

**SKRIPSI**

**PROSES PEMBUATAN BIODIESEL DARI DEDAK DAN METANOL  
DENGAN ESTERIFIKASI IN SITU**



**Diajukan untuk memenuhi salah satu persyaratan tugas akhir guna  
memperoleh gelar Sarjana Teknik**

**Oleh:**

**Wulandari Dharsono                      L2C0 06 111**

**Y. Saptiana Oktari                        L2C0 06 112**

**JURUSAN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS DIPONEGORO  
SEMARANG**

**2010**

# Halaman Pengesahan

## Skripsi

Nama / NIM : 1. Wulandari Dharsono / L2C0 06 111

Nama / NIM : 2. Y. Saptiana Oktari / L2C0 06 112

Judul Skripsi : Proses Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Metanol dengan Esterifikasi In Situ

Dosen Pembimbing : Aprilina Purbasari, ST, MT

Semarang,  
Telah menyetujui  
Dosen Pembimbing,

Aprilina Purbasari, ST, MT  
NIP. 19760416 199903 2 002

## RINGKASAN

Indonesia sebagai penghasil gabah terbesar ketiga di dunia, memproduksi dedak dalam jumlah besar. Kandungan asam lemak bebas (*Free Fatty Acid (FFA)*) yang tinggi menyebabkan minyak dedak padi dapat dikonversi menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (biodiesel) dengan esterifikasi. Tujuan dari penelitian ini adalah memanfaatkan dedak sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dengan proses esterifikasi in situ serta mempelajari pengaruh jumlah solvent (metanol) dan waktu operasi dalam pembuatannya.

Minyak dedak padi merupakan turunan penting dari dedak padi. Kandungan asam lemak bebas dalam dedak padi dapat meningkat cepat karena adanya enzim lipase aktif dalam dedak padi setelah proses penggilingan. Metode yang digunakan untuk pembuatan biodiesel pada penelitian ini adalah proses esterifikasi in situ. Di dalam proses ini, dedak dicampur dengan metanol dan katalis asam ( $H_2SO_4$ ) di mana metanol berfungsi sebagai solvent sekaligus reaktan. Pada proses ini asam lemak bebas dapat terekstrak dari dedak dan selanjutnya bereaksi dengan metanol membentuk metyl ester (biodiesel).

Tahapan kerja yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu: Pemeraman dedak selama waktu yang telah ditentukan untuk meningkatkan kandungan asam lemak bebas di dalam dedak, pengujian kadar FFA awal terhadap minyak dedak, pembuatan biodiesel dari dedak dan metanol dengan metode esterifikasi in situ, pemurnian produk, analisa produk yang meliputi densitas, kandungan ester dengan GC/GCMS dan nilai kalor dengan kalorimeter.

Dari analisa Gas Kromatografi yang kami lakukan, proses esterifikasi in situ sebagai upaya untuk memanfaatkan dedak padi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dapat menghasilkan metil ester. Komponen terbesar metil ester biodiesel kami didominasi metil linoleat dengan nilai kalor biodiesel sebesar 43,88 MJ/kg. Pada penambahan solven sebesar 200 ml adalah penambahan solven yang optimum, sehingga untuk penambahan solvent sebesar 250 ml, konversi yang dihasilkan menurun karena metanol yang digunakan adalah metanol teknis. Waktu reaksi 1 jam merupakan waktu yang optimum, semakin lama waktu reaksi, konversi semakin menurun karena terjadi hidrolisis ester.

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa proses esterifikasi in situ dedak padi mampu menghasilkan biodiesel dengan waktu operasi optimum adalah 60 menit dan penambahan jumlah metanol sebesar 200 ml menghasilkan konversi paling tinggi.

## SUMMARY

Indonesia as the third largest rice producer in the world, produces rice bran in a large scale. High free fatty acid in the rice bran oil can be converted into *Fatty Acid Methyl Ester* (biodiesel) by esterification. The objectives of this study is to investigate the production of biodiesel from rice bran by in situ esterification method and determine the effects of in situ esterification time and amount of methanol on the yield of biodiesel.

Rice bran oil is an important derivative of rice bran. The rapid increase of free fatty acid in the bran after milling is caused by the activity of lipase enzyme. The production of biodiesel in this research is carried out by in situ esterification. The in situ esterification was done by mixing rice bran with methanol and sulfuric acid where methanol acts as an extraction solvent for oil components and also a reagents to esterify this components. In this process, the free fatty acid content will be extracted from the bran then reacts with methanol and yielding methyl ester (biodiesel).

The experimental procedure in this method are: Storage of rice bran to increase the free fatty acid content, determines the FFA contents of the bran, biodiesel production from rice bran oil by in situ esterification with methanol, determination of product density, methyl ester content by GCMS and caloric value by calorimeter.

From Gas Chromatography analysis, rice bran can be converted into biodiesel by in situ esterification. The biggest component in our biodiesel is methyl linoleat with the calorific value 43,88 MJ/kg. The result showed that the optimum amount of methanol is 200 ml, increasing amount of methanol reduced the conversion because of the methanol still contain water. The optimum reaction time is one hour, increasing in situ esterification time, reduced the conversion as the ester hydrolyzed occurred.

From this research, in situ esterification of rice bran produce biodiesel with highest conversion could be reached by in situ esterification time 60 minutes and 200 ml methanol.

# **PRAKATA**

Dengan mengucap puji syukur kehadirat Tuhan Yang Maha Esa atas karunia-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi dengan judul Proses Alternatif Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Metanol dengan Esterifikasi In Situ ini dengan baik.

Dalam penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan pihak-pihak lain. Oleh karena itu, dalam kesempatan ini kami ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua kami yang telah memberi motivasi dan dukungan selama proses penyusunan skripsi.
2. Ibu Aprilina Purbasari, ST, MT selaku dosen pembimbing tugas akhir skripsi.
3. Semua pihak yang telah membantu penyelesaian skripsi ini.

Kami menyadari bahwa skripsi ini masih ada kekurangan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun kami harapkan sehingga skripsi ini dapat bermanfaat bukan hanya semata untuk kami namun untuk pembaca pula.

