosedur percobaan penelitian pendahuluan

- Sampel biji karet dikupas kulitnya dan dikeluarkan isinya, dihaluskan, diblender dan dikeringkan dalam oven pada suhu 55 °C selama 2 jam
- Sampel yang sudah dikeringkan lalu ditimbang sebanyak 100 gram
- Sampel dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang berisi pengaduk/*stirrer* (rangkaian alat percobaan Gambar 3.2)
- Metanol disiapkan (rasio bahan baku : metanol = 1:2) dan dicampur dengan katalis  $H_2SO_4$  0,5% (v/v) dan atau KOH 0,5% (w/v)

Catatan :

Katalis  $H_2SO_4$  pekat 95-97% / KOH diencerkan (dilarutkan) dalam reaktan metanol sehingga didapat  $H_2SO_4$  0,5% (v/v) dan atau KOH 0,5% (w/v)

- e. Metanol yang telah dicampur katalis tersebut kemudian dimasukkan ke labu yang telah berisi sampel
- f. Diaduk dengan *stirrer* dan dipanaskan hingga suhu mencapai 60 °C
- g. Setelah suhu tercapai, diambil biodieselnnya untuk diukur densitas dan viskositasnya setiap 15 menit. Setelah pengukuran selesai dimasukkan kembali biodiesel tersebut ke dalam labu. Dilakukan terus hingga didapat nilai densitas dan viskositas yang konstan.

### **3.8.2. Prosedur percobaan penelitian utama**

#### **a. Tahap pembuatan biodiesel in situ**

1. Sampel biji karet dikupas kulitnya dan dikeluarkan isinya, dihaluskan, diblender dan dikeringkan dalam oven pada suhu 55 °C selama 2 jam.
2. Sampel yang sudah dikeringkan ditimbang sebanyak 100 gram.
3. Untuk sistem *mixing* sampel dimasukkan ke dalam labu yang berisi pengaduk/*stirrer* (rangkaian alat percobaan Gambar 3.2),
4. Disiapkan metanol (rasio bahan baku : metanol 1:1,5-1:3 w:v)) dan dicampur dengan katalis  $H_2SO_4$  dan atau KOH (0,1-1%)

Catatan : Katalis  $H_2SO_4$  pekat 95-97% / KOH diencerkan (dilarutkan) dalam reaktan metanol sehingga didapat  $H_2SO_4$  dan atau KOH sesuai rancangan.

5. Metanol yang telah dicampur katalis tersebut dimasukkan ke labu yang telah berisi sampel.
6. Diaduk dengan *stirrer* dan dipanaskan hingga 60 °C selama waktu tertentu (sesuai waktu terbaik).

Untuk sistem kolom sampel dimasukkan ke masing-masing kolom (rangkaian alat percobaan Gambar 3.3) kemudian dimasukkan metanol (rasio sampel : metanol terbaik) yang telah dicampur katalis asam/basa (terbaik), lalu pompa dinyalakan sambil dipanaskan pada suhu 60°C selama waktu tertentu (terbaik).

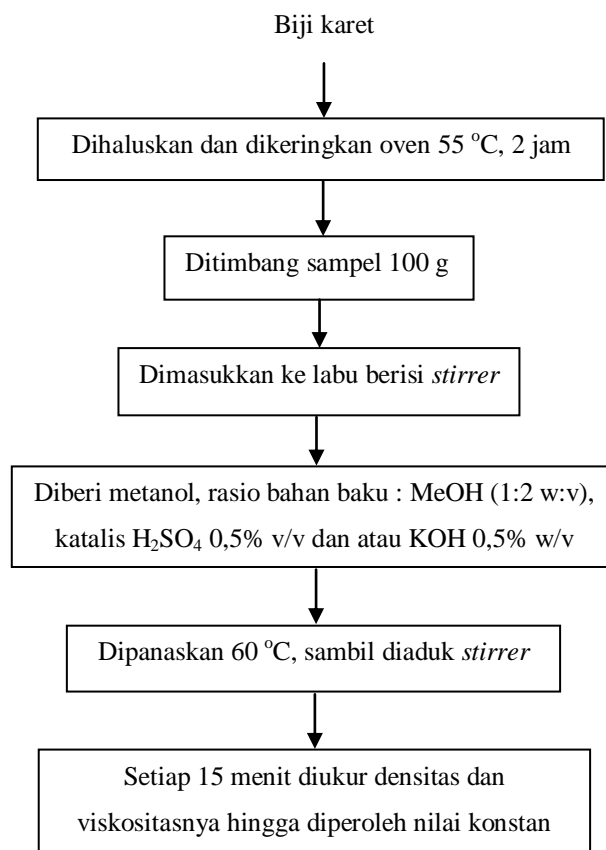
Untuk sistem dengan co-solven, sampel dimasukkan ke labu lalu ditambahkan n-heksan dan metanol (rasio sampel : metanol terbaik) yang telah dicampur katalis asam/basa (terbaik). Lalu dipanaskan pada suhu 60°C selama waktu tertentu (terbaik) sambil diaduk dengan *stirrer* kemudian dilakukan tahap pemurnian.

#### b. Tahap pemurnian biodiesel

1. Untuk sistem *mixing* campuran dari tahap (a) tersebut disaring dengan kertas saring kasar sedangkan untuk sistem kolom cairan dalam labu dapat langsung didestilasi.
2. Hasil saringan didestilasi untuk memisahkan biodiesel dengan metanol.
3. Produk biodiesel tersebut kemudian dianalisis dengan GC.

### 3.9. Diagram alir percobaan

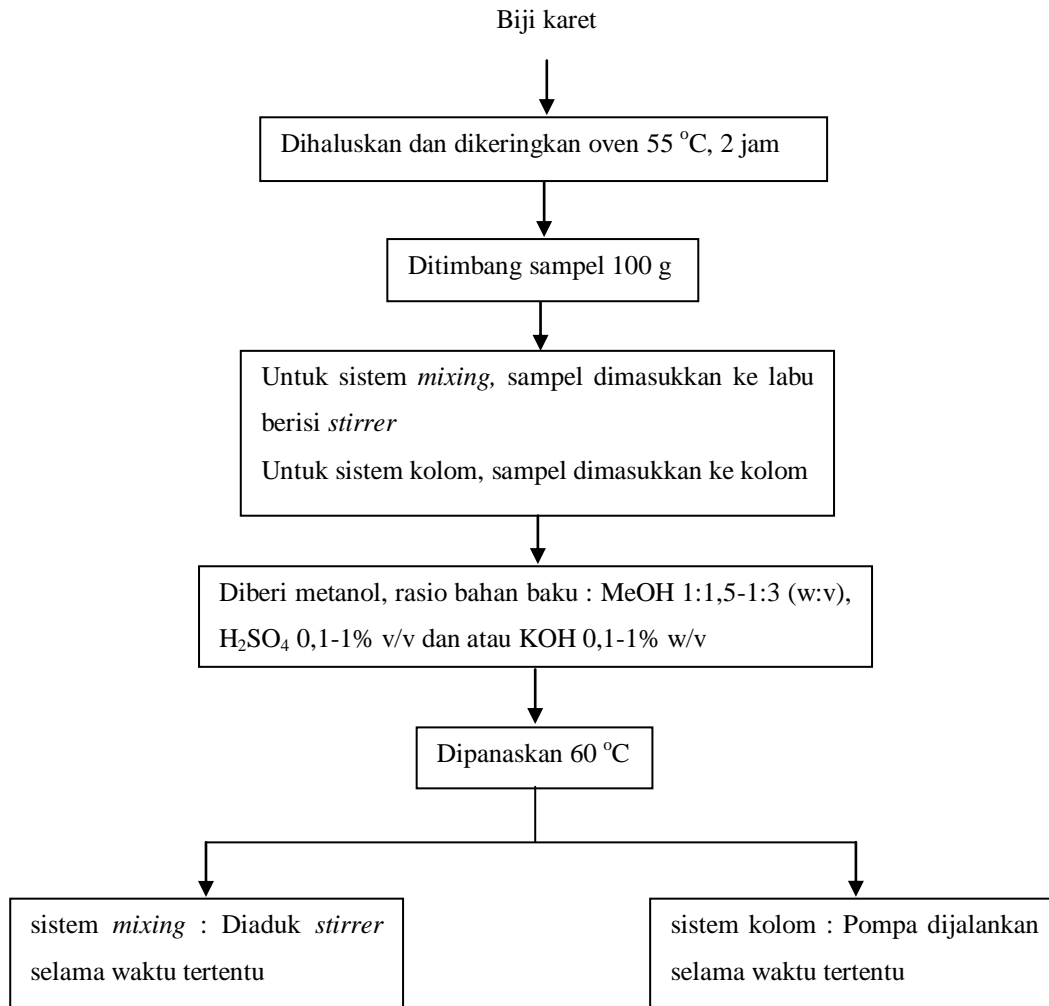
#### 3.9.1. Diagram alir percobaan penelitian pendahuluan



Gambar 3.4. Diagram alir percobaan tahap penelitian pendahuluan

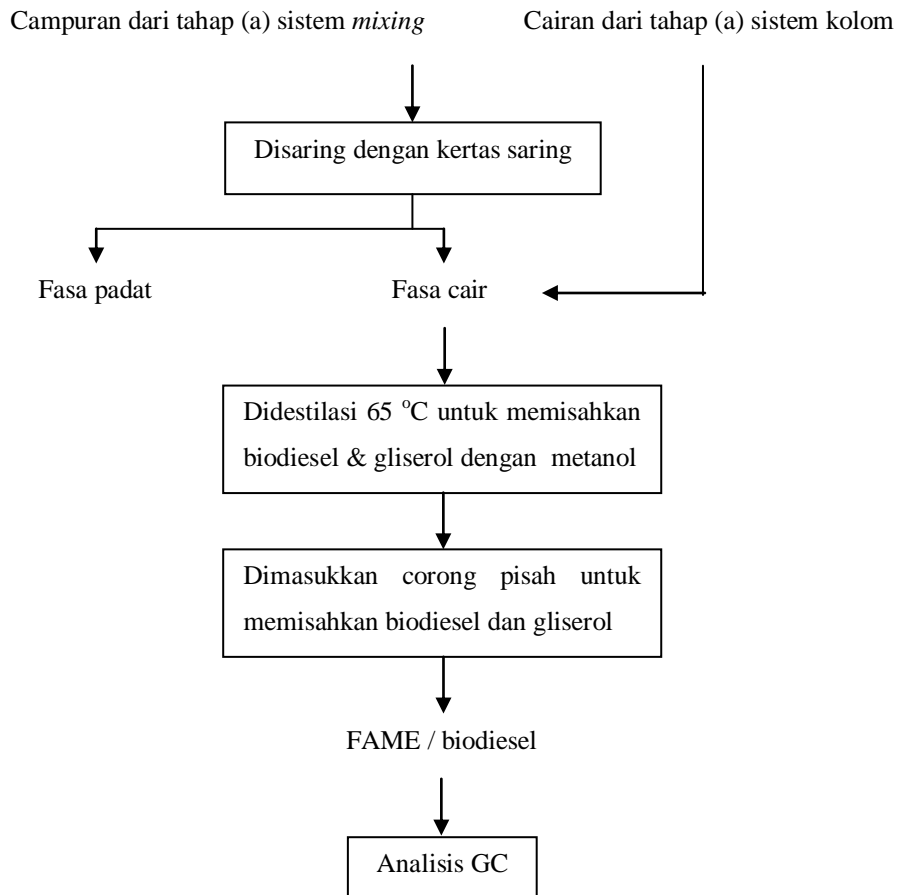
### 3.9.2. Diagram alir percobaan penelitian utama

#### a. Tahap pembuatan biodiesel secara in situ



Gambar 3.5. Diagram alir percobaan tahap pembuatan biodiesel

## b. Tahap pemurnian biodiesel



Gambar 3.6. Diagram alir percobaan tahap pemurnian biodiesel



#### IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sebelum melakukan penelitian, maka bahan baku kernel biji karet terlebih dahulu dilakukan analisis proksimat yang meliputi kadar air, kadar abu, kadar protein (nitrogen) dan kadar lemak/minyak. Hasil analisis ditunjukkan pada Tabel 4.1 sebagai berikut :

Tabel 4.1. Hasil analisis proksimat kandungan bahan baku biji karet dibandingkan dengan peneliti lain.

Komponen	Komposisi (%)	
	A	B
Kadar air	7,78	7,6
Kadar abu	4,19	3,1
Kadar protein	21,69	21,7
Kadar lemak/minyak	26,85	39

Ket : basis basah

A = Hasil penelitian sendiri

B = Stosic dan Kaykay, (1981) diacu dalam Aritonang, (1986)

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kadar air sebesar 7,78%, jika dibandingkan dengan Stosic dan Kaykay, (1981) maka hasil kadar airnya tidak terlalu berbeda jauh, sehingga dalam proses pembuatan biodiesel ini diperlukan proses pengeringan pada bahan bakunya karena adanya air dapat mengganggu proses produksi biodiesel. Setelah proses pengeringan (55°C, 2 jam), kadar airnya berkurang dari 7,78% menjadi 4,04%. Dari Tabel 4.1 kadar abu dan proteinnya masing-masing adalah 4,19% dan 21,69%, hasil tersebut juga tidak berbeda jauh jika dibandingkan dengan Stosic dan Kaykay, (1981). Pengeringan pada bahan baku tidak akan mengubah komposisi biji karet secara signifikan. Menurut Andayani, (2008) nilai kadar protein setelah pengeringan pada biji karet tidak terlalu berbeda jauh, namun masih adanya air dalam bahan menyebabkan kadar protein yang dihasilkan menjadi lebih rendah yaitu sebesar 13,85 % (basis kering) dan 12,62 % (basis basah). Sedangkan kadar minyaknya adalah 26,85% lebih rendah daripada yang dikemukakan oleh Ketaren, (1986) yakni sekitar 40-50% serta Stosic dan Kaykay, (1981) sebesar 39%, hal ini dikarenakan rendahnya kualitas biji karet tersebut. Tingginya kadar minyak, kadar protein, dan kadar air

dalam daging biji karet menyebabkan biji karet termasuk biji yang mudah rusak. Kerusakan tersebut dapat disebabkan oleh aktivitas enzim dan mikroorganisme yang terdapat dalam biji. Menurut Ketaren (1986), enzim lipase merupakan salah satu jenis enzim yang aktif pada biji-bijian yang telah dipanen. Aksi enzim ini akan mendorong penguraian gliserida menjadi asam lemak dan gliserol. Proses ini sering disebut dengan proses hidrolisis. Proses hidrolisis dapat berlangsung pada waktu minyak masih berada dalam jaringan biji yang telah dipanen, selama pengolahan, dan penyimpanan. Untuk mengurangi terjadinya hidrolisis atau kerusakan minyak, maka sebelum diekstraksi biasanya biji-bijian diberi perlakuan pemanasan terlebih dahulu. Selain itu menurut Andayani, (2008) pengeringan pada kernel biji karet tidak akan menurunkan kadar minyaknya namun dapat meningkatkan rendemen hasil ekstraksi. Hal ini disebabkan karena afinitas minyak dengan permukaan bahan akan berkurang dan terjadinya penggumpalan protein pada dinding sel dan menyebabkan terjadinya kerusakan pada dinding sel sehingga dinding selnya akan mudah dipecahkan. Hal inilah yang menyebabkan dinding sel tersebut mudah ditembus oleh minyak atau lemak sehingga minyak akan mudah keluar. Andayani, (2008) melakukan pengeringan kernel biji karet (70°C, 2 jam) hasilnya dapat meningkatkan rendemen sebesar 10,14% sedangkan pada penelitian ini kernel biji karet hanya dikeringkan dengan suhu 55°C selama 2 jam sehingga diperkirakan hasil redemennya tidak akan jauh berbeda.

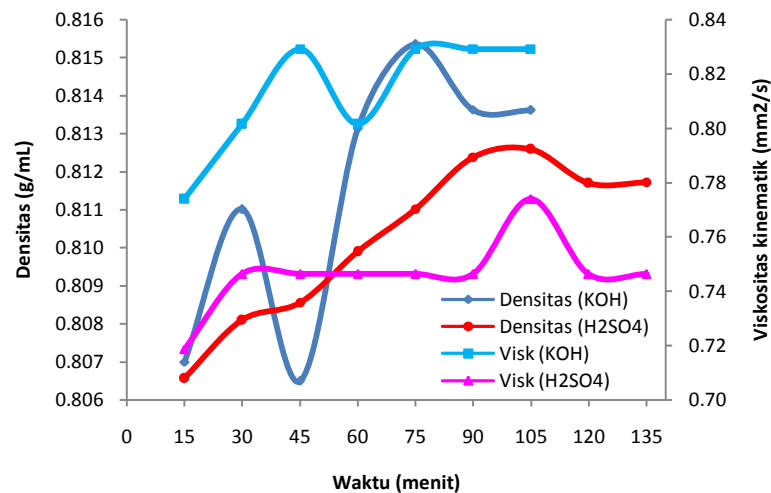
#### **4.1. Penelitian pendahuluan**

Dalam penelitian pendahuluan suhu diatur 60°C. Pada suhu reaksi yang lebih tinggi dapat mengurangi viskositas minyak dan meningkatkan laju reaksi sehingga mempersingkat waktu reaksi. Namun, Leung dan Guo (2006) dan Eevera et al. (2009) mengemukakan bahwa ketika suhu reaksi meningkat di atas level optimal, *yield* produk biodiesel akan menurun karena suhu reaksi yang lebih tinggi akan mempercepat reaksi penyabunan pada trigliserida. Suhu reaksi harus kurang dari titik didih alkohol untuk memastikan bahwa alkohol tidak akan menguap. Ketika temperatur reaksi mendekati atau melampaui titik didih metanol (68°C), metanol akan menguap dan membentuk sejumlah besar gelembung yang dapat

menghambat reaksi (Meng et al., 2008). Suhu optimal berkisar dari 50-60°C, tergantung pada minyak digunakan Leung dan Guo (2006) : Leung et al, (2010). Oleh Karena itu pembuatan biodiesel dari biji karet secara in situ ini memakai suhu yang diadaptasi dari Freedman et al, (1984) yaitu pada suhu 60 °C.