Semarang, Januari 2010

Penyusun

# DAFTAR ISI

Halaman Judul .....	i
Halaman Pengesahan .....	ii
Ringkasan .....	iii
Summary.....	iv
Prakata .....	v
Daftar Isi .....	vi
Daftar Tabel .....	viii
Daftar Gambar .....	ix
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	
I.1. Latar Belakang .....	1
I.2. Rumusan Masalah .....	2
I.3. Tujuan Penelitian .....	3
I.4. Manfaat Penelitian .....	3
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
II.1. Dedak .....	4
II.2. Minyak dedak .....	4
II.3. Biodiesel .....	6
II.4. Esterifikasi in situ .....	7
<b>BAB III. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
III.1. Rancangan Percobaan.....	11
III.1.1. Penetapan Variabel.....	11
III.1.2. Metode.....	11
III.1.3. Respon .....	12
III.1.4. Cara Pengolahan data .....	12
III.2. Bahan dan Alat yang digunakan .....	12
III.2.1. Bahan.....	12
III.2.1 Alat .....	13
III.3. Gambar Rangkaian Alat .....	13
III.4. Langkah Percobaan.....	14
III.4.1. Langkah Percobaan Ekstraksi .....	14

III.4.2.Langkah Percobaan Esterifikasi in situ .....	14
III.4.3. Bagan langkah percobaan.....	15
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	16
IV.1 Proses Esterifikasi In situ .....	16
IV.2 Pengaruh Jumlah Metanol dan Waktu Reaksi yang Digunakan Terhadap Konversi .....	17
IV.3 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Proses Esterifikasi .....	19
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN .....	21
V.1 Kesimpulan.....	21
V.2 Saran .....	21

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Karakteristik Minyak Dedak Padi .....	5
Tabel 2.2. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak.....	6
Tabel 4.1. Komponen Metil Ester pada Biodiesel Berdasarkan Analisa GC MS16	
Tabel 4.2. Sifat Fisik Biodiesel .....	17
Tabel 4.3 Data Hasil Percobaan .....	18
Tabel 4.4 Data Hasil Pengaruh Jumlah Solven Terhadap Konversi.....	18
Tabel 4.5 Data Hasil Pengaruh Waktu Terhadap Konversi.....	20



## **DAFTAR GAMBAR**

Gambar 3.1. Gambar Sokhlet Untuk Proses Ekstraksi.....	13
Gambar 3.2. Gambar Rangkaian Alat Untuk Proses Esterifikasi.....	13

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **I.1. LATAR BELAKANG MASALAH**

Dewasa ini kita dihadapkan pada kenyataan bahwa Indonesia telah menjadi negara pengimpor minyak bumi mentah dan bahan bakar minyak. Upaya untuk menangani masalah krisis energi ini perlu mendapat perhatian secara serius untuk mengantisipasi berbagai masalah sosial ekonomi yang akan ditimbulkan. Selain itu, sebagai sumber daya tak terbarukan, suatu saat nanti dapat dipastikan minyak bumi akan habis apalagi bahan bakar minyak juga memberikan dampak buruk bagi lingkungan berupa emisi gas buang yang mencemari lingkungan (Smith 2005). Oleh sebab itu perlu dikembangkan bahan bakar pengganti yang bersifat terbarukan, lebih ramah lingkungan dan harganya terjangkau oleh masyarakat. Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang menjanjikan yang dapat diperoleh dari minyak tumbuhan, lemak binatang atau minyak bekas melalui transesterifikasi dengan alkohol (Szybist 2004). Biodiesel memberikan sedikit polusi dibandingkan bahan bakar petroleum dan dapat digunakan tanpa modifikasi ulang mesin diesel (Bismo, dkk. 2005).

Pada umumnya, mahalnya harga bahan baku berimbang pada mahalnya bahan bakar bio. Hal ini disebabkan *Edible oils* sebagai bahan baku mempengaruhi 60%-70% harga biodiesel (Fukuda, dkk. 2001; Tyson 2004). Sumber minyak nabati dari biodiesel yang sedang disosialisasikan di Indonesia saat ini adalah minyak kelapa sawit (CPO) dan minyak jarak pagar. Akan tetapi kedua bahan itu memiliki keterbatasan, seperti pada minyak kelapa sawit (CPO), kebutuhan CPO sebagai bahan pangan (minyak goreng) masih relatif tinggi dan masih memiliki nilai jual yang tinggi sehingga kurang ekonomis untuk dikonversi sebagai biodiesel. Pada bahan jarak pagar, kurangnya lahan penanaman jarak pagar menyebabkan pembuatan minyak jarak pagar kurang kontinyu. Oleh karena itu, diperlukan usaha untuk mencari bahan baku alternatif sehingga dihasilkan biodiesel yang terjangkau dan mudah diaplikasikan ke masyarakat.

Indonesia sebagai penghasil gabah terbesar ketiga di dunia memproduksi dedak dalam jumlah besar sebanyak 3,5 juta ton per tahun (Dirjen Bina Produksi Tanaman 2005). Dengan

suplai bahan baku yang melimpah maka produksi biodiesel dari minyak dedak amatlah menjanjikan. Bergantung pada varietas beras dan derajat penggilingannya, dedak padi mengandung 16%-32% berat minyak (Putrawan 2006). Sekitar 60%-70% minyak dedak padi tidak dapat digunakan sebagai bahan makanan (*non-edible oil*) dikarenakan kestabilan dan perbedaan cara penyimpanan dedak padi (Goffman, dkk. 2003). Minyak dedak padi merupakan salah satu jenis minyak ber kandungan gizi tinggi karena adanya kandungan asam lemak, komponen-komponen aktif biologis, dan komponen-komponen antioksi seperti: *oryzanol*, *tocopherol*, *tocotrienol*, *phytosterol*, *polyphenol* dan *squalene* (Goffman, dkk. 2003; Özgül dan Türkyay 1993). Tetapi dengan waktu penyimpanan yang cukup, kandungan asam lemak bebas dapat meningkat lebih dari 60%. Peningkatan asam lemak bebas secara cepat terjadi karena adanya enzim lipase yang aktif dalam dedak padi setelah proses penggilingan padi (Lakkakula, dkk. 2003). Asam lemak bebas tersebut dapat dikonversi menjadi biodiesel (methyl ester) dengan esterifikasi menggunakan alkohol. Oleh karena itu, dapat dipastikan bahwa dedak merupakan bahan baku pembuatan biodiesel yang potensial.

## **I.2. PERUMUSAN MASALAH**

Minyak dedak padi sulit dimurnikan karena tingginya kandungan asam lemak bebas dan senyawa-senyawa tak tersaponifikasikan. Lipase dalam dedak padi mengakibatkan kandungan asam lemak bebas minyak dedak padi lebih tinggi dari minyak lain sehingga tidak dapat digunakan sebagai *edible oil*.

Karena kandungan asam lemak bebas (*Free Fatty Acid (FFA)*) yang tinggi, minyak dedak padi dapat dikonversi menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (biodiesel) dengan esterifikasi menggunakan alkohol (metanol). Metanol dapat mengekstraksi minyak dalam dedak sehingga metanol dapat langsung ditambahkan pada dedak dengan katalis asam dalam proses esterifikasi *in situ*. Pada proses tersebut ekstraksi dan esterifikasi minyak dedak dengan metanol membentuk metil ester berlangsung secara simultan. Oleh sebab itu dalam penelitian ini, dedak dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel melalui metode esterifikasi *in situ* dengan metanol menggunakan katalis asam sulfat.

### **I.3. TUJUAN PENELITIAN**

1. Memanfaatkan dedak sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dengan proses esterifikasi in situ
2. Mempelajari pengaruh jumlah solvent (metanol) yang digunakan pada proses esterifikasi dalam pembuatan biodiesel.
3. Mempelajari pengaruh waktu operasi pada proses esterifikasi dalam pembuatan biodiesel.

### **I.4. MANFAAT PENELITIAN**

Memanfaatkan produk samping penggilingan gabah yang berupa dedak untuk menghasilkan bahan bakar alternatif berkualitas dengan harga yang terjangkau serta menghasilkan alternatif proses pembuatan bahan bakar diesel yang dapat diperbaharui untuk mengurangi ketergantungan terhadap bahan bakar fosil melalui proses esterifikasi in situ berkatalis asam sulfat.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **II.1. DEDAK**

Dedak merupakan produk samping penggilingan gabah menjadi beras (Cale, dkk. 1999; Goffman, dkk. 2003; Ma F, dkk. 1998). Dedak mengandung 17%-23% lemak yang dapat dimanfaatkan sebagai minyak pangan. Di dalam dedak juga terdapat beberapa mineral antara lain : kalsium (0.13%), phosphorus (2.39%), potassium (0.14%), sodium (0.24%), magnesium (0.14%) dan silika (4.07%). Selain itu terdapat pula besi (224 p.p.m.), aluminium, tembaga, mangan, timah dan klorida (SBP Board of Consultants and Engineers 1998).

#### **II.2 MINYAK DEDAK**

Minyak dedak padi merupakan turunan penting dari dedak padi (McCasskill dan Zhang 1999). Bergantung pada varietas beras dan derajat penggilingannya, dedak padi mengandung 16%-32% berat minyak. Sekitar 60%-70% minyak dedak padi tidak dapat digunakan sebagai bahan makanan (*non-edible oil*) dikarenakan kestabilan dan perbedaan cara penyimpanan dedak padi (Goffman, dkk. 2003) dan (Ma F, dkk. 1999).

Minyak dedak padi merupakan salah satu jenis minyak berkadungan gizi tinggi karena adanya kandungan asam lemak, komponen-komponen aktif biologis, dan komponen-komponen antioksi seperti : *oryzanol*, *tocopherol*, *tocotrienol*, *phytosterol*, *polyphenol* dan *squalene* (Goffman, dkk. 2003; Hu, dkk. 1996; Özgul dan Türkay 1993; Putrawan 2006).

Kandungan asam lemak bebas 4% - 8% berat pada minyak dedak padi tetap diperoleh walaupun dilakukan ekstraksi dedak padi sesegera mungkin. Peningkatan asam lemak bebas secara cepat terjadi karena adanya enzim lipase aktif dalam dedak padi setelah proses penggilingan. Minyak dedak padi sulit dimurnikan karena tingginya kandungan asam lemak bebas dan senyawa-senyawa tak tersaponifikasikan. Lipase dalam dedak padi mengakibatkan kandungan asam lemak bebas minyak dedak padi lebih tinggi dari minyak lain sehingga tidak dapat digunakan sebagai *edible oil*.

Karakteristik minyak dedak padi menurut literatur yang ditulis oleh SBP Board of Consultant and Engineers disajikan dalam tabel 1.

**Tabel 2.1 Karakteristik Minyak Dedak Padi** (SBP Board of Consultants and Engineers 1998)

<b>Karakteristik</b>	<b>Rentang nilai</b>
Specific gravity pada 20° / 30°C	0,916-0,921
Refractive index pada 25°C	1,47-1,473
Bilangan iodine	99-108
Bilangan penyabunan	181-189
Material tak tersabunkan (%)	3-5
Titer (°C)	24-25
Asam lemak bebas (%)	3-60

Minyak dedak terdiri dari 15-20% asam jenuh dengan komponen terbanyak berupa palmitic dan asam lemak tak jenuh yang terdiri dari :

**Tabel 2.2 Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak (SBP Board of Consultants and Engineers 1998)**

<b>Jenis Asam Lemak</b>	<b>Konsentrasi (% b)</b>
Asam Miristat (C14:0)	0,1
Asam Palmitat (C16:0)	12-18
Asam Stearat (C18:0)	1-3
Asam Oleat (C18:1)	40-50
Asam Linoleat (C18:2)	29-42
Asam Linolenat (C18:3)	1
Asam Palmitoleat (C20:0)	0,2-0,4

### **II.3 BIODIESEL**

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang menjanjikan yang dapat diperoleh dari minyak tumbuhan, lemak binatang atau minyak bekas melalui esterifikasi dengan alkohol (Özgül dan Türkyay 1993; Pamuji, dkk. 2004; Gerpen 2004). Biodiesel dapat digunakan tanpa modifikasi ulang mesin diesel.

Karena bahan bakunya berasal dari minyak tumbuhan atau lemak hewan, biodiesel digolongkan sebagai bahan bakar yang dapat diperbarui (Knothe 2005). Komponen karbon dalam minyak atau lemak berasal dari karbon dioksida di udara, sehingga biodiesel dianggap tidak menyumbang pemanasan global sebanyak bahan bakar fosil. Mesin diesel yang beroperasi dengan menggunakan biodiesel menghasilkan emisi karbon monoksida, hidrokarbon yang tidak terbakar, partikulat, dan udara beracun yang lebih rendah dibandingkan dengan mesin diesel yang menggunakan bahan bakar petroleum (Gerpen 2004).