Karena reaksi ini hanya dapat terjadi di daerah interfacial diantara cairan dan juga disebabkan oleh kenyataan bahwa lemak dan alkohol tidak benar-benar larut, maka transesterifikasi adalah proses yang relatif lambat. Sebagai akibatnya, pencampuran kuat diperlukan untuk meningkatkan daerah kontak antara dua fase yang tak saling bercampur (Singh dan Fernando, 2006). Oleh karena itu pada proses produksi biodiesel secara in situ ini digunakan pengaduk (*stirrer*) agar campuran teraduk homogen dan proses ekstraksi serta (trans)esterifikasi berjalan baik.

Gambar 4.1 adalah Grafik densitas dan viskositas kinematik campuran biodiesel terhadap waktu reaksi. Densitas dan viskositas adalah sifat-sifat fisika yang tergantung dengan komposisi dalam larutan. (Trans)esterifikasi reaksi akan menghasilkan metil ester dan gliserol. Jadi dengan proses in situ ini dapat diperoleh metil ester, gliserol dan minyak yang tidak terkonversi sebagai produk. Gambar 4.1 menunjukkan bahwa bertambahnya waktu akan meningkatkan densitas dan viskositas kinematik dari produk reaksi. Produk ini memiliki densitas dan viskositas kinematik yang konstan setelah 90 dan 120 menit dengan katalis masing-masing basa dan asam sehingga diperkirakan bahwa produk biodiesel dan ekstraksi minyak telah terbentuk sepenuhnya. Dengan demikian dari tahap ini diperoleh waktu reaksi 120 menit dengan katalis asam dan 90 menit dengan katalis basa. Waktu reaksi (trans)esterifikasi in situ ini akan menjadi referensi waktu reaksi untuk tahap kedua dan ketiga.



Gambar 4.1. Grafik viskositas kinematik dan densitas campuran biodiesel terhadap waktu

#### 4.2. Pengaruh konsentrasi katalis

Pada tahap ini, dipelajari pengaruh konsentrasi katalis asam  $H_2SO_4$  dan basa KOH. Konsentrasi  $H_2SO_4$  dan KOH divariasikan dari 0,1-1%. Hasil percobaan ini ditampilkan dalam Gambar 4.2 dan 4.3. Hasil rendemen tertinggi diperoleh pada  $H_2SO_4$  0,25% (v/v) sebesar 21,54% dan rendemen terendah pada  $H_2SO_4$  0,1% (v/v) dengan 15,96%. Sementara dengan KOH hasil rendemen tertinggi diperoleh pada KOH 0,1% (w/v) sebesar 22,83% dan rendemen terendah pada KOH 0,5% (w/v) sebesar 18,28%. Ramadhas et al., (2005) dan Ketaren, (1986) menjelaskan bahwa kernel biji karet memiliki kadar minyak 40-50%. Bila dibandingkan dengan hasil kadar minyak kernel biji karet pada penelitian ini yaitu sebesar 26,85% masih terlalu kecil. Hal ini dikarenakan kualitas biji karet yang rendah sehingga kandungan minyaknya sangat kecil. Biji karet akan dengan cepat membusuk jika kulit sudah dikupas, tetapi ini dapat dihindari dengan pengeringan sehingga biji karet menjadi lebih tahan lama dan dapat disimpan dalam waktu lama. Oleh karena itulah kernel biji karet tersebut dikeringkan selama 2 jam pada suhu  $55^{\circ}C$  dalam oven sebelum direaksikan. Metanol sebagai reaktan pun harus bebas dari air, karena seperti yang dikemukakan oleh Knothe et al, (2005) air dapat menghidrolisis alkil ester (biodiesel) yang terbentuk menjadi asam lemak

bebas/FFA atau bisa juga terjadi pada bahan baku yang mengandung minyak (triakil gliserol) karena reaksi antara triakil gliserol/trigliserida dengan air akan membentuk FFA. Seperti yang disebutkan oleh Ramadhas, et al. (2005) dari segi penampilan fisik dengan konsentrasi katalis yang lebih tinggi, akan menghasilkan biodiesel yang lebih gelap. Oleh karena itu penambahan konsentrasi katalis yang sesuai sangat penting terhadap penampilan fisik biodiesel. Dari pengamatan menggunakan katalis basa dihasilkan endapan kekuningan di lapisan bawah produk biodiesel yang semakin bertambah dengan meningkatnya konsentrasi katalis dan endapan ini tidak terjadi ketika menggunakan katalis asam seperti terlihat pada Gambar 4.2 di bawah ini.



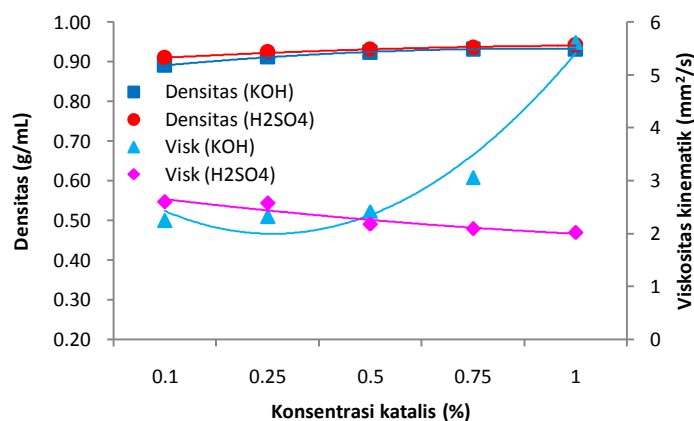
(a) Biodiesel dengan katalis asam      (b) Biodiesel dengan katalis basa

Gambar 4.2. Gambar produk biodiesel

Hal ini karena kemungkinan pembentukan sabun karena kandungan asam lemak bebas/FFA yang masih cukup tinggi dalam biji karet, katalis yang akan bereaksi dengan FFA membentuk sabun (garam natrium dari asam lemak) dan air (atau metanol jika memakai natrium metoksida), dan menghasilkan campuran yang tidak diinginkan dari FFA, sabun, diakilgliserol/DAG, monoakilgliserol/MAG yang tidak bereaksi, biodiesel, gliserol, air, dan metanol (Loterio et al., 2005). Bahkan, pada transesterifikasi katalis basa, reaksi tidak akan terjadi atau terhambat jika FFA dalam bahan baku adalah 3 % wt atau lebih (Canakci dan Van Gerpen, 1999 : 2001).

Gambar 4.3 adalah Grafik pengaruh konsentrasi katalis  $H_2SO_4$  dan KOH terhadap densitas dan viskositas kinematik biodiesel. Densitas biodiesel diperoleh nilai terendah pada  $H_2SO_4$  0,1% (v/v) sebesar 0,9099 g/mL dan densitas tertinggi

pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1% (v/v) sebesar 0,9423 g/mL, sedangkan dengan katalis KOH, densitas biodiesel diperoleh nilai terendah pada KOH 0,1% (w/v) sebesar 0,8904 g/mL dan densitas tertinggi pada KOH 0,75 dan 1% (w/v) sebesar 0,9316 g/mL. Dari kedua katalis yang dipakai, keduanya memiliki kecenderungan yang sama yaitu seiring dengan meningkatnya konsentrasi katalis, maka densitas biodiesel cenderung konstan.



Gambar 4.3. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap densitas dan viskositas kinematik biodiesel

Densitas biodiesel menurut SNI 04-7182-2006 adalah 0.85-0.90 g/mL. Nilai densitas yang diperoleh dalam percobaan ini sebagian besar sedikit di atas dari standard SNI. Hanya konsentrasi katalis 0,1% saja baik asam maupun basa yang sesuai SNI hal ini dikarenakan masih ada kotoran dalam produk biodiesel. Produk adalah hasil dari proses ekstraksi dan reaksi, jadi selain biodiesel masih ada kemungkinan produk-produk lain seperti resin. Pada *yield* FAME yang tertinggi (53,61%), menghasilkan densitas biodiesel sebesar 0,9250 g/mL pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v) yang sedikit lebih tinggi daripada standard SNI biodiesel tetapi dengan katalis KOH pada *yield* FAME tertinggi (56,82%) menghasilkan densitas biodiesel 0,8904 g/mL pada KOH 0,1% (w/v) yang sesuai dengan standard SNI. Densitas bahan bakar memiliki beberapa efek pada *break up* bahan bakar yang disuntikkan ke dalam silinder. Selain itu, dengan semakin meningkatnya densitas maka semakin banyak bahan bakar yang disuntikkan sebagai massa (Canakci & Sanli, 2008). Jumlah bahan bakar yang disuntikkan, waktu injeksi dan pola

semprot injeksi dipengaruhi langsung oleh parameter ini (Lee et al., 2002). Dengan meningkatnya densitas, diameter tetesan bahan bakar akan meningkat. Karena inersia tetesan besar adalah besar, maka penetrasi ke ruang pembakaran akan lebih tinggi juga (Choi & Reitz, 1999). Ketika disuntikkan bahan bakar dengan densitas dan viskositas yang rendah maka akan terjadi perbaikan atomisasi dan dihasilkan pembentukan campuran yang lebih baik (Canakci & Sanli, 2008).

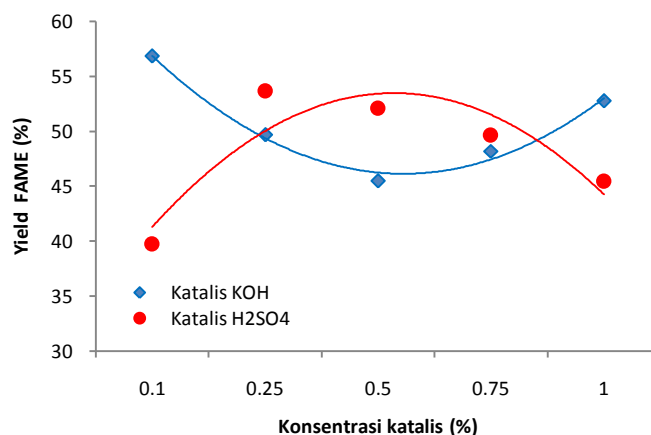
Parameter lain yang cukup penting adalah viskositas. Viskositas bahan bakar mesin adalah salah satu fitur bahan bakar yang paling penting. Dia memainkan peran yang dominan dalam penyemprotan bahan bakar, pembentukan campuran, dan proses pembakaran. Viskositas yang tinggi dapat mengganggu pada proses injeksi dan mengarah ke atomisasi bahan bakar tidak baik. Selain itu, diameter rata-rata tetesan bahan bakar dari injektor dan penetrasinya meningkat seiring dengan meningkatnya viskositas bahan bakar (Choi dan Reitz, 1999). Pencampuran bahan bakar yang tidak baik dengan udara berkontribusi terhadap pembakaran yang tidak sempurna di mesin. Selain itu, viskositas yang tinggi dapat menyebabkan injeksi lebih awal karena tekanan tinggi, yang mendorong pembakaran bahan bakar lebih dekat ke pusat mati (*top dead center*), yang meningkatkan tekanan maksimum dan suhu di ruang pembakaran (Lee et al., 2002) : (Choi dan Reitz, 1999).

Viskositas dari bahan bakar berkaitan dengan struktur kimia. Viskositas meningkat seiring dengan peningkatan panjang rantai dan menurun dengan peningkatan jumlah ikatan ganda (tingkat ketidakjenuhan) (Knothe, 2005). Viskositas kinematik biodiesel menurun seiring dengan meningkatnya konsentrasi  $H_2SO_4$  (seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.2). Viskositas kinematik terendah sebesar  $2,03 \text{ mm}^2/\text{s}$  pada  $H_2SO_4$  1% (v/v) dan viskositas kinematik tertinggi sebesar  $2,61 \text{ mm}^2/\text{s}$  pada  $H_2SO_4$  0,1% (v/v). Secara umum dengan meningkatnya konsentrasi katalis  $H_2SO_4$ , tidak akan mempengaruhi viskositas kinematik biodiesel secara signifikan dan cenderung konstan.

Sementara jika menggunakan KOH sebagai katalis, viskositas kinematik biodiesel meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi KOH. Viskositas kinematik terendah terjadi pada KOH 0,1% (w/v) sebesar  $2,25 \text{ mm}^2/\text{s}$  sedangkan

viskositas kinematik tertinggi sebesar 5,62 mm<sup>2</sup>/s pada KOH 1% (w/v). Secara umum dengan meningkatnya konsentrasi katalis KOH, cukup mempengaruhi viskositas kinematik biodiesel secara signifikan.

Secara keseluruhan nilai viskositas kinematik biodiesel (40°C) sesuai dengan standard nilai SNI 04-7182-2006 dengan kisaran 2,3-6,0 mm<sup>2</sup>/s. Meskipun begitu masih ada yang nilainya berada sedikit dibawah 2,3 mm<sup>2</sup>/s, namun hal ini masih dapat ditoleransi. Meskipun viskositas yang rendah menyebabkan cepat hausnya bagian-bagian mesin seperti pompa injektor dan injektor bahan bakar seperti yang dinyatakan oleh Chigier, (1983), viskositas metil ester dari minyak biji karet lebih rendah pada suhu tinggi dan hampir sama dengan bahan bakar diesel. Ini membantu pembakaran dengan meningkatnya udara entrainment, dan sudut kerucut semprot meningkat dengan penurunan viskositas (Satyanarayana dan Muraleedharan, 2010).



Gambar 4.4. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* FAME

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa variasi konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan KOH cukup mempengaruhi pada *yield* FAME. Hasil *yield* FAME terendah diperoleh pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1% (v/v) sebesar 39,73% dan *yield* FAME tertinggi diperoleh pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v) sebesar 53,61% yang kemudian cenderung menurun seiring dengan meningkatnya konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, sedangkan jika menggunakan KOH diperoleh *yield* FAME terendah pada KOH 0,5% (w/v) sebesar 45,5% dan *yield* FAME tertinggi pada KOH 0,1% sebesar 56,82%. Meskipun dengan konsentrasi KOH di atas 0,5% *yield* FAME cenderung meningkat, namun hal ini kurang baik



karena dengan meningkatnya konsentrasi KOH akan semakin banyak juga terbentuknya sabun. Hasil *yield* FAME yang diperoleh tidak terlalu tinggi karena menggunakan rasio bahan baku terhadap metanol (1:2), hal ini diperkirakan karena metanol yang digunakan untuk pelarut dan reaktan masih terlalu kecil dibandingkan dengan percobaan yang dilakukan oleh peneliti lainnya (Harrington dan D'arcy, 1985), (Marinkovic dan Tomasevic, 1998), (Haas et al, 2004) jadi hasil rendemen dan *yield* FAME diperoleh juga sedikit. Hal ini diperkirakan karena kurang maksimalnya ekstraksi dan (trans)esterifikasi minyak menjadi biodiesel oleh metanol. Ketika percobaan digunakan rasio bahan baku terhadap metanol (1:3), diperoleh hasil *yield* FAME maksimum sebesar 91,05% dengan katalis asam yang disajikan dalam Gambar 4.6.

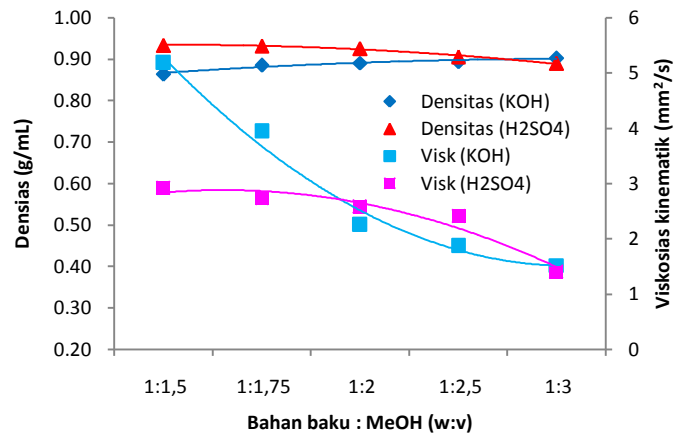
### **4.3. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol**

Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol terlihat dalam Gambar 4.5 dan 4.6. Meningkatnya rasio bahan baku terhadap metanol dapat mempengaruhi densitas, viskositas kinematik dan *yield* FAME dari proses in situ ini. Pada Gambar 4.5 dengan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v), peningkatan rasio bahan baku tidak menyebabkan perubahan densitas biodiesel. Densitas tertinggi biodiesel diperoleh pada rasio 1:1,5 sebesar 0,9333 g/mL dan densitas terendah pada rasio 1:3 sebesar 0,8893 g/mL. Secara umum dengan peningkatan rasio, densitasnya tidak mengalami perubahan yang drastis, meskipun ada yang sedikit di atas SNI namun masih dapat ditoleransi.

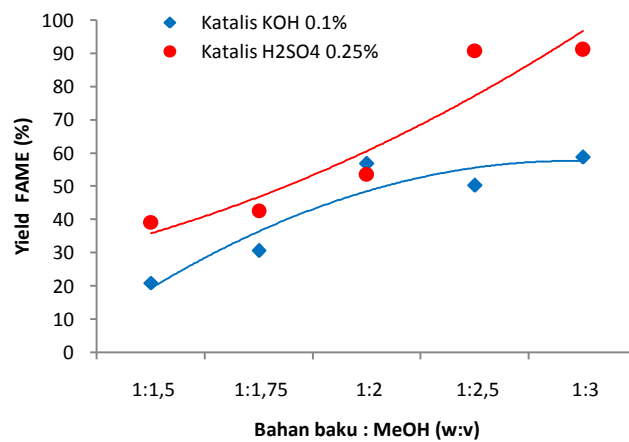
Jika menggunakan katalis KOH 0,1% (w/v), meningkatnya rasio bahan baku juga tidak menyebabkan perubahan densitas biodiesel secara drastis. Densitas terendah biodiesel diperoleh pada rasio 1:1,5 yaitu 0,8637 g/mL dan densitas tertinggi pada rasio 1:3 sebesar 0,9026 g/mL. Secara umum dengan meningkatnya rasio, densitasnya tidak mengalami peningkatan yang drastis dan telah sesuai SNI.