Ada setidaknya 5 alasan mengapa biodiesel amatlah penting dikembangkan antara lain:

1. Menyediakan pasar bagi kelebihan produksi minyak tumbuhan dan lemak hewan

2. Untuk mengurangi ketergantungan pada bahan bakar fosil
3. Biodiesel dapat diperbarui dan siklus karbonnya yang tertutup tidak menyebabkan pemanasan global (Dunn 2005). Analisa siklus kehidupan memperlihatkan bahwa emisi CO<sub>2</sub> secara keseluruhan berkurang sebesar 78% dibandingkan dengan mesin diesel yang menggunakan bahan bakar petroleum.
4. Emisi yang keluar dari karbon monoksida, hidrokarbon yang tidak terbakar, dan partikulat dari biodiesel lebih rendah dibandingkan bahan bakar petroleum untuk diesel.
5. Bila ditambahkan ke bahan bakar diesel biasa dengan jumlah sekitar 1-2%, biodiesel ini dapat mengubah bahan bakar dengan kemampuan pelumas yang rendah, seperti modern ultra low sulfur diesel fuel , menjadi bahan bakar yang dapat diterima umum (Gerpen 2004).

Kandungan asam lemak bebas 4%-8% b/b pada minyak dedak padi tetap diperoleh walaupun dilakukan ekstraksi dedak padi sesegera mungkin. Peningkatan asam lemak bebas secara cepat terjadi karena adanya enzim lipase aktif dalam dedak padi setelah proses penggilingan, sehingga dapat dikonversi menjadi metil ester dengan proses esterifikasi. Pada reaksi ini biasanya dibutuhkan katalis yang kuat (Putrawan 2006). Metil ester inilah yang kemudian disebut biodiesel.

#### **2.4 ESTERIFIKASI IN SITU**

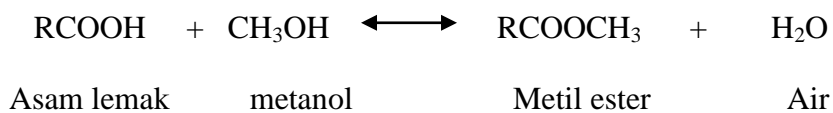
Esterifikasi in situ adalah reaksi di mana bahan yang mengandung asam lemak bebas direaksikan dengan alkohol membentuk ester dan air. Esterifikasi in situ hanya dapat dilakukan jika umpan yang direaksikan dengan alkohol mengandung asam lemak bebas tinggi. Selain itu, tidak diperlukan adanya tahap ekstraksi dalam proses ini karena pada esterifikasi in situ, alkohol berfungsi sebagai solven pengekstrak sekaligus sebagai reaktan. Keunggulan dari proses ini adalah:



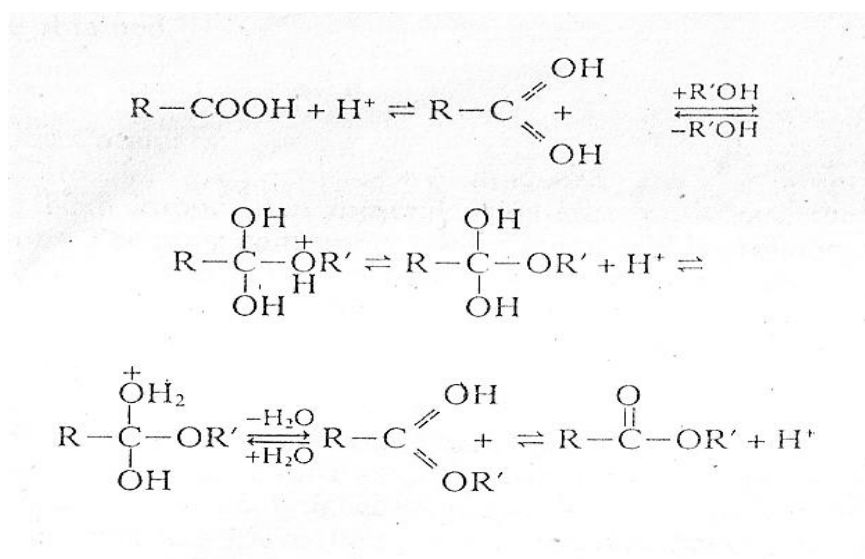
1. Dengan memasukkan seluruh bagian biji ke dalam proses esterifikasi, kandungan asam lemak dalam biji turut berperan dalam overall yield pembentukan ester.
2. Lemak yang teresterifikasi memiliki viskositas dan kelarutan yang berbeda dari komponen trygliceridenya, sehingga dapat dengan mudah dipisahkan dari residu padat .
3. Alkohol bertindak sebagai solven pengekstrak komponen minyak, sekaligus reagen untuk mengesterifikasi komponen. Dengan tidak diperlukannya tahap ekstraksi, ongkos produksi dapat ditekan seminimal mungkin dan didapatkan produk dengan kelayakan ekonomi lebih baik.

Esterifikasi in situ dapat dilaksanakan dengan menggunakan katalis padat (heterogen) atau katalis cair (homogen). Pada penelitian ini, digunakan katalis cair berupa asam sulfat ( $H_2SO_4$ )

Reaksi Esterifikasi :



Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam adalah :



(Mc Ketta 1978)

Faktor-faktor yang berpengaruh pada reaksi esterifikasi antara lain :

### 1. Waktu Reaksi

Semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar sehingga akan menghasilkan konversi yang besar. Jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil.

### 2. Pengadukan

Pengadukan akan menambah frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga mempercepat reaksi dan reaksi terjadi sempurna. Sesuai dengan persamaan Archenius :

$$k = A e^{(-E_a/RT)}$$

dimana, T = Suhu absolut ( °C)

R = Konstanta gas umum (cal/gmol °K)

E = Tenaga aktivasi (cal/gmol)

A = Faktor tumbukan (t<sup>-1</sup>)

k = Konstanta kecepatan reaksi (t<sup>-1</sup>)

Semakin besar tumbukan maka semakin besar pula harga konstanta kecepatan reaksi. Sehingga dalam hal ini pengadukan sangat penting mengingat larutan minyak-katalis-metanol merupakan larutan yang immiscible.

### 3. Katalisator

Katalisator berfungsi untuk mengurangi tenaga aktivasi pada suatu reaksi sehingga pada suhu tertentu harga konstanta kecepatan reaksi semakin besar. Pada reaksi esterifikasi yang sudah dilakukan biasanya menggunakan konsentrasi katalis antara 1 - 4 % berat sampai 10 % berat campuran pereaksi (Mc Ketta 1978).

#### 4. Suhu Reaksi

Semakin tinggi suhu yang dioperasikan maka semakin banyak konversi yang dihasilkan, hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius. Bila suhu naik maka harga  $k$  makin besar sehingga reaksi berjalan cepat dan hasil konversi makin besar.

# **BAB III**

## **METODOLOGI PENELITIAN**

### **III.1. RANCANGAN PERCOBAAN**

#### **III.1.1. PENETAPAN VARIABEL**

❖ **Ekstraksi Minyak Dedak (Untuk penentuan kadar FFA awal) :**

Solven = n-hexane

Waktu = 6 jam

Suhu (°C) = 60-65 °C

❖ **Esterifikasi**

a. Variabel tetap

Berat dedak (gram) = 50 gram

Kecepatan pengadukan = Skala 4

Jumlah katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ( % V ) = 1% V

b. Variabel berubah

Jumlah metanol (ml) = 150, 200, 250 ml

Lama esterifikasi ( jam ) = 1; 2; 3; 4 jam

Waktu pengambilan sampel = tiap 15 menit

#### **III.1.2. METODE**

Dedak diperam selama 4 bulan untuk meningkatkan kandungan asam lemak bebas di dalam dedak kemudian dilakukan uji kadar FFA awal terhadap minyak dedak yang

diekstraksi dari dedak dengan solven n-heksan. Pada pembuatan biodiesel dari minyak dedak dengan menggunakan metanol ini digunakan metode esterifikasi in situ. Dedak dengan berat tertentu dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian ditambahkan methanol dan katalis  $H_2SO_4$  sesuai variabel. Pada selang waktu tertentu, dianalisa kadar FFA-nya. Setelah reaksi selesai, produk dimurnikan dengan penyaringan dan distilasi. Produk yang terbentuk kemudian dilarutkan dalam heksane, lalu lapisan atas didistilasi untuk diambil biodiesalnya, untuk kemudian dianalisa densitas, kandungan esternya dengan GC/GCMS dan nilai kalornya dengan kalorimeter.

### **III.1.3. RESPON**

Respon yang diamati adalah :

1. kebutuhan titran NaOH
2. pengukuran densitas
3. analisa GC/GC MS
4. analisa nilai kalor

### **III.1.4. CARA PENGOLAHAN DATA**

Dalam penelitian ini, dilakukan pengolahan data hasil penelitian dengan membuat tabel dan grafik hubungan antara hasil percobaan dengan variabel yang dipilih. Langkah berikutnya adalah mencari kondisi yang optimum dari variabel-variabel yang ditetapkan.

## **III.2. BAHAN DAN ALAT YANG DIGUNAKAN**

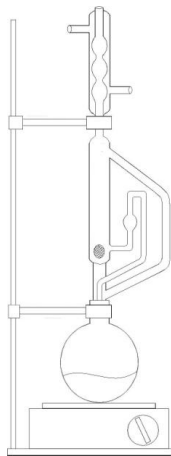
### **III.2.1. BAHAN**

- |                |                  |
|----------------|------------------|
| - Dedak        | - Metanol teknis |
| - Etanol 96%   | - NaOH           |
| - Indikator pp | - $H_2SO_4$      |
| - Aquadest     | - n-heksan       |

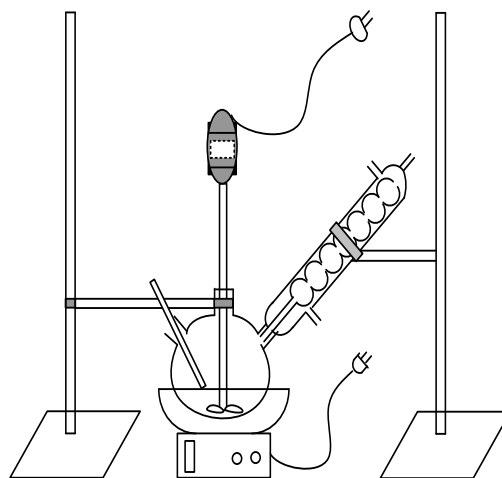
### III.2.2. ALAT

- Labu leher tiga
- Corong pemisah
- Gelas ukur
- Motor Pengaduk
- Pemanas
- Termometer
- Labu takar
- Buret
- Erlenmeyer
- Pipet tetes
- Beaker glass
- Statif dan klem
- Water bath

### III.3. GAMBAR RANGKAIAN ALAT



**Gambar 3.1. Sokhlet untuk proses ekstraksi**



**Gambar 3.2. Rangkaian alat untuk proses esterifikasi**

### III.4. LANGKAH PERCOBAAN

#### III.4.1. LANGKAH PERCOBAAN EKSTRAKSI

1. Masukkan dedak ke dalam labu leher tiga, tambahkan n-heksan, dipanaskan sampai suhu 60-65° C, lakukan selama ± 6 Jam.
2. Saring hasil ekstraksi (pemisahan n-hexane dari hasil ekstraksi).
3. Distilasi hasil ekstraksi dan analisa minyak dedak yang didapat.
4. Analisa bilangan asam dan asam lemak bebas sesuai prosedur SNI 01-3555-1998 yaitu dengan cara sbb:
  - Ambil 3 ml sampel ke dalam erlenmeyer 250 ml.
  - Tambahkan 9 ml etanol 96% netral.
  - Panaskan sampai 45 °C
  - Tambahkan 2-3 tetes indikator pp dan titrasi dengan larutan standart NaOH 0,1 N hingga warna merah muda tetap selama 15 detik.
  - Lakukan penetapan duplo.
  - Hitung Bilangan Asam dan Asam Lemak Bebas.