Yang perlu diperhatikan adalah bahwa kelebihan metanol akan bergerak ke lapisan ester. Kelebihan metanol dalam ester akan menurunkan titik nyala biodiesel. Kelebihan metanol dapat dihilangkan dengan dicuci (Ramadhas et al, 2005). Sebaliknya jika titik nyala lebih tinggi seperti yang disebutkan oleh

Canakci dan Sanli (2008), bahan bakar dengan titik nyala yang tinggi dapat menyebabkan endapan karbon di ruang pembakaran.



Gambar 4.5. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol dengan densitas & viskositas kinematik biodiesel



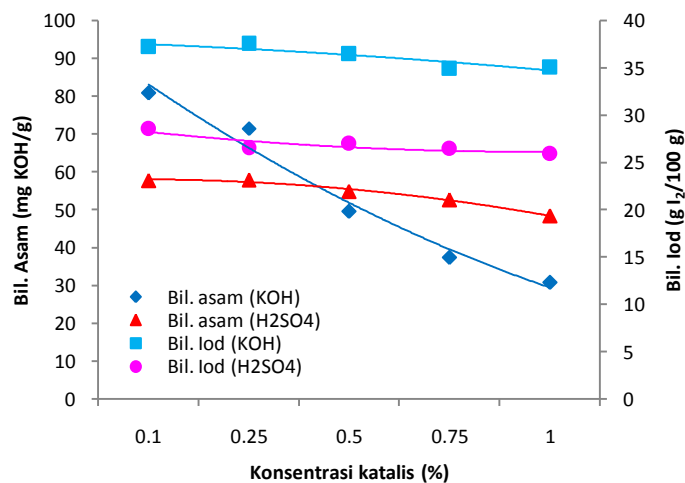
Gambar 4.6. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol dengan *yield* FAME

Seperti yang dinyatakan oleh Özgül-Yücel dan Türkay, (2002), peran metanol dalam proses in situ sangat penting karena metanol memiliki peran ganda yaitu : sebagai pelarut untuk ekstraksi minyak dan juga sebagai reaktan, jadi penambahannya harus berlebih. Gambar 4.6 terlihat bahwa dengan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v) menunjukkan bahwa *yield* FAME meningkat secara signifikan seiring dengan peningkatan rasio bahan baku terhadap metanol. *Yield* FAME terendah

pada rasio 1:1,5 sebesar 39,18% dan *yield* FAME tertinggi pada rasio 1:3 sebesar 91,05%.

Jika dengan katalis KOH 0,1% (w/v), seiring dengan meningkatnya rasio, maka *yield* FAME cenderung meningkat. *Yield* FAME terendah terjadi pada rasio 1:1,5 sebesar 20,87% dan *yield* FAME tertinggi diperoleh pada rasio 1:3 sebesar 58,79%. Jumlah metanol, bagaimanapun, harus tidak terlalu berlebihan, sebagai dinyatakan oleh Ramadhas., et al (2005), metanol pada lapisan ester dapat menurunkan titik nyala biodiesel. Karena itu, proses pemurnian dan penghilangan metanol dengan destilasi atau pencucian harus dilakukan dengan sempurna. Proses destilasi sekitar ( $\pm 1$  jam) atau bisa lebih lama lagi tergantung pada jumlah metanol yang diberikan karena jika terlalu lama menyebabkan biodiesel menjadi kental dan sulit untuk dituangkan pada suhu kamar dan juga warnanya menjadi lebih gelap.

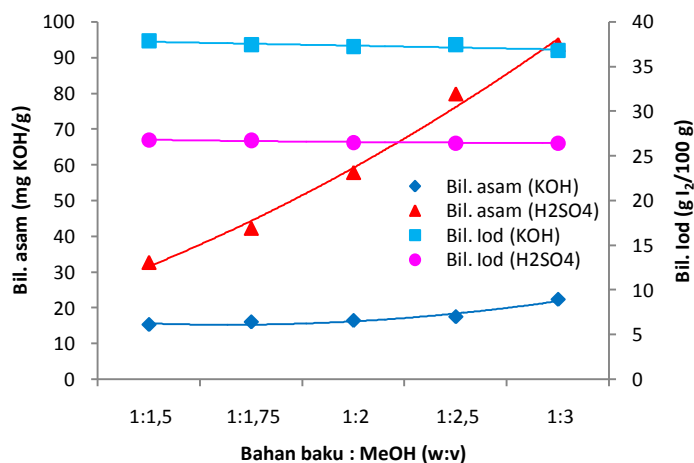
#### 4.4. Analisis biodiesel



Gambar 4.7. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap bilangan asam & bilangan Iod

Bilangan asam adalah massa dari kalium hidroksida (KOH) dalam miligram yang diperlukan untuk menetralkan satu gram zat kimia. Bilangan asam adalah pengukuran jumlah asam karboksilat, senyawa seperti asam lemak, atau dalam campuran senyawa. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa bilangan asam hanya sedikit menurun bahkan cenderung konstan seiring dengan peningkatan konsentrasi

katalis  $H_2SO_4$ . Hal ini dikarenakan rasio bahan baku terhadap metanol yang sama (1:2) pada berbagai variasi konsentrasi katalis. Bilangan asam pada produk biodiesel masih cukup tinggi dikarenakan tingginya kadar FFA dalam bahan baku dengan nilai terendah sebesar 48,42 mg KOH/g biodiesel pada  $H_2SO_4$  1% (v/v) dan nilai tertinggi sebesar 57,89 mg KOH/g biodiesel pada  $H_2SO_4$  0,25% (v/v). Begitu juga saat menggunakan katalis KOH, bilangan asam yang diperoleh masih cukup tinggi. Bilangan asam menurun secara signifikan seiring dengan peningkatan konsentrasi KOH dengan nilai terendah sebesar 30,83 mg KOH/g biodiesel pada KOH 1% (w/v) dan nilai tertinggi sebesar 80,83 mg KOH/g biodiesel pada KOH 0,1% (w/v), hal ini disebabkan peningkatan konsentrasi KOH seperti terlihat dalam Gambar 4.7.



Gambar 4.8. Pengaruh rasio bahan baku terhadap metanol pada bilangan asam & bilangan Iod

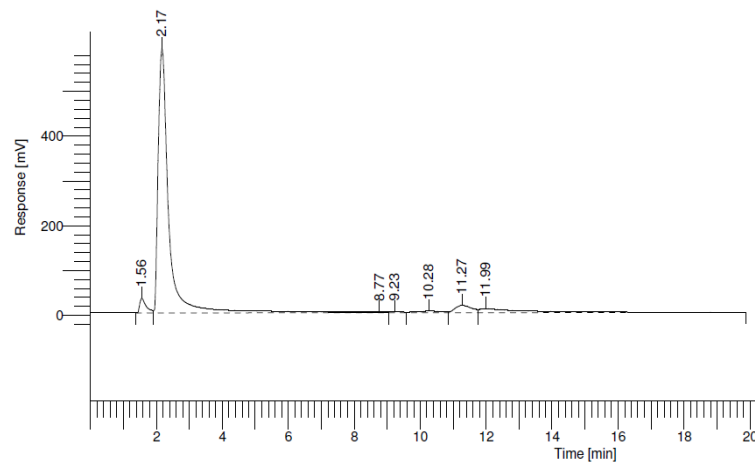
Pada Gambar 4.8 jika menggunakan katalis  $H_2SO_4$  0,25% (v/v) menunjukkan bahwa bilangan asam akan semakin meningkat cukup signifikan seiring dengan peningkatan rasio bahan baku terhadap metanol, hal ini dikarenakan dengan semakin banyaknya metanol, maka semakin banyak juga minyak yang terekstrak dari biji karet tersebut sehingga FFA-nya akan semakin tinggi yang mengakibatkan bilangan asamnya semakin meningkat pula. Bilangan asam yang terendah sebesar 32,77 mg KOH/g biodiesel pada rasio 1:1,5 dan bilangan asam tertinggi sebesar 93,59 mg KOH/g biodiesel pada rasio 1:3. Begitu juga jika

menggunakan katalis KOH 0,1% (w/v), bilangan asam akan semakin meningkat seiring dengan peningkatan rasio bahan baku terhadap metanol meskipun tidak terlalu signifikan. Bilangan asam yang terendah sebesar 15,34 mg KOH/g biodiesel pada rasio 1:1,5 dan bilangan asam tertinggi sebesar 22,42 mg KOH/g biodiesel pada rasio 1:3. Jika dibandingkan penggunaan antara katalis asam dan basa, nilai bilangan asam pada katalis basa secara keseluruhan masih lebih rendah dibandingkan dengan katalis asam, hal ini dikarenakan sifat basa dari KOH akan menetralkan/menurunkan FFA dalam bahan baku ataupun produk biodiesel.

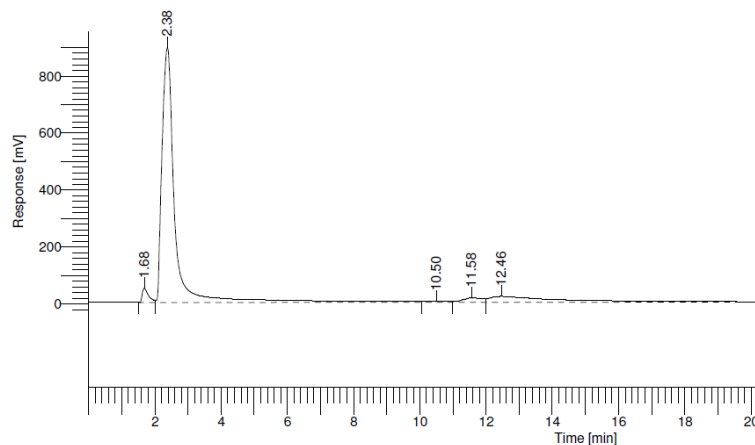
Secara keseluruhan bilangan asam masih cukup tinggi, hal ini menunjukkan bahwa masih ada banyak asam lemak/FFA yang tidak dikonversi menjadi metil ester. Asam lemak bebas yang diperoleh merupakan dari proses ekstraksi, dengan demikian proses ekstraksi menjadi lebih dominan dibandingkan dengan reaksi (trans)esterifikasi. Bilangan asam yang tinggi tidak hanya akan membuat deposit dalam sistem bahan bakar tetapi juga menurunkan kualitas komponen sistem bahan bakar (Weiksner et al., tanpa tahun). Jadi, untuk meningkatkan kualitas biodiesel atau menurunkan bilangan asam, pada proses in situ ini harus dilakukan pretreatment terlebih dahulu dengan reaksi esterifikasi sebelum transesterifikasi.

Bilangan Iod adalah massa Iodium dalam gram yang terikat dalam 100 gram zat kimia. Bilangan Iod sering digunakan untuk menentukan jumlah ketidakjenuhan asam lemak. Ketidakjenuhan ini adalah dalam bentuk ikatan rangkap, yang bereaksi dengan senyawa Iodium. Semakin tinggi bilangan Iod, semakin banyak juga ikatan C=C dalam lemak (Alfred, 2002). Seperti terlihat pada Gambar 4.7 dan 4.8 bilangan Iod relatif stabil baik pada variasi konsentrasi katalis maupun variasi rasio bahan baku terhadap metanol. Pada variasi konsentrasi katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bilangan Iod berkisar antara ±25-28 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel, sedangkan pada variasi konsentrasi katalis KOH bilangan Iod berkisar antara ±34-37 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel. Pada variasi rasio bahan baku terhadap metanol dengan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v), bilangan Iod konstan pada ± 26 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel sedangkan dengan katalis KOH 0,1% (w/v) bilangan Iod berkisar antara ±36-37 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel. Pada masing-masing kondisi maksimum. Pada konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v) memiliki bilangan Iod sebesar

26,5 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel dan pada rasio 1:3 memiliki bilangan Iod sebesar 26,46 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel. Sedangkan pada katalis KOH 0,1% (w/v) memiliki bilangan Iod sebesar 37,21 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel dan pada rasio 1:3 memiliki bilangan Iod sebesar 36,77 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel. Secara keseluruhan ketidakjenuhan biodiesel relatif kecil dan cukup baik dan semuanya masih di bawah standard SNI 04-7182-2006 dengan nilai maksimum 115 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel.



Gambar 4.9. Kromatogram GC biodiesel pada konsentrasi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v).



Gambar 4.10. Kromatogram GC biodiesel pada konsentrasi KOH 0,25% (w/v).

Dengan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Gambar 4.9), kromatogram dari metil ester asam lemak (FAME) terdeteksi pada waktu retensi 8-11 menit dan hal ini sesuai dengan kromatogram biodiesel standard dengan FAME pada waktu retensi 6-14. Bila dibandingkan dengan standard, hasil analisis dengan GC diperkirakan, menit ke-

8,77 adalah metil stearat (C<sub>18:0</sub>), menit ke-9,23 adalah metil oleat (C<sub>18:1</sub>), menit ke-10,28 adalah metil linoleat (C<sub>18:2</sub>) dan menit ke-11,99 adalah metil aracidat (C<sub>20:0</sub>), jika dibandingkan dengan katalis KOH (Gambar 4.10), kromatogram FAME terdeteksi pada waktu retensi 10-12 menit dan hal ini sesuai dengan kromatogram biodiesel standard. Diperkirakan pada menit ke-10,50 adalah metil linolenat (C<sub>18:3</sub>), menit ke-11,58 adalah metil nonadekanoat (C<sub>19:0</sub>) dan menit 12,46 adalah metil eikosenoat (C<sub>20:1</sub>). Meskipun semua puncaknya tidak jelas, tetapi hal ini menunjukkan bahwa FAME memang terbentuk pada sampel biodiesel dan minyak/trigliserida tidak terdeteksi kembali.

Selain penelitian utama, pada penelitian ini juga dilakukan penelitian pembandingan pada berbagai variasi seperti terlihat pada Tabel 4.2 di bawah ini.

Tabel 4.2. Data hasil pembandingan produk biodiesel pada berbagai variasi produksi biodiesel dari biji karet secara in situ.

<b>Metode</b>	<b>Rendemen (%)</b>	<b>Densitas (g/mL)</b>	<b>Visk. kinematik (mm<sup>2</sup>/s)</b>
*Co-solven (n-heksan-metanol)	19,23	0,9311	3,04
*Alat (trans)esterifikator in situ	30,98	0,8497	3,01
Katalis KOH 0,1% (2 jam)	22,20	0,9225	2,25
Katalis KOH 0,1% (4 jam)	33,27	0,9538	5,47
Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (2 jam)	25,65	0,9250	5,52
Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (4 jam)	37,35	0,9723	2,33

<b>Metode</b>	<b>Bil. asam (mg KOH/g)</b>	<b>Bil. Iod (g I<sub>2</sub>/100 g)</b>	<b>Yield FAME (%)</b>
*Co-solven (n-heksan-metanol)	18,39	27,12	47,86
*Alat (trans)esterifikator in situ	18,99	7,75	77,09
Katalis KOH 0,1% (2 jam)	52,64	28,97	55,24
Katalis KOH 0,1% (4 jam)	96,70	34,57	82,79
Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (2 jam)	46,63	35,47	63,84
Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (4 jam)	89,30	35,07	92,95

Catatan : Rasio bahan baku : MeOH (1:7), T = 60°C, \*:katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25%.

Berdasarkan penelitian pembandingan pada Tabel 4.2, hasil rendemen terendah terdapat pada metode co-solven (n-heksan-metanol) sebesar 19,23% dan tertinggi pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (4 jam) sebesar 37,35%. Pada tabel tersebut terlihat jika terjadi kenaikan prosentase rendemen dan *yield* FAME seiring dengan peningkatan

waktu reaksi pada penggunaan kedua katalis dengan peningkatan sebesar 33,2% dan 31,3% pada masing-masing penggunaan katalis basa dan asam. Hal yang sama terjadi juga pada data densitas yang diperoleh dengan prosentase kenaikan sebesar 3,3% dan 4,9% pada masing-masing penggunaan katalis basa dan asam. Namun data densitasnya secara keseluruhan masih sedikit di atas standard SNI (0,85-0,89 g/mL) kecuali densitas biodiesel yang diproduksi dengan alat (trans)esterifikator in situ yaitu sebesar 0,8497 g/mL.

Besaran viskositas kinematik secara keseluruhan cukup beragam namun masih sesuai dengan standard SNI (2,3-6,0 mm<sup>2</sup>/s) dari yang terendah hingga yang tertinggi masing-masing sebesar 2,25 hingga 5,52 mm<sup>2</sup>/s. Sedangkan untuk bilangan asam pada Tabel 4.2 secara keseluruhan masih berada di atas standard SNI (maks. 0,8 mg KOH/g biodiesel) dan terlihat jika terjadi kenaikan bilangan asam seiring dengan peningkatan waktu reaksi pada penggunaan kedua katalis dengan peningkatan sebesar 45,6% dan 47,8% pada masing-masing penggunaan katalis basa dan asam. Hal ini diperkirakan karena terjadi peningkatan ekstraksi minyak oleh metanol yang sejalan dengan peningkatan produk biodiesel yang dihasilkan seiring dengan peningkatan waktu reaksi. Oleh karena hal ini jugalah terjadi peningkatan *yield* FAME seiring dengan bertambahnya waktu reaksi. Untuk bilangan Iod secara keseluruhan masih masuk ke dalam standard SNI (maks. 115 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel) dengan nilai terendah dan tertinggi masing-masing 7,75 dan 35,47 g I<sub>2</sub>/100 g biodiesel.

#### **4.5. Model kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ**

Model kinetika proses pembuatan biodiesel secara in situ ini terdiri dari model kinetika laju ekstraksi orde 1 dan laju reaksi esterifikasi orde 1 dikarenakan proses ekstraksi dan reaksinya berlangsung secara bersamaan dalam satu reaktor.

Pada penelitian ini, pemodelan kinetika reaksinya hanya berdasarkan pada reaksi esterifikasi saja (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25%, rasio 1:3) karena diasumsikan pada proses produksi biodiesel ini, proses yang paling dominan adalah reaksi esterifikasi dikarenakan tingginya kandungan FFA dalam biji karet ini. Asumsi yang



diterapkan untuk menganalisis model kinetika laju reaksi esterifikasi ini adalah (Cho et al., 2011) :

- a. Penambahan metanol yang berlebih dan penghilangan air dari sistem reaksi sehingga reaksi baliknya diabaikan (reaksi ke kiri diabaikan). Dengan kelebihan metanol ini, maka metanol bukan merupakan reaktan pembatas.
- b. Konsentrasi metanol dapat dianggap konstan.

Model kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ diperkirakan merupakan gabungan dari model kinetika laju ekstraksi dan model kinetika laju reaksi esterifikasi yang persamaannya adalah sebagai berikut :

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = -k_f \cdot C_{FA} + k(C_{FA,s} - C_{FA}) \quad (24)$$

Sebelum membuktikan persamaan model di atas, maka terlebih dahulu akan dibahas model kinetika dari masing-masing persamaan tersebut dengan mengasumsikan :

- d. Proses reaksi esterifikasi yang berpengaruh sedangkan proses ekstraksi tidak berpengaruh secara signifikan ( $k = 0$ ).
- e. Proses ekstraksi yang berpengaruh sedangkan proses reaksi esterifikasi tidak berpengaruh secara signifikan ( $k_f = 0$ ) jika  $C_{FA} \neq 0$  serta jika  $C_{FA} = 0$ .
- f. Baik proses ekstraksi dan reaksi esterifikasi keduanya berpengaruh secara signifikan ( $k_f \neq 0, k \neq 0$ ).

Untuk itu akan dibahas satu persatu untuk membuktikan dari asumsi di atas.

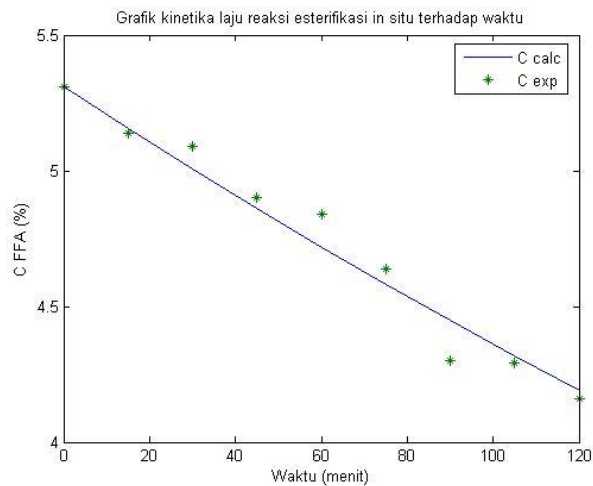
1. Proses reaksi esterifikasi yang berpengaruh.

Jika diasumsikan proses reaksi esterifikasi yang berpengaruh sedangkan proses ekstraksi tidak berpengaruh secara signifikan ( $k = 0$ ), maka persamaan  $k(C_{FA,s} - C_{FA}) = 0$ , sehingga model kinetika laju reaksi esterifikasi orde 1 adalah sebagai berikut :

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = -k_f \cdot C_{FA} \quad (25)$$

Persamaan di atas dapat diselesaikan dengan program MATLAB 7.0.1 yang menghasilkan nilai konstanta laju reaksi esterifikasi ( $k_f$ ) adalah 0,002/menit

dengan nilai *sum of square error* (SSE) adalah 0,051 dan koefisien regresi linear ( $R^2$ ) adalah 0,96 yang menghasilkan grafik seperti Gambar 4.11. Dari Grafik tersebut dapat kita bandingkan antara garis biru adalah data hasil perhitungan dengan MATLAB 7.0.1 dan bintang hijau adalah data hasil percobaan. yang terlihat bahwa konsentrasi FFA akan berkurang seiring dengan bertambahnya waktu dikarenakan FFA yang terkonversi menjadi biodiesel.



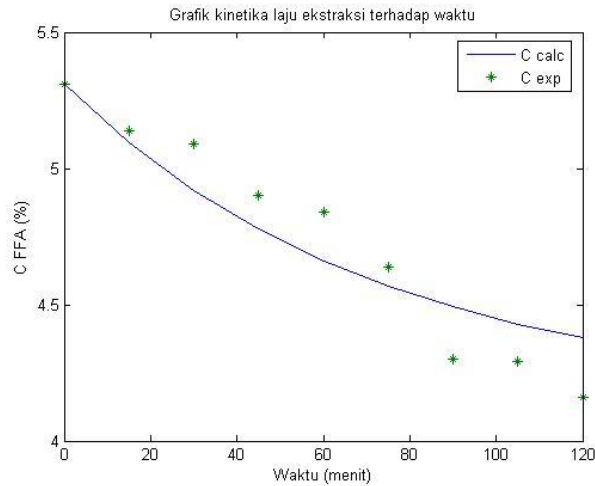
Gambar 4.11. Grafik kinetika laju reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu (SSE = 0,051,  $R^2 = 0,96$ )

## 2. Proses ekstraksi yang berpengaruh.

Jika diasumsikan proses ekstraksi yang berpengaruh sedangkan proses reaksi esterifikasi tidak berpengaruh maka  $k_f = 0$  dengan tidak mengabaikan  $C_{FA}$  tiap waktu ( $C_{FA} \neq 0$ ) maka model kinetika laju ekstraksi orde 1 yang berdasarkan konsentrasi FFA (%) adalah sebagai berikut :

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = k(C_{FA,s} - C_{FA}) \quad (26)$$

Untuk  $C_{FA,s} = 4,16\%$  maka penyelesaian dengan program MATLAB 7.0.1 akan menghasilkan grafik seperti pada Gambar 4.12. Dari Grafik tersebut menghasilkan nilai konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) adalah 0,0138/menit dengan nilai SSE adalah 0,1871 dan  $R^2$  adalah 0,87.

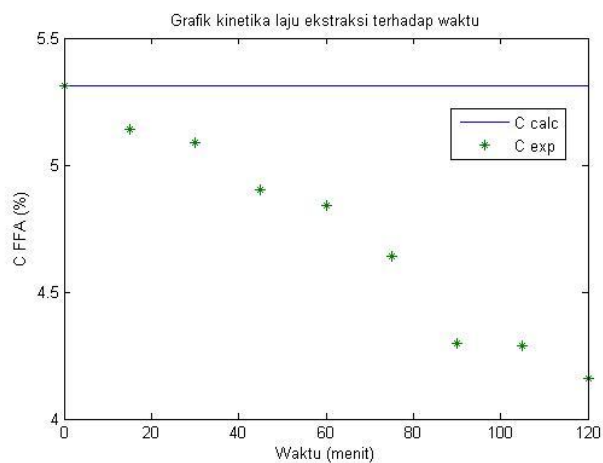


Gambar 4.12. Grafik kinetika laju ekstraksi terhadap waktu ( $C_{FA} \neq 0$ ) (SSE = 0,1871,  $R^2 = 0,87$ )

dan jika  $C_{FA} = 0$  diasumsikan konsentrasi FFA tiap waktu diabaikan maka model kinetika laju ekstraksinya adalah sebagai berikut :

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = -k \cdot C_{FA,s} \quad (27)$$

Untuk  $C_{FA,s} = 4,16\%$  maka penyelesaian dengan program MATLAB 7.0.1 akan menghasilkan grafik seperti pada Gambar 4.13. Dari Grafik tersebut menghasilkan nilai konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) adalah  $1 \times 10^{-7}$ /menit dengan nilai SSE adalah 4,2986 dan  $R^2$  adalah  $2,74 \times 10^{-5}$ .



Gambar 4.13. Grafik kinetika laju ekstraksi terhadap waktu ( $C_{FA} = 0$ ) (SSE = 4,2986,  $R^2 = 2,74 \times 10^{-5}$ ).

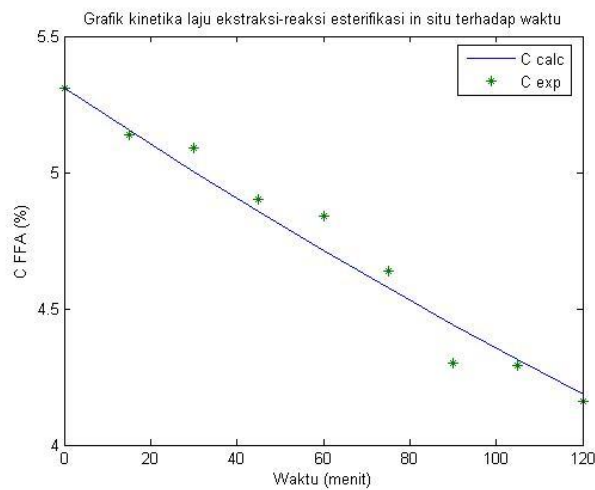
3. Proses ekstraksi dan reaksi esterifikasi keduanya berpengaruh.

Jika diasumsikan proses ekstraksi dan reaksi esterifikasi keduanya berpengaruh maka model kinetiknya seperti Persamaan (24) yaitu:

$$\frac{dC_{FA}}{dt} = -k_f \cdot C_{FA} + k(C_{FA,s} - C_{FA})$$

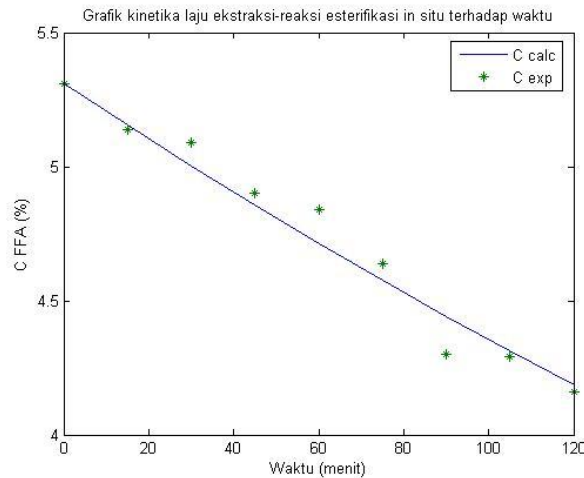
dengan  $C_{FA,s} = 4,16\%$ . Melalui program MATLAB

7.0.1 dihasilkan nilai konstanta laju reaksi esterifikasi ( $k_f$ ) adalah 0,0020/menit, nilai konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) adalah 0,0001/menit, nilai SSE adalah 0,051 dan  $R^2$  adalah 0,96 dengan grafik seperti Gambar 4.13.



Gambar 4.14. Grafik kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu ( $C_{FA,s} = 4,16\%$ ,  $SSE = 0,051$ ,  $R^2 = 0,96$ )

Jika dibandingkan dengan memakai  $C_{FA,s} = 3\%$ , maka grafiknya adalah :



Gambar 4.15. Grafik kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu ( $C_{FA,s} = 3\%$ ,  $SSE = 0,051$ ,  $R^2 = 0,96$ )

Dengan MATLAB 7.0.1 dihasilkan konstanta laju reaksi esterifikasi ( $k_f$ ) adalah 0,0020/menit, konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) adalah 0,0001/menit, SSE adalah 0,051 dan  $R^2$  adalah 0,96.

Berdasarkan asumsi di atas, maka dapat dirangkum sebagai berikut :

Tabel 4.3. Perbandingan konstanta laju, SSE dan  $R^2$  dari tiap asumsi

Asumsi (yang berpengaruh)	Konstanta laju (1/menit)	SSE	$R^2$
1) Proses reaksi esterifikasi	$k_f = 0,002$	0,051	0,96
2) Proses ekstraksi, $C_{FA} \neq 0$	$k = 0,0138$	0,1871	0,87
Proses ekstraksi, $C_{FA} = 0$	$k = 1 \times 10^{-7}$	4,2986	$2,74 \times 10^{-5}$
3) Proses ekstraksi & esterifikasi, $C_{FA,s} = 4,16\%$	$k_f = 0,0020, k = 0,0001$	0,051	0,96
Proses ekstraksi & esterifikasi, $C_{FA,s} = 3\%$	$k_f = 0,0020, k = 0,0001$	0,051	0,96

Berdasarkan Tabel 4.3 di atas maka dapat disimpulkan bahwa model kinetika yang mendekati kebenaran adalah model kinetika proses reaksi esterifikasi serta model gabungan antara proses ekstraksi dan reaksi esterifikasi dikarenakan modelnya mempunyai nilai SSE yang terkecil yaitu 0,051 dan  $R^2$  yang mendekati 1 yaitu 0,96 dibandingkan dengan yang lain. Model kinetika proses reaksi esterifikasi saja juga dapat mewakili sebagai model proses reaksi (trans)esterifikasi in situ dikarenakan persamaannya yang lebih sederhana. Sedangkan untuk proses yang paling dominan atau cepat di antara proses ekstraksi dengan proses reaksi esterifikasi adalah proses reaksi esterifikasi yang paling dominan, dikarenakan nilai konstanta laju reaksi esterifikasi lebih besar daripada konstanta laju ekstraksi.

## V. KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Kesimpulan

Studi proses produksi biodiesel dari biji karet secara in situ diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

- Proses produksi biodiesel memerlukan waktu 90 dan 120 menit dengan konsentrasi terbaik 0,1 dan 0,25%, masing-masing dengan katalis basa KOH dan katalis asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> menggunakan rasio bahan baku terhadap metanol (1:3) pada suhu 60°C menghasilkan *yield* biodiesel sebesar 58,79% dan 91,05% masing-masing dengan katalis KOH dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- Parameter yang paling berpengaruh dalam proses pembuatan biodiesel ini adalah rasio bahan baku terhadap metanol.
- Yield* biodiesel terbaik yang dihasilkan dengan sistem *mixing* adalah 91,05% lebih baik dibandingkan dengan sistem kolom (trans)esterifikator in situ yang hanya sebesar 77,09%.
- Model kinetika yang sesuai adalah model kinetika laju reaksi esterifikasi saja yaitu :  $\frac{dC_{FA}}{dt} = -k_f \cdot C_{FA}$  maka diketahui nilai konstanta laju reaksi esterifikasi in situ ( $k_f$ ) adalah 0,0020/menit.

### 5.2. Saran

- Penelitian ini cukup memberikan manfaat dalam proses produksi biodiesel yang lebih efisien, guna memanfaatkan bahan baku *nonedible*, namun memerlukan kajian aspek ekonomi yang lebih mendalam.
- Publikasi ilmiah yang sudah diterbitkan dapat membantu dalam perkembangan ilmu pengetahuan dalam proses produksi biodiesel, namun memerlukan publikasi yang lebih banyak lagi guna menambah referensi.

## VI. RINGKASAN

Bahan bakar minyak adalah sumber energi dengan konsumsi terbesar saat ini di Indonesia. Besarnya konsumsi minyak tersebut berbanding terbalik dengan cadangan minyak bumi di Indonesia yang semakin berkurang. Untuk mengurangi ketergantungan terhadap minyak bumi, maka dilakukan pengembangan bahan bakar alternatif ramah lingkungan dan dapat diperbaharui salah satunya adalah biodiesel. Biji karet memiliki kandungan minyak sekitar 40-50%, oleh karena itu dapat menjadi salah satu bahan baku dalam pembuatan biodiesel di Indonesia. Permasalahan dalam proses produksi biodiesel secara konvensional dikarenakan membutuhkan waktu yang lama, oleh karena itu dilakukan produksi biodiesel dari biji karet secara *in situ*. (Trans)esterifikasi *in situ* adalah metode pembuatan biodiesel dengan cara kontak langsung bahan baku dengan alkohol/metanol yang dibantu dengan katalis asam/basa, tanpa didahului dengan tahapan ekstraksi dan pemurnian/distilasi minyak dengan pelarut. Secara khusus penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh waktu reaksi, konsentrasi katalis, rasio bahan baku terhadap metanol serta mencari model kinetika yang sesuai untuk proses produksi biodiesel secara *in situ* ini. Pada tahap pertama dilakukan untuk mendapatkan waktu reaksi yang sesuai berdasarkan densitas dan viskositas campuran yang dihasilkan. Pada tahap kedua dilakukan variasi konsentrasi katalis 0,1-1% selanjutnya dilakukan variasi rasio bahan baku terhadap metanol 1:1.5-1:3 (w:v). Penelitian pembandingan dilakukan juga dengan rasio bahan baku terhadap metanol (1:7), memakai alat (trans)esterifikator *in situ* dan penelitian studi kinetika. Tahapan kerja pada penelitian ini adalah persiapan sampel, produksi biodiesel, pemurnian biodiesel dan karakterisasi biodiesel. Hasil penelitian menunjukkan bahwa untuk masing-masing katalis basa dan asam, waktu reaksi adalah 90 dan 120 menit, konsentrasi katalis terbaik adalah 0,1% dan 0,25%, rasio bahan baku terhadap metanol terbaik adalah (1:3) dengan *yield* FAME tertinggi adalah 58,79% dan 91,05%. Hasil penelitian studi kinetika didapatkan konstanta laju ekstraksi ( $k$ ) dan konstanta laju reaksi esterifikasi *in situ* ( $k_f$ ) masing-masing adalah 0,0001/menit dan 0,0020/menit.