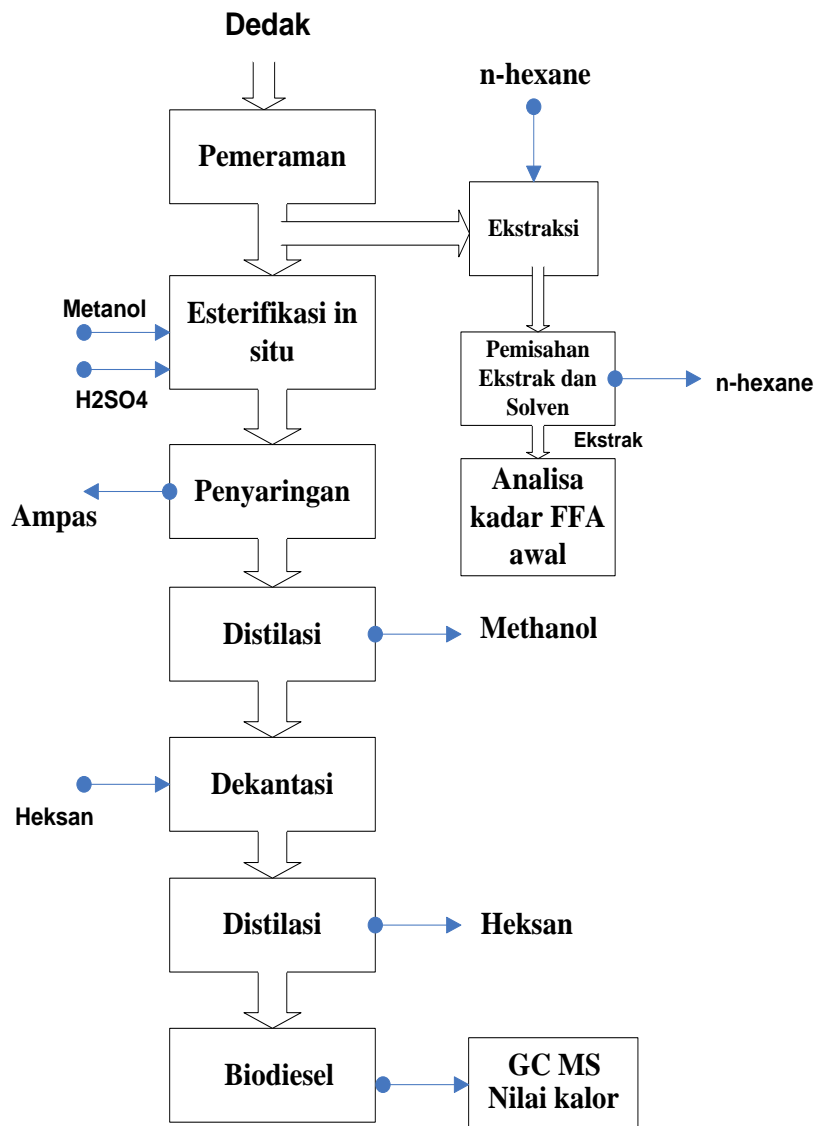
$$\text{Asam Lemak Bebas, \%} = \frac{\text{Ml alkali (NaOH) x N x 28,2}}{\text{Massa sampel}}$$

#### III.4.2. LANGKAH PERCOBAAN ESTERIFIKASI IN SITU

1. Memasukkan dedak, metanol, dan katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ke dalam labu leher tiga, kemudian diaduk dan dipanaskan sampai suhu reaksi yang ditentukan.
2. Pertahankan suhu reaksi.

3. Sampel diambil tiap selang waktu 15 menit selama waktu reaksi untuk analisa kadar FFA.
4. Setelah waktu operasi tertentu, reaksi dihentikan, saring campuran, ambil filtratnya
5. Campuran metanol dan metil ester kemudian dipisahkan dengan distilasi.
6. Distilat kemudian dilarutkan dalam hexane dengan perbandingan volume 1:3
7. Larutan yang terpisah menjadi dua fase didekantasi untuk diambil lapisan atasnya.
8. Campuran hexane dan metil ester didistilasi
9. Analisa densitas, GC/GC MS , dan nilai kalor

### III.4.3. BAGAN LANGKAH PERCOBAAN





## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **IV.1 PROSES ESTERIFIKASI IN SITU**

Dari analisa Gas Kromatografi (terlampir) yang kami lakukan, proses esterifikasi in situ sebagai upaya untuk memanfaatkan dedak padi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dapat menghasilkan metil ester. Komponen terbesar metil ester biodiesel kami didominasi metil linoleat.

Di bawah ini merupakan tabel komponen metil ester dari biodiesel kami berdasarkan analisa GC MS.

**Tabel 4.1 Komponen Metil Ester pada Biodiesel Berdasarkan Analisa GC MS**

<b>Komponen</b>	<b>Jumlah (%berat)</b>
Metil Palmitat	15,49
Metil Linoleat	45,44
Metil Oleat	32,78

Dari analisa kalorimetri, didapatkan nilai kalor biodiesel sebesar 43,88 MJ/kg. Nilai kalor yang kami dapatkan lebih tinggi daripada biodiesel yang berasal dari crude palm oil, minyak jarak jatropha maupun solar.

Sifat fisik dari beberapa jenis biodiesel disajikan pada tabel 4.2 di bawah ini.

**Tabel 4.2 Sifat Fisik Biodiesel**

No.	Parameter	Value		
		Palm Biodiesel	Jatropha Biodiesel	Solar
1.	Density, g/ml (15°)	0.868	0.879	0.83
2.	Kinematik Viscosity (Cst) (40°C)	5.3	4.84	5.2
3.	Cloud Point (°C)	16	5	18
4.	Flash Point (°C)	174	191	70
5.	Calorific Value, LHV (MJ/kg)	37-38	37-38	41
6.	Sulfur content (%-w)	< 50 ppm	< 50 ppm	Max 0.5
7.	Cetane Number	62	51	42
8.	Bilangan Penyabunan (mg KOH/g)	209.7	198	NA
9.	Iodine Value (mg I <sub>2</sub> /g)	45-62	95-107	NA

(Mardiah, 2005)

Berdasarkan analisa densitas yang kami lakukan, densitas larutan yang dihasilkan adalah 0,8 g/ml. Densitas ini lebih rendah dari literatur. Hal ini disebabkan oleh pemurnian yang kurang maksimal, sehingga masih ada heksan yang terkandung dalam biodiesel. Dari perhitungan densitas kami, masih terdapat 29% heksan yang tidak dapat terpisah dari biodiesel, keberadaan heksan ini tidak dapat kami hilangkan dengan penyulingan biasa, dan diperlukan treatment lebih lanjut untuk menghilangkan keberadaan heksan ini.

#### **IV.2 PENGARUH JUMLAH METANOL DAN WAKTU REAKSI YANG DIGUNAKAN TERHADAP KONVERSI**

Data hasil percobaan yang kami lakukan berupa data konversi pada masing – masing variabel disajikan pada tabel 4.3 berikut.

**Tabel 4.3 Data Hasil Percobaan**

<b>Waktu (menit)</b>	<b>Jumlah Solven</b>		
	<b>150 ml</b>	<b>200 ml</b>	<b>250 ml</b>
<b>60</b>	<b>50%</b>	<b>82,54%</b>	<b>83,43%</b>
<b>120</b>	<b>50%</b>	<b>12,08%</b>	<b>27,79%</b>
<b>180</b>	<b>42%</b>	<b>89,6%</b>	<b>37,08%</b>
<b>240</b>	<b>69,58%</b>	<b>48,49%</b>	<b>56,71%</b>

Dari uji statistika yang kami lakukan, dapat diambil kesimpulan bahwa tidak terdapat interaksi antara jumlah solven dan waktu interaksi yang digunakan sehingga variabel masing-masing independen satu dengan yang lain.