## DAFTAR PUSTAKA

- Andayani, G N. (2008). *Pengaruh pengeringan terhadap sifat fisiko-kimia minyak biji karet (Hevea brasiliensis) untuk penyamakan kulit*. Departemen Hasil Hutan. Fakultas Kehutanan. Institut Pertanian Bogor.
- Aigbodiona, A.I. & Pillai, C.K.S. (2000). *Preparation, analysis and applications of rubber seed oil and its derivatives in surface coatings*, Elsevier Science S.A. 189.
- Alfred, T. (2002). *Fats and Fatty Oils*. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Weinheim : Wiley-VCH.173.
- Aritonang. (1986). *Kemungkinan pemanfaatan biji karet dalam ramuan makanan ternak*. Jurnal Litbang Pertanian 5 (3): 73.
- Balai Penelitian Sembawa. (2009). *Warta Penelitian dan Pengembangan Pertanian*. Vol 31 No. 5.
- Berchmans, H J and Hirata S. (2008). *Biodiesel production from crude Jatropha curcas L. seed oil with a high content of free fatty acids*. Bioresour Technol;99:1716–21.
- Butt, J B. (2000). *Reaction kinetics and reactor design*. 2<sup>nd</sup> ed. Basel & New York : Marcel Dekker Inc.
- Canakci, M and Van Gerpen, J. (1999). *Biodiesel production via acid catalysis*. Trans. ASAE 42: 1203–1210.
- Canakci, M. and J. Von Gerpen. (2001). *Biodiesel production from oils and fats with high free fatty acids*. Transactions of American Society of Agricultural Engineers 44: 1429–1436.
- Canakci, M & Sanli, H. (2008). *Biodiesel production from various feedstocks and their effects on the fuel properties*. J Ind Microbiol Biotechnol. 35:431–441.
- Chigier, N. (1983). *Energy, combustion, environment*. England: McGraw Hill Publishers.
- Choi, C Y and Reitz, R D (1999). *A numerical analysis of the emissions characteristics of biodiesel blended fuels*. J Eng Gas Turbines Power 121:31–37
- Cho, H J., Kim, S H., Hong, S W., Yeo, Y K. (2011). *A single step non-catalytic esterification of palm fatty acid distillate (PFAD) for biodiesel production*. Elsevier Ltd. 373–380.
- Coker, A K. (2001). *Modeling of Chemical Kinetics and Reactor Design*. USA : Gulf Publishing Company.
- Deshpande, A., Anitescu, G., Rice, P.A., Tavlarides, L.L. (2010). *Supercritical biodiesel production and power cogeneration: Technical and economic feasibilities*. Bioresour. Technol. 101, 1834–1843.
- Destianna, M., Zandy, A., Nazef., Puspasari, S. (2007). *Intensifikasi Proses produksi biodiesel*. Lomba karya ilmiah mahasiswa ITB bidang energi Penghargaan PT. Rekayasa Industri, Bandung : Institut Teknologi Bandung.



- Dini, N dan Nina, A. (2010). *Variabel yang mempengaruhi produksi biodiesel dari dedak padi dengan metode in-situ dua tahap*, ITS.
- Drapcho, C M., Nhuan, N P & Walker, T H. (2008). *Biofuels Engineering Process Technology*. USA : The McGraw-Hill Companies Inc.
- Eevera T, Rajendran K, Saradha S. (2009). *Biodiesel production process optimization and characterization to assess the suitability of the product for varied environmental conditions*. *Renew Energy*;34:762–5.
- El-Mashad H M, Zhang R, Avena-Bustillos R J. (2008). *A two-step process for biodiesel production from salmon oil*. *Biosyst Eng*;99:220–7.
- Enotes. (2011). *Rubber\_seed\_oil*. [http://www.enotes.com/topic/Rubber\\_seed\\_oil](http://www.enotes.com/topic/Rubber_seed_oil). (Akses tanggal 15 Februari 2012).
- Fessenden, F. (1992). *Kimia Organik Jilid 1*. Erlangga : Jakarta
- Freedman, B., Pryde, E H & Mounts, T L. (1984). *Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils*, *Ibid*. 61:1638–1643
- Fukuda, H., Kondo, A and Noda, H. (2001). *Biodiesel Fuel Production by Transesterification of Oils*, *J. Biosci. Bioeng.*, 92: 405-416.
- Furukawa, S., Uehara, Y., Yamasaki, H., (2010). *Variables affecting the reactivity of acid-catalyzed transesterification of vegetable oil with methanol*. *Bioresour. Technol*. 101, 3325–3332.
- Fogler H S. (1999). *Elements of Chemical Reaction Engineering*, 3<sup>rd</sup> ed. New Jersey. USA : Prentice-Hall Inc.
- Graboski, M S and McCormick, R L. (1998). *Combustion of fat and vegetable oil derived fuels in diesel engines*. *Prog Energy Combust Sci* 24:125–164
- Geller, D P., Goodrum, J W., and Knapp, S J. (1999). *Industrial Crops and Products*, 9, 85–91
- Ginting, M S A., Azizan, M T., Yusup, S. (2011). *Alkaline in situ ethanolysis of *Jatropha curcas**. Elsevier Ltd.
- Georgogianni, K.G., Kontominas M.G., Pomonis P.J., Avlonitis D., Gergis V. (2007). *Conventional and in situ transesterification of sunflower seed oil for the production of biodiesel*, Elsevier B.V, 504.
- Ghadge, S V & Raheman, H. (2005). *Biodiesel production from mahua (*Madhuca indica*) oil having high free fatty acids*. *Biomass Bioenergy*;28:601–5.
- Gálvez, A V., Cuello, E N., Mondaca, R L., Zura, L., Miranda, M. (2009). *Mathematical modelling of mass transfer during rehydration process of *Aloe vera* (*Aloe barbadensis* Miller)*. Elsevier. j.fbp..10.004
- Goering, C E., Schwab, A W., Daugherty, M J., Pryde, E H., Heakin, A J. (1982). *Fuel properties of eleven vegetable oils*. *Trans ASAE* 25:1472–1477.
- Goodrum, J W and Cundiff, J S. (1996). *Liquid Fuels and Industrial Products from Renewable Resources Proceedings of the Third Liquid Fuel Conference*, The American Society of Agricultural Engineers, Nashville, Tennessee, pp. 128–135.
- Harrington, K J dan D'arcy-Evans, C. (1985). *Comparison of Conventional and in situ Methods of Transesterification of Seed Oil from a Series of Sunflower Cultivars*, *JAACS*, Vol. 62, no. 6.
- Haas, M J & Karen, M S. (2007). *Moisture Removal Substantially Improves the Efficiency of in Situ Biodiesel Production from Soybeans*, *AOCS*, 197.

- Haas, M., Karen M S., William, N M., and Foglia, T A. (2007). *The General Applicability of in Situ Transesterification for the Production of Fatty Acid Esters from a Variety of Feedstocks*, AOCS, 963-964.
- Haas, M., Karen M, S., William N M, and Foglia, T A. (2004). *In situ Alkaline Transesterification: An Effective Method for the Production of Fatty Acid Esters from Vegetable Oils*, JAOCS, Vol. 81, no. 1, 83.
- Hincapié, G., Mondragón, F., López, D. (2011). *Conventional and in situ transesterification of castor seed oil for biodiesel production*, Elsevier Ltd, 1619.
- Ikwaugwu, O E., Ononogbu, I C., Njoku, O U. (2000). *Production of biodiesel using rubber [Hebea brasiliensis (Kunth. Muell.)] seed oil*. Elsevier Science B.V. Industrial Crops and Products 12 : 57–62.
- Joelianingsih, N H., Hagiwara, S., Sagara, Y., Soerawidjaya, T H., Tambunan, A H. (2007). *Performance of a bubble column reactor for the non-catalytic methyl esterification of free fatty acids at atmospheric pressure*. J Chem Eng Japan ;40(9):780–5.
- Jitputti, J., Kitiyanan, B., Rangsunvigit, P., Bunyakiat, K., Attanatho, L., Jenvanitpanjakul, P. (2006). *Transesterification of crude palm kernel oil and crude coconut oil by different solid catalysts*. Chem. Eng. J. 116, 61–66.
- Keim, G I. (1945). *Treating Fats and Fatty Oils*, U.S. Patent 2,383,601
- Ketaren, S. (1986). *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta : Universitas Indonesia (UI-Press)
- Kildiran, G., Ozgul, Y S., and Turkay, S. (1996). *In situ Alcoholysis of Soybean Oil*. Ibid. 73:225–228
- Knothe, G., Gerpen, J V., Krahl, J. (2005). *The Biodiesel Handbook*, 9-10, Champaign, Illinois USA : AOCS Press.
- Knothe G. (2005). *Dependence of biodiesel fuel properties on the structure of fatty acid alkyl esters*. Fuel Process Technol 86:1059–1070
- Lee, S., Tanaka, D., Kusaka, J., Daisho, Y. (2002). *Effects of diesel fuel characteristics on spray and combustion in a diesel engine*. JSAE 23:407–414
- Lei, H., Ding, X., Zhang, H., Chen, X., Li, Y., Zhang, H., Wang, Z. (2009). *In situ production of fatty acid methyl ester from low quality rice bran: An economical route for biodiesel production*. Elsevier Science.
- Leung, D Y C dan Guo, Y. (2006). *Transesterification of neat and used frying oil: optimization for biodiesel production*. Fuel Process Technol;87:883–890.
- Leung, D Y C., Wu, X., Leung, M K H. (2010). *A review on biodiesel production using catalyzed transesterification*. 87:1083–1095
- Lotero, E., Liu, Y., Lopez, D E., Suwannakarn, K., Bruce, D A & Goodwin, J G. (2005). *Synthesis of biodiesel via acid catalysis*. Ind Eng Chem Res. 44:5353–5363.
- Ma, F., and Hanna, M A. (1999), *Biodiesel Production : A Review*, Bioresorce Technology,70: 1-15.
- Marinkovic, S S & Tomasevic, A. (1998). *Transesterification of sunflower oil in situ*, Elsevier Science Ltd, Fuel Vol. 77, No. 12.

- Meng, X., Chen, G., Wang, Y. (2008). *Biodiesel production from waste cooking oil via alkali catalyst and its engine test*. Fuel Process Tech., 89 (9), 851-857 (7 pages).
- Meher, L C., Vidya, S D, and Naik, S N. (2006). *Technical aspects of biodiesel production by transesterification - a review*. Renew Sustain Energy Rev. 10:248–268.
- Mittlebach, M and Remschmidt, C. (2004). *Biodiesel The Comprehensive Handbook*. Vienna: Boersedruck Ges.m.bH.
- Montague, X. (1996). *Introduction of rapeseed methyl ester in diesel fuel – French National program*. 962065. Society of Automotive Engineers. Warrendale, PA: SAE Publication Group.
- Nadarajah, M. (1969). *The Collection and Utilization of Rubber Seed in Ceylon*. RRIC Bulletin, 4 : 23.
- Ozbay, N., Oktar, N., Tapan, N A. (2007). *Esterification of free fatty acids in waste cooking oils (WCO) : Role of ion-exchange resins*. Elsevier Ltd. doi:10.1016/j.fuel.12.010. 1789–1798.
- Ozgul, S and Turkay, S. (1993). *In situ Esterification of Rice Bran Oil with Methanol and Ethanol*. JAOCS, Vol. 70, no. 2.
- Özgül, S Y and Türkay, S. (2002). *Variables Affecting the Yields of Methyl Esters Derived from in situ Esterification of Rice Bran Oil*, JAOCS, Vol. 79, no. 6.
- Pandey, A. (2009). *Handbook of Plant-Based Biofuels*, 284-286. New York : CRC Press Taylor & Francis Group.
- Parhusip, A B. (2008). *Potret Karet Alam Indonesia*. Economic Review No. 213. September.
- Pramanik, (2003). *Renewable Energy*, 28, 239–248
- Pinto, A. C., Guarieiro, L. N., Rezende, M. J., Ribeiro, N. M., Torres, E. A., Lopes, W. A., Pereira, P. A., Andrade, J. B. (2005). *Biodiesel: An overview*. J. Brazil. Chem. Soc., 16 (6B), 1313-1330 (18 pages).
- Qian, J., Wang, F., Liu, S., Yun, Z. (2008). *In situ alkaline transesterification of cottonseed oil for production of biodiesel and nontoxic cottonseed meal*, Elsevier Ltd. 9009-9011.
- Ragavan, S N & Roy, D V,(2011). *Transesterification of rubber seed oil by sonication technique for the production of methyl esters*, Springer-Verlag,
- Ramadhas, A S., Jayaraj, S., Muraleedharan, C. (2005). *Biodiesel production from high FFA rubber seed oil*, Elsevier Ltd , 335-339.
- Reaney, M J., T. Hertz, P B. and McCalley, W W. (2005). *Vegetable Oils as Biodiesel,* "Bailey's Industrial Oil and Fat Products". 6<sup>th</sup> Ed. 6<sup>th</sup> Vol. John Wiley & Sons, Inc.
- Sayyar, S., Abidin, Z Z., Yunus, R., and Muhammad, A., (2009). *Extraction of Oil from Jatropha Seeds-Optimization and Kinetics*. American Journal of Applied Sciences, 6(7), pp. 1390-1395.
- Satyanarayana, M, and Muraleedharan, C. (2010). *A comparative study of vegetable oil methyl esters (biodiesels)*. j. energy.09.050. Elsevier Ltd.
- Setiawan, D H & Andoko, A. (2008). *Petunjuk Lengkap Budidaya Karet*. Jakarta : PT AgroMedia Pustaka.

- Sivakumar, P., Sindhanaiselvan, S., Gandhi, N N., Devi, S S., Renganathan, S. (2012). *Optimization and kinetic studies on biodiesel production from underutilized Ceiba Pentandra oil*. Elsevier Ltd. j.fuel.06.029.
- Singh, A K and Fernando, S D., (2006). *Catalyzed fast transesterification of soybean oil using ultrasonication*. American Society of Agricultural Engineers, ASAE Annual Meeting, Portland, Oregon, USA, July 9-July 12, Paper number 066220.
- Soerawidjaja, T H. (2005). *Minyak-lemak dan produk-produk kimia lain dari kelapa*. Handout kuliah Proses Industri Kimia, Program Studi Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung,
- Soerawidjaja, T H. (2006). *Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel*. Handout Seminar Nasional “Biodiesel Sebagai Energi Alternatif Masa Depan” UGM Yogyakarta.
- Shokib, A & Gumanti, P. (2009). *Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Biji Karet Dengan Metode Supercritical Methanol*. Surabaya : ITS.
- Shiu, P J., Gunawan, S., Hsieh, W H., Kasim, N S., Ju, Y H. (2009). *Biodiesel production from rice bran by a two-step in-situ process*. Elsevier Ltd.
- Shi, W., He, B., Li, J. (2010). *Esterification of acidified oil with methanol by SPES/PES catalytic membrane*. Elsevier Ltd. j.biorotech.09.074. 5389–5393.
- Sotoft, L.F., Rong, B., Christensen, K.V., Norddahl, B. (2010). *Process simulation and economical evaluation of enzymatic biodiesel production plant*. Bioresour. Technol. 101, 5266–5274.
- Stosic, D D and Kaykay, J M. (1981). *Rubber seeds as animal feed in Liberia*. Di dalam : D. Aritonang. (1986). *Kemungkinan pemanfaatan biji karet dalam ramuan makanan ternak*. Jurnal Litbang Pertanian 5 (3): 73.
- Suwannakarn, K. (2008). *Biodiesel Production From High Free Fatty Acid Content Feedstocks*, School of Clemson University
- Swarup, R. (2007). *Biofuels: Breathing new fire*. Biotech News II(2): 14.
- Syahrial, E., Adam, R., Suharyati, A, N., Indarwati, R R. Fifi., Kurniawan, F., Kurniawan, A. dan Suzanti, V M. (2011). *Handbook of Energy & Economic Statistics of Indonesia*. 8<sup>th</sup> ed. Jakarta : Kementrian Energi dan Sumber Daya Mineral.
- Tim Penebar Swadaya. (2008). *Panduan Lengkap Karet*. Penebar Swadaya. Jakarta.
- Upadhyay, S K. (2006). *Chemical Kinetics and Reaction Dynamics*. India : Anamaya Publishers and New York, USA : Springer.
- Van Gerpen, J H., (2005). *Biodiesel processing and production*. Fuel Process Tech., 86 (10), 1097-1107 (11 pages).
- Wang, Y., Ou, S., Liu, P., Zhang, Z. (2007). *Preparation of biodiesel from waste cooking oil via two-step catalyzed process*. Energy Conversion and Management. 48:184–188.
- Weiksner, J M., Crump, S L & White, T L. (tanpa tahun). *Understanding biodiesel fuel quality and performance*. U.S. Department of Commerce. Springfield

- Yang, R., Su, M., Zhang, J., Jin, F., Zha, C., Li, M & Hao, X. (2010). *Biodiesel production from rubber seed oil using poly (sodium acrylate) supporting NaOH as a water-resistant catalyst*, Elsevier Ltd. 2665.
- Yang, W., Ajapur, V K., Krishnamurthy, K., Feng, H., Yang, R., and Rababah, T H., (2009), *Expedited Extraction of Xylan from Corncob by power ultrasound.*, International Journal Agric. & Biol. Eng., 2(4), pp.76-83.
- Zeng, J., Wang, X., Zhao, B., Sun, J and Wang, Y. (2009). *Rapid In Situ Transesterification of Sunflower Oil*, American Chemical Society, 850.
- Zeiejerdki, K. and Pratt, K. (1986). *Comparative analysis of the long term performance of a diesel engine on vegetable oil*. 860301. Society of Automotive Engineers. Warrendale, PA: SAE Publication Group.
- Zhang, Y., Dube, M A., McLean, D D., and Kates, M., (2003) *Biodiesel production from waste cooking oil: 1. Process design and technological assessment*. Bioresour. Technol. 89.
- Zhang, Y. (1996). *Combustion analysis of esters of soyabean oil in a diesel engine*. 960765. Society of Automotive Engineers. Warrendale, PA: SAE Publication Group.

## LAMPIRAN 1

### 1. Data hasil penelitian

#### 1.1. Data hasil penelitian pendahuluan

Katalis KOH 0,5% (w/v)			Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,5% (v/v)	
Waktu (menit)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)
15	0,8070	0,7739	0,8066	0,7186
30	0,8110	0,8015	0,8081	0,7462
45	0,8065	0,8292	0,8086	0,7462
60	0,8131	0,8015	0,8099	0,7462
75	0,8154	0,8292	0,8110	0,7462
90	0,8136	0,8292	0,8124	0,7462
105	0,8136	0,8292	0,8126	0,7739
120			0,8117	0,7462
135			0,8117	0,7462

Ket : Rasio bahan baku : MeOH = 1:2 (w:v)

#### 1,2. Data hasil penelitian utama

Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Kons, katalis (%)	Rendemen (%)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)	Yield FAME (%)
0,1	15,96	0,9099	2,61	57,72	28,55	39,73
0,25	21,54	0,9250	2,58	57,89	26,50	53,61
0,5	20,92	0,9318	2,18	54,80	27,01	52,08
0,75	19,94	0,9359	2,10	52,59	26,43	49,63
1	18,24	0,9423	2,03	48,42	25,93	45,40

Ket : Rasio bahan baku : MeOH = 1:2 (w:v)

Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v)

Bb : MeOH (w:v)	Rendemen (%)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)	Yield FAME (%)
1:1,5	15,74	0,9333	2,91	32,77	26,79	39,18
1:1,75	17,13	0,9321	2,73	42,31	26,76	42,63
1:2	21,54	0,9250	2,58	57,89	26,50	53,61
1:2,5	36,47	0,9050	2,40	79,85	26,45	90,76
1:3	36,59	0,8893	1,39	93,59	26,46	91,05

Katalis KOH

Kons. katalis (%)	Rendemen (%)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)	Yield FAME (%)
0,1	22,83	0,89042	2,25	80,83	37,21	56,82
0,25	19,96	0,91207	2,33	71,46	37,53	49,66
0,5	18,28	0,92353	2,43	49,49	36,47	45,50
0,75	19,36	0,93158	3,06	37,36	34,88	48,19
1	21,20	0,93163	5,62	30,83	35,01	52,75

Ket : Rasio bahan baku : MeOH = 1:2 (w:v)

Katalis KOH 0,1% (w/v)

Bb : MeOH (w:v)	Rendemen (%)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)	Yield FAME (%)
1:1,5	8,39	0,8637	5,19	15,34	37,87	20,87
1:1,75	12,29	0,8850	3,95	16,08	37,40	30,60
1:2	22,83	0,8904	2,25	16,47	37,21	56,82
1:2,5	20,17	0,8935	1,87	17,54	37,45	50,21
1:3	23,62	0,9026	1,52	22,42	36,77	58,79

### 1.3.Data hasil penelitian perbandingan

Metode	Rendemen (%)	Densitas (g/mL)	Visk. kinematik (mm <sup>2</sup> /s)	Bil. asam (mg KOH/g)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g)	Yield FAME (%)
*Co-solven (n-heksan-metanol)	19,23	0,9311	3,04	18,39	27,12	47,86
*Alat (trans)esterifikator in situ	30,98	0,8497	3,01	18,99	7,75	77,09
Katalis KOH 0,1% (2 jam)	22,20	0,9225	2,25	52,64	28,97	55,24
Katalis KOH 0,1% (4 jam)	33,27	0,9538	5,47	96,70	34,57	82,79
Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (2 jam)	25,65	0,9250	5,52	46,63	35,47	63,84
Katalis H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (4 jam)	37,35	0,9723	2,33	89,30	35,07	92,95

Ket : Rasio bahan baku : MeOH (1:7), T = 60°C, \*: katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25%.

### 1.4. Data kinetika laju ekstraksi dan atau reaksi esterifikasi in situ

Waktu (menit)	Bil. asam (mg KOH/g)	C <sub>FA</sub> (%)
0	10,62	5,31
15	10,29	5,14
30	10,18	5,09
45	9,80	4,90
60	9,68	4,84
75	9,27	4,64
90	8,61	4,30
105	8,57	4,29
120	8,33	4,16

## LAMPIRAN 2

### 2. Perhitungan

#### 2.1. Perhitungan analisis proksimat

##### 2.1.1. Perhitungan kadar air

Contoh tidak dikeringkan

- Berat contoh = 5,0054 g
- Berat contoh kering = 4,616 g
- Berat air =  $W_{\text{contoh}} - W_{\text{contoh kering}} = 0,3894$  g
- Kadar air =  $\frac{W_{\text{air}}}{W_{\text{contoh}}} \times 100\% = 7,78\%$

Contoh dengan pengeringan (55°C, 2 jam)

- Berat contoh = 5,0051 g
- Berat contoh kering = 4,803 g
- Berat air =  $W_{\text{contoh}} - W_{\text{contoh kering}} = 0,2021$  g
- Kadar air =  $\frac{W_{\text{air}}}{W_{\text{contoh}}} \times 100\% = 4,04\%$

##### 2.1.2. Perhitungan kadar abu

- Berat cawan ( $W_1$ ) = 20,724 g
- Berat contoh = 1,1897 g
- Berat cawan + abu ( $W_2$ ) = 20,7738 g
- Kadar abu =  $\frac{W_2 - W_1}{W_{\text{contoh}}} \times 100\% = 4,19\%$

##### 2.1.3. Perhitungan kadar protein

- Berat contoh = 1,5189 g
- Vol. contoh ( $V_c$ ) = 34 mL
- Vol. blanko ( $V_b$ ) = 0,86 mL
- Normalitas HCl = 0,1136 N
- Kadar protein =  $\frac{(V_c - V_b) \times N_{\text{HCl}} \times 0,014 \times 6,25}{W_{\text{contoh}}(g)} \times 100\% = 21,69\%$



### 2.1.4. Perhitungan kadar minyak

- Berat contoh = 10,003 g
- Berat minyak = 2,686 g
- Kadar minyak =  $\frac{W_{\text{minyak}}}{W_{\text{contoh}}} \times 100\% = 26,85\%$

### 2.2. Perhitungan penelitian pendahuluan

Katalis KOH 0,5% (w/v)

- Piknometer kosong (10 mL) = 10,4929 g
- Viskositas dinamik air,  $\eta_w$  (30°C) = 0,798 cP
- Waktu air,  $t_w$  (30°C) = 29 s (detik)
- Densitas air,  $\rho_w$  = 0,9956 g/mL
- Viskositas dinamik zat (cP),  $\eta_s = \eta_w \frac{t_s \rho_s}{t_w \rho_w}$
- Viskositas kinematik zat ( $\text{mm}^2/\text{s}$ ),  $\nu = \frac{\eta_s}{\rho_s}$

Waktu (menit)	Berat pikno + campuran	Berat campuran (g)	Densitas (g/mL)	$\rho_s$ ( $\text{g}/\text{mm}^3$ ) $1 \times 10^{-3}$	$t_s$ (s)	Visk dinamik (cP)	Visk dinamik ( $\text{g}/\text{mm s}$ ) $1 \times 10^{-3}$	Visk kinematik ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )
15	18,5628	8,0699	0,8070	0,8070	28	0,6245	0,625	0,7739
30	18,603	8,1101	0,8110	0,8110	29	0,6500	0,650	0,8015
45	18,5578	8,0649	0,8065	0,8065	30	0,6687	0,669	0,8292
60	18,6243	8,1314	0,8131	0,8131	29	0,6518	0,652	0,8015
75	18,6464	8,1535	0,8154	0,8154	30	0,6761	0,676	0,8292
90	18,6292	8,1363	0,8136	0,8136	30	0,6746	0,675	0,8292
105	18,6291	8,1362	0,8136	0,8136	30	0,6746	0,675	0,8292

Katalis 0,5%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (v/v)

Piknometer kosong (10 mL) = 10,473 g

Waktu (menit)	Berat pikno + campuran	Berat campuran (g)	Densitas (g/mL)	$\rho_s$ ( $\text{g}/\text{mm}^3$ ) $1 \times 10^{-3}$	$t_s$ (s)	Visk dinamik (cP)	Visk dinamik ( $\text{g}/\text{mm s}$ ) $1 \times 10^{-3}$	Visk kinematik ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )
15	18,5386	8,0656	0,8066	0,8066	26	0,5796	0,5796	0,7186
30	18,5539	8,0809	0,8081	0,8081	27	0,6030	0,6030	0,7462
45	18,5586	8,0856	0,8086	0,8086	27	0,6034	0,6034	0,7462
60	18,5720	8,0990	0,8099	0,8099	27	0,6044	0,6044	0,7462
75	18,5832	8,1102	0,8110	0,8110	27	0,6052	0,6052	0,7462
90	18,5968	8,1238	0,8124	0,8124	27	0,6062	0,6062	0,7462
105	18,5989	8,1259	0,8126	0,8126	28	0,6289	0,6289	0,7739
120	18,5900	8,1170	0,8117	0,8117	27	0,6057	0,6057	0,7462
135	18,5902	8,1172	0,8117	0,8117	27	0,6057	0,6057	0,7462

### 2.3.Perhitungan penelitian utama

Kadar minyak teoritis = 40%

Mr trigliserida/minyak (Trilinolein) = 878 g/mol

Mr FAME (Metil linoleat) = 294 g/mol

Berat FAME teoritis (g) = Kadar minyak (%) x Berat contoh (g) x  $\frac{3xMr_{FAME}}{Mr_{trigliserida}}$

Yield FAME =  $\frac{\text{berat biodiesel aktual (g)}}{\text{berat biodiesel teoritis (g)}} \times 100\%$

#### Katalis KOH

KOH (%)	W contoh (g)	W rend. (g)	Rend. (%)	Densitas (g/mL)	$\rho_s$ (g/mm <sup>3</sup> ) 1x10 <sup>-3</sup>	$t_s$ (s)	$\eta$ (cP)	$\eta$ ( $\frac{g}{mms}$ )	$v$ ( $\frac{mm^2}{s}$ )	W FAME teoritis (g)	Yield FAME (%)
0,1	100,0904	22,8520	22,83	0,8904	0,890	89	2,01	0,0020	2,25	40,2186	56,82
0,25	100,0130	19,9589	19,96	0,9121	0,912	92	2,12	0,0021	2,33	40,1875	49,66
0,5	100,0050	18,2824	18,28	0,9235	0,924	96	2,24	0,0022	2,43	40,1842	45,50
0,75	100,0017	19,3625	19,36	0,9316	0,932	121	2,85	0,0029	3,06	40,1829	48,19
1	100,0085	21,1969	21,20	0,9316	0,932	222	5,24	0,0052	5,62	40,1856	52,75

#### Katalis KOH 0,1% (w/v)

Bb:MeOH (w:v)	W contoh (g)	W rend. (g)	Rend. (%)	$\rho$ (g/mL)	$\rho_s$ (g/mm <sup>3</sup> ) 1x10 <sup>-3</sup>	$t_s$ (s)	$\eta$ (cP)	$\eta$ ( $\frac{g}{mms}$ )	$v$ ( $\frac{mm^2}{s}$ )	W FAME teoritis (g)	Yield FAME (%)
1:1,5	100,0041	8,3883	8,39	0,8637	0,864	205	4,48	0,0045	5,19	40,1839	20,87
1:1,75	100,0084	12,2954	12,29	0,8850	0,885	156	3,49	0,0035	3,95	40,1856	30,60
1:2	100,0904	22,8520	22,83	0,8904	0,890	89	2,01	0,0020	2,25	40,2186	56,82
1:2,5	100,0075	20,1760	20,17	0,8935	0,894	74	1,67	0,0017	1,87	40,1852	50,21
1:3	100,0065	23,6249	23,62	0,9026	0,903	60	1,37	0,0014	1,52	40,1848	58,79

#### Standardisasi KOH 0,1 N

- Bahan baku primer = Asam oksalat (H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)
- Berat H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (w<sub>oks</sub>) = 0,6374 g
- BE H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O = 63 g/mol ekuivalen
- Vol. larutan (V<sub>l</sub>) = 100 mL
- Titik akhir (TA) = 12,15 mL
- Normalitas H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (N<sub>oks</sub>) =  $\frac{w_{oks} \times 1000}{BE \times V_l} = 0,1012$  N
- Vol. H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (V<sub>oks</sub>) = 10 mL
- Normalitas KOH =  $\frac{V_{oks} \times N_{oks}}{TA} = 0,0833$  N
- BM KOH = 56 g/mol

Standardisasi Natrium tiosulfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 0,1 N

- Bahan baku primer = Kalium dikromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )
- Berat  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ( $w_{\text{dik}}$ ) = 0,2452 g
- BE  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  = 49 g/mol ekuivalen
- Vol. larutan ( $V_1$ ) = 50 mL
- Titik akhir (TA) = 11,3 mL
- Normalitas  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ( $N_{\text{dik}}$ ) =  $\frac{w_{\text{dik}} \cdot 1000}{BE \cdot V_1} = 0,1001 \text{ N}$
- Vol.  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ( $V_{\text{dik}}$ ) = 10 mL
- Normalitas  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  =  $\frac{V_{\text{dik}} \cdot N_{\text{dik}}}{TA} = 0,0886 \text{ N}$

$$\text{Bilangan asam (mg KOH/g minyak)} = \frac{V_{\text{KOH}} \cdot N_{\text{KOH}} \cdot BM_{\text{KOH}}}{w_{\text{contoh}}(g)}$$

$$\text{Vol. blanko (}V_b\text{)} = 35,8 \text{ mL}$$

$$\text{Bilangan Iod (g I}_2\text{/100 g minyak)} = \frac{(V_b - V_c) \cdot N_{\text{tio}} \cdot 12,69}{w_{\text{contoh}}(g)}$$

Bilangan asam			Bilangan Iod			
KOH (%)	W biodiesel (g)	$V_{\text{KOH}}$ (mL)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	W biodiesel (g)	$V_c$ (mL)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)
0,1	0,5192	9	80,83	0,5075	19	37,21
0,25	0,5286	8,1	71,46	0,5331	18	37,53
0,5	0,5229	5,55	49,49	0,5332	18,5	36,47
0,75	1,021	8,18	37,36	0,5494	18,75	34,88
1	0,4159	2,75	30,83	0,1862	30	35,01

Katalis KOH 0,1% (w/v)

Bb:MeOH (w:v)	W biodiesel (g)	$V_{\text{KOH}}$ (mL)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	W biodiesel (g)	$V_c$ (mL)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)
1:1,5	1.0076	3.45	15.34	0.542	17.55	37.87
1:1,75	1.0304	3.7	16.08	0.5059	18.8	37.40
1:2	1.0192	3.6	16.47	0.5075	19	37.21
1:2,5	1.0343	4.05	17.54	0.507	18.75	37.45
1:3	1.0188	5.1	22.42	0.5077	19	36.77

Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (%)	W contoh (g)	W rend. (g)	Rend. (%)	Densitas (g/mL)	$\rho_s$ (g/mm <sup>3</sup> ) 1x10 <sup>-3</sup>	t <sub>s</sub> (s)	$\eta$ (cP)	$\eta$ ( $\frac{g}{mms}$ )	$\nu$ ( $\frac{mm^2}{s}$ )	W FAME teoritis (g)	Yield FAME (%)
0,1	100,0035	15,9644	15,96	0,9099	0,910	103	2,37	0,0024	2,61	40,1836	39,73
0,25	100,1268	21,5700	21,54	0,9250	0,925	102	2,39	0,0024	2,58	40,2332	53,61
0,5	100,0090	20,9268	20,92	0,9318	0,932	86	2,03	0,0020	2,18	40,1858	52,08
0,75	100,0525	19,9527	19,94	0,9359	0,936	83	1,97	0,0020	2,10	40,2033	49,63
1	100,0816	18,2581	18,24	0,9423	0,942	80	1,91	0,0019	2,03	40,2150	45,40

Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v)

Bb:MeOH (w:v)	W contoh (g)	W rend. (g)	Rend. (%)	$\rho$ (g/mL)	$\rho_s$ (g/mm <sup>3</sup> ) 1x10 <sup>-3</sup>	t <sub>s</sub> (s)	$\eta$ (cP)	$\eta$ ( $\frac{g}{mms}$ )	$\nu$ ( $\frac{mm^2}{s}$ )	W FAME teoritis (g)	Yield FAME (%)
1:1,5	100,0207	15,7469	15,74	0,9333	0,933	115	2,72	0,0027	2,91	40,1906	39,18
1:1,75	100,0833	17,1422	17,13	0,9321	0,932	108	2,55	0,0025	2,73	40,2157	42,63
1:2	100,1268	21,5700	21,54	0,9250	0,925	102	2,39	0,0024	2,58	40,2332	53,61
1:2,5	100,0570	36,4913	36,47	0,9050	0,905	95	2,18	0,0022	2,40	40,2051	90,76
1:3	100,0281	36,5982	36,59	0,8893	0,889	55	1,24	0,0012	1,39	40,1935	91,05

Bilangan asam

Bilangan Iod

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (%)	W biodiesel (g)	V <sub>KOH</sub> (mL)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	W biodiesel (g)	V <sub>c</sub> (mL)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)
0,1	1,0301	12,75	57,72	1,0000	10,4	28,55
0,25	1,0166	12,62	57,89	1,0180	11,8	26,50
0,5	1,0169	11,95	54,80	1,0113	11,5	27,01
0,75	1,0180	11,48	52,59	1,0162	11,9	26,43
1	1,0094	10,48	48,42	1,0488	11,6	25,93

Katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25% (v/v)

Bilangan asam

Bilangan Iod

Bb:MeOH (w:v)	W biodiesel (g)	V <sub>KOH</sub> (mL)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	W biodiesel (g)	V <sub>c</sub> (mL)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)
1:1,5	1,0173	7,15	32,77	1,0258	11,35	26,79
1:1,75	1,0030	9,10	42,31	1,0289	11,3	26,76
1:2	1,0166	12,62	57,89	1,0180	11,8	26,50
1:2,5	1,0208	17,48	79,85	1,0030	12,2	26,45
1:3	1,0189	20,45	93,59	1,0280	11,6	26,46