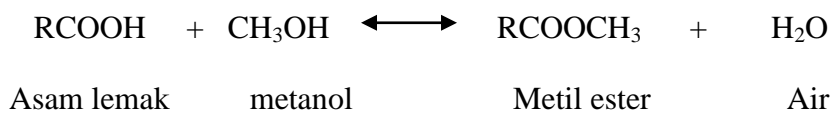
**Tabel 4.4 Data Hasil Pengaruh Jumlah Solven terhadap Konversi**

<b>Waktu (menit)</b>	<b>Jumlah Solven</b>		
	<b>150 ml</b>	<b>200 ml</b>	<b>250 ml</b>
<b>60</b>	<b>50%</b>	<b>82,54%</b>	<b>83,43%</b>
<b>120</b>	<b>50%</b>	<b>12,08%</b>	<b>27,79%</b>
<b>180</b>	<b>42%</b>	<b>89,6%</b>	<b>37,08%</b>
<b>240</b>	<b>69,58%</b>	<b>48,49%</b>	<b>56,71%</b>
<b>Rata-rata</b>	<b>52,90%</b>	<b>58,18%</b>	<b>51,25%</b>

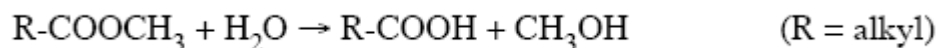
Dari tabel 4.4 menunjukkan bahwa konversi tertinggi didapatkan pada jumlah solven 200 ml. Pada penambahan solven 150, 200 ml menunjukkan semakin tinggi jumlah solven akan diperoleh konversi yang semakin besar untuk suhu yang sama. Hal ini dikarenakan pemakaian salah satu reaktan yang berlebih akan memperbesar kemungkinan tumbukan antara molekul zat yang bereaksi sehingga kecepatan reaksinya bertambah besar.

Pada penambahan solven sebesar 200 ml adalah penambahan solven yang optimum, sehingga untuk penambahan solvent sebesar 250 ml, konversi yang dihasilkan menurun karena metanol yang digunakan adalah metanol teknis. Metanol tersebut masih mengandung air, di mana keberadaan air ini akan menyebabkan reaksi bergeser ke arah kiri. Reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversible yang menghasilkan produk samping berupa air.

Reaksi Esterifikasi :



Selain air yang terkandung di dalam metanol, keberadaan air dari hasil reaksi juga akan menghambat reaksi, karena air yang berada di dalam reaktor akan menghidrolisis metil ester yang dihasilkan sesuai dengan reaksi sebagai berikut



### IV.3 PENGARUH WAKTU REAKSI TERHADAP PROSES ESTERIFIKASI

Data hasil pengaruh waktu terhadap konversi dalam proses esterifikasi disajikan pada tabel 4.5 berikut ini.

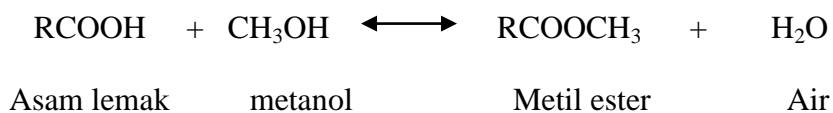
**Tabel 4.5 Data Hasil Pengaruh Waktu Terhadap Konversi**

Waktu (menit)	Jumlah Solven			Rata-rata
	150 ml	200 ml	250 ml	
60	50%	82,54%	83,43%	71,99%
120	50%	12,08%	27,79%	29,96%
180	42%	89,6%	37,08%	56,23%
240	69,58%	48,49%	56,71%	58,26%

Dari tabel di atas dapat diketahui bahwa semakin lama waktu reaksi, konversi semakin menurun dan relatif konstan pada menit ke 180. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan terjadinya hidrolisis ester amatlah besar.

Reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversible yang menghasilkan produk samping berupa air.

Reaksi Esterifikasi :



Reaksi ini dilakukan secara batch, keberadaan air akan menyebabkan reaksi bergeser ke arah kiri sehingga metil ester akan terhidrolisis. Selain itu, jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil.

Dari data-data yang kami dapatkan, kondisi optimum untuk esterifikasi in situ adalah pada jumlah solven 200 ml dan waktu reaksi 1 jam. Hal ini sesuai dengan analisa GC yang kami lakukan, variabel lima dengan jumlah solven 200 ml dan waktu reaksi 1 jam merupakan hasil yang terbaik karena memiliki waktu retensi yang paling lama di dalam kolom serta puncak-puncak yang mudah teridentifikasi.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **V.1 KESIMPULAN**

1. Proses esterifikasi in situ dedak padi mampu menghasilkan biodiesel.
2. Waktu operasi optimum adalah 60 menit.
3. Penambahan jumlah metanol sebesar 200 ml menghasilkan konversi paling tinggi.

#### **V.2 SARAN**

Perlu adanya kajian lebih lanjut dalam rangka meningkatkan dan membandingkan kualitas produk sintesa biodiesel dari minyak dedak.

## DAFTAR PUSTAKA

- Bismo, S., Linda., Sofia, L.B., 2005. Sintesis biodiesel dengan teknik ozonasi: investigasi produk ozonida etil ester minyak kelapa dan minyak kedelai. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*.
- Dunn, R.O., 2005. Effect of antioxidants on the oxidative stability of methyl soyate (biodiesel). *Fuel Processing Technology* 86, 1071-1085.
- Fukuda, H., Kondo, A., dan Noda, H., 2001. Biodiesel fuel production by transesterification of oils. *J. BioSci. BioEng*: 405-416.
- Gerpen, J.V., 2005. Biodiesel processing and production. *Fuel Processing Technology* 86, 1097-1107
- Goffman, F.D., Pinson, S., Bergman, C., 2003. Genetic diversity for lipid content and fatty acid profile in rice bran. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 485-490.
- Hu, W., Well, J.H., Shin, T.S., Godber, J.S., 1996. Comparison of isopropanol and hexane for extraction of vitamin E and oryzanols from stabilized rice bran. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 73 (12), 1653 1656.
- Kale, V., Katikaneni, S.P.R., Cheryan, M., 1999. Deacidifying rice brain oil by solvent extraction and membrane technology. *Journal of American Oil Chemists\_ Society* 76, 723–727.
- Ketta Mc, J.J., 1988. *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*, vol 1. Marcell Dekker, New York.
- Knothe, G., 2005. Dependence of biodiesel fuel properties on the structure of fatty acid alkyl esters. *Fuel Processing Technology* 86, 1059-1070.
- Lakkakula, N.R., Lima, M., Walker, T., 2003. Rice bran stabilization and rice bran oil extraction using ohmic heating. *Bioresource Technology* 92, 157-161.
- Ma, F., Hanna, M.A., 1999. Biodiesel Production : A Review, *Journal Series* 12109. Agricultural Research Division Institute of Agriculture and Natural Resources University of Nebraska-Lincoln.
- Mardiah, Widodo, A., Trisningwati Efi, Purijatmiko Aries. 2006. Pengaruh Asam Lemak dan Konsentrasi Katalis Asam terhadap Karakteristik dan Konversi Biodiesel pada

Transesterifikasi Minyak Mentah Dedak Padi. Jurusan Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

McCaskill, D.R., Zhang, F., 1999. Use of rice bran oil in foods. *Food Technology* 53 (2), 50–52.