## 2.4.Perhitungan penelitian perbandingan

Metode	W contoh (g)	W rend. (g)	Rend. (%)	Densitas (g/mL)	$\rho_s$ (g/mm <sup>3</sup> ) 1x10 <sup>-3</sup>	t <sub>s</sub> (s)	$\eta$ (cP)	$\eta$ ( $\frac{g}{mms}$ )	$v$ ( $\frac{mm^2}{s}$ )	W FAME teoritis (g)	Yield FAME (%)
Co-solven	100,0099	19,23	19,23	0,9311	0,9311	120	2,83	0,0028	3,04	40,1862	47,86
Alat	80,9400	25,07	30,98	0,8497	0,8497	119	2,56	0,0026	3,01	32,5235	77,09
KOH 0,1% (2 h)	100,0602	22,21	22,20	0,9225	0,9225	89	2,08	0,0021	2,25	40,2064	55,24
KOH 0,1% (4 h)	100,0134	33,27	33,27	0,9538	0,9538	216	5,22	0,0052	5,47	40,1876	82,79
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (2 h)	100,0098	25,66	25,65	0,9250	0,9250	218	5,10	0,0051	5,52	40,1862	63,84
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (4 h)	100,0103	37,35	37,35	0,9723	0,9723	92	2,26	0,0023	2,33	40,1864	92,95

### Standardisasi KOH 0,1 N

- Bahan baku primer = Asam oksalat (H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)
- Berat H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (w<sub>oks</sub>) = 0,6374 g
- BE H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O = 63 g/mol ekivalen
- Vol. larutan (V<sub>1</sub>) = 100 mL
- Titik akhir (TA) = 12,65 mL
- Normalitas H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (N<sub>oks</sub>) =  $\frac{w_{oks} \cdot 1000}{BE \cdot V_1} = 0,1012$  N
- Vol. H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (V<sub>oks</sub>) = 10 mL
- Normalitas KOH =  $\frac{V_{oks} \cdot xN_{oks}}{TA} = 0,08$  N
- BM KOH = 56 g/mol

### Standardisasi Natrium tiosulfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 5H<sub>2</sub>O) 0,1 N

- Bahan baku primer = Kalium dikromat (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)
- Berat K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (w<sub>dik</sub>) = 0,2452 g
- BE K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> = 49 g/mol ekivalen
- Vol. larutan (V<sub>1</sub>) = 50 mL
- Titik akhir (TA) = 9,9 mL
- Normalitas K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (N<sub>dik</sub>) =  $\frac{w_{dik} \cdot 1000}{BE \cdot V_1} = 0,1001$  N
- Vol. K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (V<sub>dik</sub>) = 10 mL
- Normalitas Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 5H<sub>2</sub>O =  $\frac{V_{dik} \cdot xN_{dik}}{TA} = 0,1011$  N

$$\text{Bilangan asam (mg KOH/g minyak)} = \frac{V_{KOH} \cdot xN_{KOH} \cdot xBM_{KOH}}{w_{contoh}(g)}$$

$$\text{Vol. blanko (V}_b) = 33,55 \text{ mL}$$

$$\text{Bilangan Iod (g I}_2/100 \text{ g minyak)} = \frac{(V_b - V_c) \cdot xN_{tio} \cdot x12,69}{w_{contoh}(g)}$$

Bilangan asam			Bilangan Iod			
Metode	W biodiesel (g)	V <sub>KOH</sub> (mL)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	W biodiesel (g)	V <sub>e</sub> (mL)	Bil. Iod (g I <sub>2</sub> /100 g biodiesel)
Co-solven	1,0596	4,35	18,39	1,0145	12,1	27,12
Alat	1,0377	4,4	18,99	1,051	27,2	7,75
KOH 0,1% (2 h)	0,5233	6,15	52,64	0,53	18,3	28,97
KOH 0,1% (4 h)	0,5095	11	96,70	0,5043	16,5	34,57
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (2 h)	0,5091	5,3	46,63	0,5045	16,1	35,47
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,25% (4 h)	0,5116	10,2	89,30	0,5119	16,05	35,07

## 2.5.Perhitungan penelitian studi kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi

Standardisasi KOH 0,1 N

- Bahan baku primer = Asam oksalat (H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O)
  - Berat H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (w<sub>oks</sub>) = 0,6374 g
  - BE H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O = 63 g/mol ekuivalen
  - Vol. larutan (V<sub>l</sub>) = 100 mL
  - Titik akhir (TA) = 12,65 mL
  - Normalitas H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (N<sub>oks</sub>) =  $\frac{w_{oks} \times 1000}{BE \times V_l} = 0,1012$  N
  - Vol. H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (V<sub>oks</sub>) = 10 mL
  - Normalitas KOH =  $\frac{V_{oks} \times N_{oks}}{TA} = 0,08$  N
  - BM KOH = 56 g/mol
- Bilangan asam (mg KOH/g minyak) =  $\frac{V_{KOH} \times N_{KOH} \times BM_{KOH}}{w_{contoh}(g)}$
- BM asam lemak (asam linoleat) = 280 g/mol

$$\text{Konsentrasi asam lemak bebas (\%), } C_{FA} = \text{Bilangan asam} \times \left( \frac{BM_{aslemak}}{BM_{KOH}} \right) \times 10$$

Waktu (menit)	Berat biodiesel (g)	Titik akhir (mL)	Bil. asam (mg KOH/g biodiesel)	C <sub>FA</sub> (%)
0	1,0120	2,4	10,62	5,31
15	1,0012	2,3	10,29	5,14
30	1,0030	2,28	10,18	5,09
45	1,0280	2,25	9,80	4,90
60	1,0180	2,2	9,68	4,84
75	1,0145	2,1	9,27	4,64
90	1,0149	1,95	8,61	4,30
105	1,0029	1,92	8,57	4,29
120	1,0220	1,9	8,33	4,16

## 2.6. Perhitungan model kinetika (MATLAB 7.0.1)

### 2.6.1. Perhitungan model kinetika laju ekstraksi, $C_{FA} \neq 0$

Program pada *M-FILE editing window*

Nama file : eksnewA.m

```
function dC_dt=eksnewA(t,C,k);
k1=k(1);
dC_dt=k1*(4.16-C);
```

Nama file : err\_eksnewA.m

```
function error_eksnewA=err_eksnewA(k)
Cexp=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
tspan=0:15:120;
X0=Cexp(1);
[t,C]=ode45(@eksnewA,tspan,X0,[],k);
err=Cexp-C';
error_eksnewA=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;
SST=(Cexp(1)-mean(C))^2+(Cexp(2)-mean(C))^2+(Cexp(3)-mean(C))^2+(Cexp(4)-mean(C))^2+(Cexp(5)-mean(C))^2+(Cexp(6)-mean(C))^2+(Cexp(7)-mean(C))^2+(Cexp(8)-mean(C))^2+(Cexp(9)-mean(C))^2;
SSE=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;
R2=1-(SSE/SST)
```

Nama file : runeksnewA.m

```
clear;
clc;
k1=0.1;
k=[k1];
options = optimset('Display','iter','MaxIter',65);
k_opt=fminsearch(@err_eksnewA,k,options)
t=[0 15 30 45 60 75 90 105 120];
y=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
[t,C]=ode45(@eksnewA,t,y(1),[],k_opt)
plot(t,C,'-',t,y,'*');
legend('C calc','C exp')
xlabel('Waktu (menit)')
ylabel('C FFA (%)')
title('Grafik kinetika laju ekstraksi terhadap waktu')
```

Hasil program pada *COMMAND window*

R2 =	0.1388			
Iteration		Func-count	min f(x)	Procedure
	0	1	2.53856	
R2 =	0.1307			
	1	2	2.53856	initial simplex
R2 =	0.1479			
R2 =	0.1582			
	2	4	2.43155	expand
R2 =	0.1828			
R2 =	0.2148			
	3	6	2.13296	expand
R2 =	0.3178			
R2 =	0.5480			
	4	8	0.850158	expand
R2 =	-0.4731			
R2 =	0.3178			
	5	10	0.850158	contract inside
R2 =	0.7867			
R2 =	-0.4731			
	6	12	0.314104	reflect
R2 =	-0.4731			
R2 =	0.7663			
	7	14	0.314104	contract inside
R2 =	1.4211e-014			
R2 =	0.8596			
	8	16	0.195694	contract inside
R2 =	0.7663			
R2 =	0.8567			
	9	18	0.195694	contract inside
R2 =	0.8220			



```

R2 =
  0.8649
  10          20          0.187125          contract inside

R2 =
  0.8567

R2 =
  0.8637
  11          22          0.187125          contract inside

R2 =
  0.8628

R2 =
  0.8647
  12          24          0.187125          contract inside

R2 =
  0.8643

R2 =
  0.8649
  13          26          0.187125          contract inside

R2 =
  0.8647

R2 =
  0.8650
  14          28          0.187105          contract inside

Optimization terminated:
  the current x satisfies the termination criteria using OPTIONS.TolX of
  1.000000e-004
  and F(X) satisfies the convergence criteria using OPTIONS.TolFun of
  1.000000e-004

k_opt =
  0.0138

t =
  0
  15
  30
  45
  60
  75
  90
  105
  120

C =
  5.3100
  5.0946
  4.9195
  4.7772
  4.6616
  4.5676
  4.4913
  4.4292
  4.3788

>>

```

## 2.6.2. Perhitungan model kinetika laju ekstraksi, $C_{FA} = 0$

Program pada *M-FILE editing window*

Nama file : eksnewB.m

```
function dC_dt=eksnewB(t,C,k);
k1=k(1);
dC_dt=k1*4.16;
```

Nama file : err\_eksnewB.m

```
function error_eksnewB=err_eksnewB(k)
Cexp=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
tspan=0:15:120;
X0=Cexp(1);
[t,C]=ode45(@eksnewB,tspan,X0,[],k);
err=Cexp-C';
error_eksnewB=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;
SST=(Cexp(1)-mean(C))^2+(Cexp(2)-mean(C))^2+(Cexp(3)-mean(C))^2+(Cexp(4)-mean(C))^2+(Cexp(5)-mean(C))^2+(Cexp(6)-mean(C))^2+(Cexp(7)-mean(C))^2+(Cexp(8)-mean(C))^2+(Cexp(9)-mean(C))^2;
SSE=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;
R2=norm(1-(SSE/SST))
```

Nama file : runeksnewB.m

```
clear;
clc;
k1=0.0000001;
k=[k1];
options = optimset('Display','iter','MaxIter',65);
k_opt=fminsearch(@err_eksnewB,k,options)
t=[0 15 30 45 60 75 90 105 120];
y=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
[t,C]=ode45(@eksnewB,t,y(1),[],k_opt)
plot(t,C,'-',t,y,'*');
legend('C calc','C exp')
xlabel('Waktu (menit)')
ylabel('C FFA (%)')
title('Grafik kinetika laju ekstraksi terhadap waktu')
```

Hasil program pada *COMMAND window*

```
R2 =
  2.6102e-005

Iteration   Func-count   min f(x)      Procedure
      0             1         4.29857
R2 =
  2.7407e-005
      1             2         4.29857      initial simplex

Optimization terminated:
the current x satisfies the termination criteria using OPTIONS.TolX of
1.000000e-004
and F(X) satisfies the convergence criteria using OPTIONS.TolFun of
1.000000e-004

k_opt =
  1.0000e-007

t =
    0
   15
   30
   45
   60
   75
   90
  105
  120

C =
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100
  5.3100

>>
```

### 2.6.3. Perhitungan model kinetika laju reaksi esterifikasi

Program pada *M-FILE editing window*

Nama file : konvFFAnew.m

```
function dC_dt=konvFFAnew(t,C,k1);  
dC_dt=(-k1*C);
```

Nama file : err\_konvFFAnew.m

```
function error_konvFFAnew=err_konvFFAnew(k1)  
Cexp=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];  
tspan=0:15:120;  
X0=Cexp(1);  
[t,C]=ode45(@konvFFAnew,tspan,X0,[],k1);  
err=Cexp-C';  
error_konvFFAnew=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;  
SST=(Cexp(1)-mean(C))^2+(Cexp(2)-mean(C))^2+(Cexp(3)-mean(C))^2+(Cexp(4)-mean(C))^2+(Cexp(5)-mean(C))^2+(Cexp(6)-mean(C))^2+(Cexp(7)-mean(C))^2+(Cexp(8)-mean(C))^2+(Cexp(9)-mean(C))^2;  
SSE=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;  
R2=1-(SSE/SST)
```

Nama file : runkonvFFAnew.m

```
clear;  
clc;  
k1=0.01;  
options = optimset('Display','iter','MaxIter',65);  
k_opt=fminsearch(@err_konvFFAnew,k1,options)  
t=[0 15 30 45 60 75 90 105 120];  
y=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];  
[t,C]=ode45(@konvFFAnew,t,y(1),[],k_opt)  
plot(t,C,'-',t,y,'*');  
legend('C calc','C exp')  
xlabel('Waktu (menit)')  
ylabel('C FFA (%)')  
title('Grafik kinetika laju reaksi esterifikasi in situ terhadap waktu')
```

Hasil program pada *COMMAND window*

R2 =				
-0.1931				
Iteration	Func-count	min f(x)	Procedure	
0	1	29.2624		
R2 =				
-0.1956				
1	2	29.2624	initial simplex	
R2 =				
-0.1897				
R2 =				
-0.1851				
2	4	24.2316	expand	
R2 =				
-0.1704				
R2 =				
-0.1444				
3	6	14.5643	expand	
R2 =				
-0.0060				
R2 =				
0.5691				
4	8	0.891976	expand	
R2 =				
-0.2244				
R2 =				
0.5026				
5	10	0.891976	contract outside	
R2 =				
-0.0060				
R2 =				
0.9633				
6	12	0.0510043	contract inside	
R2 =				
0.5026				
R2 =				
0.8248				
7	14	0.0510043	contract inside	
R2 =				
0.8220				
R2 =				
0.9285				
8	16	0.0510043	contract outside	
R2 =				
0.9223				
R2 =				
0.9557				
9	18	0.0510043	contract inside	
R2 =				
0.9515				

```
R2 =  
    0.9620  
    10          20          0.0510043          contract inside  
  
R2 =  
    0.9597  
  
R2 =  
    0.9632  
    11          22          0.0509735          contract inside  
  
Optimization terminated:  
the current x satisfies the termination criteria using OPTIONS.TolX of  
1.000000e-004  
and F(X) satisfies the convergence criteria using OPTIONS.TolFun of  
1.000000e-004  
  
k_opt =  
    0.0020  
  
t =  
    0  
    15  
    30  
    45  
    60  
    75  
    90  
   105  
   120  
  
C =  
    5.3100  
    5.1555  
    5.0055  
    4.8598  
    4.7184  
    4.5811  
    4.4478  
    4.3183  
    4.1927  
  
>>
```

#### 2.6.4. Perhitungan model kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ

$$C_{FA,s} = 4,16\%.$$

Program pada *M-FILE editing window*

Nama file : konv\_eksnewA.m

```
function dC_dt=konv_eksnewA(t,C,k);
k1=k(1);
k2=k(2);
dC_dt=(-k1*C)+(k2*(4.16-C));
```

Nama file : err\_konveksnewA.m

```
function error_konveksnewA=err_konveksnewA(k)
Cexp=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
tspan=0:15:120;
X0=Cexp(1);
[t,C]=ode45(@konv_eksnewA,tspan,X0,[],k);
err=Cexp-C';
error_konveksnewA=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+
err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;
SST=(Cexp(1)-mean(C))^2+(Cexp(2)-mean(C))^2+(Cexp(3)-
mean(C))^2+(Cexp(4)-mean(C))^2+(Cexp(5)-mean(C))^2+(Cexp(6)-
mean(C))^2+(Cexp(7)-mean(C))^2+(Cexp(8)-mean(C))^2+(Cexp(9)-
mean(C))^2;
SSE=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)
^2+err(8)^2+err(9)^2;
R2=1-(SSE/SST)
```

Nama file : runkonveksnewA.m

```
clear;
clc;
k1=0.01;
k2=0.00003;
k=[k1 k2];
options = optimset('Display','iter','MaxIter',65);
k_opt=fminsearch(@err_konveksnewA,k,options)
t=[0 15 30 45 60 75 90 105 120];
y=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
[t,C]=ode45(@konv_eksnewA,t,y(1),[],k_opt)
plot(t,C,'-',t,y,'*');
legend('C calc','C exp')
xlabel('Waktu (menit)')
ylabel('C FFA (%)')
title('Grafik kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in
situ terhadap waktu')
```

Hasil program pada *COMMAND window*

R2 =				
	-0.1928			
Iteration	Func-count	min f(x)	Procedure	
0	1	29.2252		
R2 =				
	-0.1952			
R2 =				
	-0.1928			
1	3	29.2234	initial simplex	
R2 =				
	-0.1893			
R2 =				
	-0.1847			
2	5	24.201	expand	
R2 =				
	-0.1846			
R2 =				
	-0.1783			
3	7	21.7183	expand	
R2 =				
	-0.1588			
R2 =				
	-0.1112			
4	9	11.2149	expand	
R2 =				
	-0.0791			
R2 =				
	0.1493			
5	11	3.43555	expand	
R2 =				
	0.9565			
R2 =				
	-0.2769			
6	13	0.0603364	reflect	
R2 =				
	-0.0713			
R2 =				
	0.7547			
7	15	0.0603364	contract outside	
R2 =				
	-0.2029			
R2 =				
	0.6309			
8	17	0.0603364	contract inside	
R2 =				
	0.1522			
R2 =				
	0.9202			
9	19	0.0603364	contract inside	



```

R2 =
  0.6964

R2 =
  0.9211
  10          21          0.0603364          contract inside

R2 =
  0.7352

R2 =
  0.9619
  11          23          0.0529819          contract inside

R2 =
  0.9390

R2 =
  0.9586
  12          25          0.0529819          contract outside

R2 =
  0.9307

R2 =
  0.9630
  13          27          0.051301          contract inside

R2 =
  0.9610

R2 =
  0.9629
  14          29          0.051301          contract outside

R2 =
  0.9584

R2 =
  0.9631
  15          31          0.051205          contract inside

R2 =
  0.9630

R2 =
  0.9632
  16          33          0.0510953          contract outside

R2 =
  0.9623

R2 =
  0.9632
  17          35          0.0510455          contract inside

R2 =
  0.9631

R2 =
  0.9632
  18          37          0.0510437          contract outside

Optimization terminated:
  the current x satisfies the termination criteria using OPTIONS.TolX of
  1.000000e-004
  and F(X) satisfies the convergence criteria using OPTIONS.TolFun of
  1.000000e-004

```

```
k_opt =  
    0.0020    0.0001  
  
t =  
    0  
    15  
    30  
    45  
    60  
    75  
    90  
   105  
   120  
  
C =  
    5.3100  
    5.1543  
    5.0033  
    4.8567  
    4.7146  
    4.5767  
    4.4430  
    4.3132  
    4.1873  
  
>>
```

### 2.6.5. Perhitungan model kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in situ

$$C_{FA,s} = 3\%.$$

Program pada *M-FILE editing window*

Nama file : konv\_eksnewB.m

```
function dC_dt=konv_eksnewB(t,C,k);
k1=k(1);
k2=k(2);
dC_dt=(-k1*C)+(k2*(3-C));
```

Nama file : err\_konveksnewB.m

```
function error_konveksnewB=err_konveksnewB(k)
Cexp=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
tspan=0:15:120;
X0=Cexp(1);
[t,C]=ode45(@konv_eksnewB,tspan,X0,[],k);
err=Cexp-C';
error_konveksnewB=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+
err(6)^2+err(7)^2+err(8)^2+err(9)^2;
SST=(Cexp(1)-mean(C))^2+(Cexp(2)-mean(C))^2+(Cexp(3)-
mean(C))^2+(Cexp(4)-mean(C))^2+(Cexp(5)-mean(C))^2+(Cexp(6)-
mean(C))^2+(Cexp(7)-mean(C))^2+(Cexp(8)-mean(C))^2+(Cexp(9)-
mean(C))^2;
SSE=err(1)^2+err(2)^2+err(3)^2+err(4)^2+err(5)^2+err(6)^2+err(7)
^2+err(8)^2+err(9)^2;
R2=1-(SSE/SST)
```

Nama file : runkonveksnewB.m

```
clear;
clc;
k1=0.01;
k2=0.00005;
k=[k1 k2];
options = optimset('Display','iter','MaxIter',65);
k_opt=fminsearch(@err_konveksnewB,k,options)
t=[0 15 30 45 60 75 90 105 120];
y=[5.31 5.14 5.09 4.90 4.84 4.64 4.30 4.29 4.16];
[t,C]=ode45(@konv_eksnewB,t,y(1),[],k_opt)
plot(t,C,'-',t,y,'*');
legend('C calc','C exp')
xlabel('Waktu (menit)')
ylabel('C FFA (%)')
title('Grafik kinetika laju ekstraksi-reaksi esterifikasi in
situ terhadap waktu')
```

Hasil program pada *COMMAND window*

R2 =				
-0.1928				
Iteration	Func-count	min f(x)		Procedure
0	1	29.288		
R2 =				
-0.1952				
R2 =				
-0.1928				
1	3	29.288		initial simplex
R2 =				
-0.1894				
R2 =				
-0.1847				
2	5	24.2695		expand
R2 =				
-0.1848				
R2 =				
-0.1785				
3	7	21.7871		expand
R2 =				
-0.1591				
R2 =				
-0.1120				
4	9	11.2822		expand
R2 =				
-0.0803				
R2 =				
0.1458				
5	11	3.47679		expand
R2 =				
0.9584				
R2 =				
-0.2754				
6	13	0.0576818		reflect
R2 =				
-0.0682				
R2 =				
0.7629				
7	15	0.0576818		contract outside
R2 =				
-0.2006				
R2 =				
0.6233				
8	17	0.0576818		contract inside
R2 =				
0.1589				
R2 =				
0.9158				
9	19	0.0576818		contract inside

```

R2 =
  0.6879

R2 =
  0.9256
  10      21      0.0576818      contract inside

R2 =
  0.7447

R2 =
  0.9610
  11      23      0.0543323      contract inside

R2 =
  0.9352

R2 =
  0.9569
  12      25      0.0543323      contract outside

R2 =
  0.9527

R2 =
  0.9620
  13      27      0.0528149      contract inside

R2 =
  0.9413

R2 =
  0.9630
  14      29      0.0512344      contract inside

R2 =
  0.9625
  15      30      0.0512344      reflect

R2 =
  0.9575

R2 =
  0.9632
  16      32      0.0510903      contract inside

R2 =
  0.9628

R2 =
  0.9632
  17      34      0.0510903      contract outside

R2 =
  0.9624

R2 =
  0.9632
  18      36      0.0509992      contract inside

R2 =
  0.9632
  19      37      0.0509992      reflect

Optimization terminated:
  the current x satisfies the termination criteria using OPTIONS.TolX of
  1.000000e-004
  and F(X) satisfies the convergence criteria using OPTIONS.TolFun of
  1.000000e-004

```

```
k_opt =  
    0.0020    0.0001  
  
t =  
    0  
    15  
    30  
    45  
    60  
    75  
    90  
   105  
   120  
  
C =  
    5.3100  
    5.1543  
    5.0033  
    4.8567  
    4.7146  
    4.5766  
    4.4428  
    4.3130  
    4.1870  
  
>>
```

## LAMPIRAN 3

### 3. Cara kerja

#### 3.1. Cara kerja analisis proksimat bahan baku

##### 3.1.1. Analisis kadar air (metode oven) (SNI 01-3182-1992)

Ditimbang dengan teliti contoh yang sudah ditumbuk dalam lumpang dan alu, sebanyak (1-5 g) dalam cawan porselen (yang sudah diketahui bobotnya) dan dipanaskan dalam oven listrik yang mempunyai pengatur suhu  $105^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam. Didinginkan dalam eksikator sampai mencapai suhu kamar dan ditimbang. Dipanaskan lagi 30 menit dan didinginkan dalam eksikator. Pengerjaan tersebut di atas, yakni pemanasan selama 0,5 jam, pendinginan dan penimbangan, diulangi beberapa kali (biasanya 3-4 kali) sampai konstan.

$$\text{Perhitungan : Kadar air} = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100\%$$

Dimana :

$W_0$  = Berat contoh mula-mula (g)

$W_1$  = Berat contoh setelah dikeringkan (g)

##### 3.1.2. Analisis kadar abu (SNI 01-2891-1992)

Ditimbang 2-3 g contoh yang sudah dihaluskan ke dalam sebuah cawan porselen (atau platina) yang telah diketahui bobotnya, (untuk contoh cairan uapkan di atas penangas air sampai kering). Diarangkan di atas nyala pembakar, lalu diabukan dalam tanur listrik pada suhu maksimum  $650^{\circ}\text{C}$  (6 jam) sampai pengabuan sempurna (sekali-kali pintu tanur dibuka sedikit, agar oksigen bisa masuk). Didinginkan dalam eksikator, lalu ditimbang sampai bobot tetap.

$$\text{Perhitungan : Kadar abu} = \frac{W_1 - W_0}{W} \times 100\%$$

Dimana :

$W$  = Berat contoh sebelum diabukan (g)

$W_0$  = Berat cawan kosong (g)

$W_1$  = Berat cawan + contoh setelah diabukan (g)

##### 3.1.3. Analisis kadar protein (SNI 01-2891-1992)

a) Pereaksi

- Campuran selen :

Campuran 2,5 g serbuk  $\text{SeO}_2$ , 100 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$  dan 30 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ .

- Indikator campuran :  
Disiapkan larutan *bromocresol green* 0,1% dan larutan merah metil 0,1% dalam etanol 95% secara terpisah. Dicampur 10 mL *bromocresol green* dengan 2 mL merah metil.
- Larutan asam borat, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 4%  
Dilartukan 10 g H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> dalam 500 mL air suling. Setelah dingin larutan dipindahkan ke dalam botol bertutup gelas. Dicampur 500 mL asam borat dengan 5 mL indikator.
- Larutan asam klorida, HCl 0,1 N
- Larutan natrium hidroksida NaOH 45%  
Dilartukan 157,5 g NaOH ke dalam 350 mL air, disimpan dalam botol bertutup karet.

b) Cara kerja

Ditimbang 1-5 g cuplikan lalu dimasukkan ke dalam labu kjeldahl 100 mL. Ditambahkan 2 g campuran selen dan 25 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> p.a pekat. Dipanaskan di atas pemanas listrik atau api pembakar sampai mendidih dan larutan menjadi jernih kehijau-hijauan (sekitar 2 jam). Dibiarkan dingin, dan dimasukkan ke dalam alat penyuling lalu ditambahkan 60 mL NaOH 45% dan beberapa tetes indikator PP (larutan menjadi merah). Disulingkan selama lebih kurang 5-10 menit, sebagai penampung, digunakan 25 mL larutan H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 4% yang telah ditetesi indikator BCG-MM (larutan berubah dari ungu menjadi hijau). Dibilasi ujung pendingin dengan air suling lalu dititar dengan larutan HCl 0,1 N dari hijau hingga titik akhir violet. Kerjakan penetapan blanko.

$$\text{Perhitungan : Kadar protein} = \frac{(V_c - V_b) \times N_{HCl} \times 0,014 \times 6,25}{W_{\text{contoh}}(g)} \times 100\%$$

Dimana :

V<sub>c</sub> = Volume contoh (mL)

V<sub>b</sub> = Volume blanko (mL)

N<sub>HCl</sub> = Normalitas HCl

W<sub>contoh</sub> = berat contoh (g)

0,014 = Ar nitrogen/1000

6,25 = faktor konversi protein secara umum

#### 3.1.4. Analisis kadar minyak (Metode Soxhlet) (SNI 01-2354.3-2006)

Ditimbang 5-10 g contoh (jika kadar air >10%, contohnya dikeringkan dulu dalam oven (<80°C, 2 jam) hingga kadar airnya <10%) lalu dibungkus dalam kertas saring kasar lalu dimasukkan ke dalam *soxhlet*. Dimasukkan 300 mL n-heksan p.a ke dalam labu alas bulat. Dipasang rangkaian *soxhlet* dengan benar. Dilakukan ekstraksi pada suhu 70°C selama 8 jam. Didestilasikan campuran minyak dan n-heksan (70°C) sampai sebagian besar n-heksan menguap. Minyaknya dimasukkan ke piala gelas 50 mL yang telah diketahui bobotnya (W<sub>0</sub>) dan dikeringkan dalam oven (105°C, 2 jam) untuk menghilangkan sisa n-heksan. Didinginkan dalam desikator selama 30 menit. Ditimbang berat piala gelas yang berisi minyak sampai konstan (W<sub>1</sub>).



$$\text{Perhitungan : Kadar minyak} = \frac{W_1 - W_0}{W_{\text{contoh}}} \times 100\%$$

Dimana :

$W_0$  = Berat piala gelas kosong (g)

$W_1$  = Berat piala gelas + minyak (g)

$W_{\text{contoh}}$  = Berat contoh (g)

## 3.2. Cara kerja analisis biodiesel

### 3.2.1. Analisis bilangan asam (SNI 01-2901-2006)

a) Pereaksi

- Larutan kalium hidroksida (KOH) 0,1 N  
Dilartukan 5,6 g KOH dalam 1 L air suling
- Etanol 95% netral  
Etanol 95% diberi beberapa tetes indikator PP, lalu dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga timbul warna merah muda yang stabil.
- Indikator fenolftalein (PP) 1% dalam etanol 95%

b) Cara kerja

Ditimbang contoh lalu diberi 50 mL etanol 95% netral kemudian dipanaskan (40°C) hingga larut. Ditambahkan beberapa tetes indikator PP lalu dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga titik akhir warna merah muda yang stabil selama 30 detik.

$$\text{Perhitungan : Bilangan asam (mg KOH/g minyak)} = \frac{V_{\text{KOH}} \times N_{\text{KOH}} \times \text{BM}_{\text{KOH}}}{w_{\text{contoh}}(\text{g})}$$

Dimana :

$V_{\text{KOH}}$  = Volume titrasi KOH (mL)

$N_{\text{KOH}}$  = Normalitas KOH

$\text{BM}_{\text{KOH}}$  = Berat molekul KOH (56 g/mol)

$W_{\text{contoh}}$  = Berat contoh (g)

Standardisasi KOH 0,1 N

Ditimbang bahan baku primer 0,63 g asam oksalat ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan dilarutkan dengan air suling dalam labu takar 100 mL. Dipipet 10 mL (pipet gondok) larutan baku tersebut ke dalam erlenmeyer lalu diberi beberapa tetes indikator PP dan dititrasi dengan KOH 0,1 N dari tak berwarna hingga titik akhir merah muda.

$$\text{Perhitungan : Normalitas } \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} (N_{\text{oks}}) = \frac{w_{\text{oks}} \times 1000}{BE \times V_t}$$

$$\text{Normalitas KOH} = \frac{V_{\text{oks}} \times N_{\text{oks}}}{TA}$$

Dimana :

$w_{\text{oks}}$  = Berat asam oksalat (g)

BE = 63 (Berat equivalen asam oksalat)

$V_1$  = Volume (mL) larutan asam oksalat (labu takar)

TA = Titik akhir titrasi (mL)

$V_{\text{oks}}$  = Volume (mL) asam oksalat (pipet gondok)

### 3.2.2. Analisis bilangan Iod (SNI 01-2901-2006)

a) Preaksi

- Larutan kalium iodida (KI) 10% (w/v)

Dilarutkan 10 g KI dalam 100 mL air suling

- Larutan natrium tiosulfat pentahidrat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 0,1 N

Ditimbang 24,8 g natrium tiosulfat dan dilarutkan dalam 1 L air suling

- Indikator kanji 3% (w/v)

Ditimbang 3 g serbuk kanji dan dilarutkan dalam 100 mL air suling. Diaduk dengan *magnetic stirrer* sambil dipanaskan hingga 40°C. Saat mencapai 40°C pengadukan dihentikan kemudian pemanasan dilanjutkan hingga 60°C. Didekantasikan dalam ruang gelap/botol berwarna coklat hingga dingin.

b) Cara kerja

Ditimbang 0,5-1 g contoh dalam erlenmeyer bertutup. Ditambahkan masing-masing 7,5 mL n-heksan p.a dan asam asetat glasial p.a serta 25 mL larutan Wijs dengan pipet ukur (jangan dipipet dengan mulut), dan ditutup Erlenmeyer tersebut dengan penutupnya. Dikocok dan disimpan dalam ruang gelap selama 30 menit. Diberi 10 mL KI 10% dengan pipet gondok dan 50 mL air suling lalu dikocok. Dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,1 N hingga terjadi perubahan dari ungu tua menjadi merah/kuning muda. Diberi beberapa tetes indikator kanji (warna larutan menjadi biru tua) dan dilanjutkan titrasi hingga titik akhir warna birunya hilang. Dilakukan blanko.

$$\text{Perhitungan : Bilangan Iod (g I}_2\text{/100 g minyak)} = \frac{(V_b - V_c) \times N_{\text{tio}} \times 12,69}{w_{\text{contoh}}(\text{g})}$$

Dimana :

$V_b$  = Volume titrasi blanko (mL)

$V_c$  = Volume titrasi contoh (mL)

$N_{\text{tio}}$  = Normalitas natrium tiosulfat

$W_{\text{contoh}}$  = Berat contoh (g)

Standardisasi  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,1 N

Ditimbang bahan baku primer 0,245 g kalium dikromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) lalu dilarutkan dengan air suling ke dalam labu takar 50 mL. Dipipet 10 mL (pipet gondok) larutan baku tersebut ke dalam erlenmeyer bertutup lalu diberi 20 mL KI 10% dan 5 mL HCl pekat kemudian ditutup dan dikocok. Didiamkan selama 5 menit di tempat gelap lalu dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,1 N dari warna ungu menjadi hijau, lalu diberi beberapa tetes indikator kanji (warna larutan berubah menjadi ungu/biru tua) dan dilanjutkan titrasi hingga titik akhir warna birunya hilang menjadi hijau muda/jernih.

Perhitungan :

$$\text{Normalitas } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 (N_{\text{dik}}) = \frac{w_{\text{dik}} \cdot 1000}{BE \cdot V_l}$$

$$\text{Normalitas } \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{V_l \cdot x N_{\text{dik}}}{TA}$$

Dimana :

$w_{\text{dik}}$  = Berat  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (g)

BE = 49 (Berat equivalen kalium dikromat)

$V_l$  = Volume (mL) larutan kalium dikromat (labu takar)

$V_{\text{dik}}$  = Volume (mL) kalium dikromat (pipet gondok)

TA = Titik akhir titrasi (mL)

### 3.2.3. Analisis kadar FAME (GC)

a) Kondisi operasi

Nama alat	= Gas Chromatography HP 5890	<i>Initial time</i>	= 3 menit
Kolom	= OV-17	<i>Rate</i>	= 15 deg/menit
Gas Pembawa	= Nitrogen	<i>Final temp</i>	= 275°C
Kecepatan	= 28 mL/menit	Detektor	= FID
<i>Initial temp</i>	= 125°C		

b) Cara kerja standard validasi

Ditimbang standard FAME dengan berbagai konsentrasi. Ditimbang benzil alkohol sebagai pembanding lalu dianalisis dengan GC. Dianalisis hasil GC untuk menentukan validasi FAME lalu didapatkan persamaan dan koefisien korelasinya.

c) Penentuan sampel FAME

Ditimbang sampel FAME (g) lalu ditimbang benzil alkohol sebagai pembanding (g). Dianalisis dengan GC lalu dianalisis hasil GC untuk menentukan kadar (%) FAME.

## LAMPIRAN 4

### 4. Foto kegiatan penelitian