Özgül, S., Türkay, S., 1993. In situ esterification of rice bran oil with methanol and ethanol. *Journal American Oil and chemical society* 70, 145-147.

Pamuji, Lanang, Maulana, Y.H., 2004. Pembuatan Bahan Bakar Biodiesel dari Minyak Goreng Kelapa Sawit dengan Proses Catalytic Cracking dan Katalis Zeolit. Laporan Penelitian Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro Semarang.

Putrawan, I.D.G.A., Shobih., Soerawidjaja, T.H., 2006. Stabilisasi Dedak Padi Sebagai Sumber Minyak Pangan. Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia. Palembang.

Smith, R., 2005. *Chemical Process Design and Integration*. New York: John Wiley & Sons  
SBP Board of Consultant and Engineers.1998. *SBP Handbook of Oil Seeds, Oils, Fats and Derivatives*. New Delhi: Everest Press, Okhla.

Szybist, J.P., Taylor, J.D., Boehman, A.L., Mc Cormick, R.L., 2005. Evaluation of Formulation strategies to eliminate the biodiesel  $\text{No}_x$  effect. *Fuel Processing Technology* 86, 1109-1126.



## LAMPIRAN HASIL PERCOBAAN

### 1. Pengaruh jumlah metanol pada waktu reaksi 1 jam

Waktu (menit)	Titran NaOH (mL)		
	150 ml	200 ml	250 ml
0	11	35,5	35,6
15	6,8	8,6	7,5
30	6,4	6,9	6,8
45	5,5	6,3	5,5
60	5,5	6,2	5,9

### 2. Pengaruh jumlah metanol pada waktu reaksi 2 jam

Waktu (menit)	Titran NaOH (mL)		
	150 ml	200 ml	250 ml
0	13,8	7,5	7,2
15	8,4	7,4	5,8
30	7,7	7	5
45	9	6,4	5,5
60	7,5	5,2	5,6
75	7,5	5,4	4,8
90	7	6,5	4,9
105	7,7	5,2	4,8
120	6,9	6,6	5,2

### 3. Pengaruh jumlah metanol pada waktu reaksi 3 jam

Waktu (menit)	Titran NaOH (mL)		
	150 ml	200 ml	250 ml
0	12	49	7,3
15	9,2	7,9	5,8
30	8,7	6,9	5,7
45	8,5	6,6	5,7

60	8,2	6,3	4,8
75	8	5,6	4,1
90	7,5	5,4	4,1
105	7	4,8	4,5
120	6,7	5,1	4,9
135	6,1	4,4	3,7
150	6	4,5	3,9
165	5,8	5,5	3,4
180	6,9	5,1	4,6

#### 4. Pengaruh jumlah metanol pada waktu reaksi 4 jam

Waktu (menit)	Titran NaOH (mL)		
	150 ml	200 ml	250 ml
0	14,8	10,3	9,7
15	9	7,3	5,6
30	8,6	6,4	5,1
45	8,3	6,3	5,5
60	8	6,3	5,1
75	6,7	6,4	3,6
90	6,5	5,4	5,2
105	6,2	6	4,7
120	5,9	5,4	4,7
135	5,6	6,2	4,4
150	5,3	6,4	4,3
165	5	6	4,2
180	4,8	5,3	4,5
195	4,4	6,5	5
210	4,2	5,3	4,2
225	4,5	5,3	5
240	4,5	5,3	4,2

## LAMPIRAN PERHITUNGAN

### A. Pada Percobaan Ekstraksi

$$\text{FFA sebagai oleic, \%} = \frac{\text{ml titran (alkali)} \times N \times 28,2}{\text{massa sampel}}$$

$$\rho \text{ asam oleat} = 0,887 \text{ gr/ml}$$

$$\text{Volume sampel} = 3 \text{ ml}$$

$$\text{Massa Sampel} = \rho \times V$$

$$= 0,887 \text{ gr/ml} \times 3 \text{ ml}$$

$$= 2,661 \text{ gram}$$

### Ekstraksi

$$\text{Volume NaOH} = 30,6 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{30,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 32,43 \%$$

### B. Pada Percobaan Esterifikasi In Situ

#### 1. Variabel 1 (Metanol 150 ml ; t = 1jam)

a. 0 menit

$$\text{Volume NaOH} = 11 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{11 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 11,66 \%$$

b. 15 menit

$$\text{Volume NaOH} = 6,8 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,21 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 6,4ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,78 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 5,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,83\%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 5,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,83\%$$

### Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,25 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,853 \text{ gram/MI}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{\% \text{ FFA}_{\text{mula - mula}} - \% \text{ FFA}_{\text{akhir}}}{\% \text{ FFA}_{\text{mula - mula}}} \times 100\%$$

$$\text{Konversi} = \frac{(1,66 - 5,83)}{11,66} \times 100\% = 50\%$$

Volume methyl ester = 12,65 ml

2. **Variabel 2 (Metanol 150 ml ; t = 2 jam)**

a. 0 menit

Volume NaOH = 13,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{13,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 14,62\%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 8,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,9 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 7,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,16 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9,54 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 7,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,95 \%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 7,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,95 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,42 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 7,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,16 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 6,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,31 \%$$

### Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,65 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,893 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{(4,62 - 7,31)}{14,62} \times 100\% = 50\%$$

**Volume methyl ester = 17,65 ml**

### 3. Variabel 3 (Metanol 150 ml ; t = 3 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 12 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{12 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 12,72 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 9,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{9,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9,75 \%$$

c. 30 menit

$$\text{Volume NaOH} = 8,7 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9,22 \%$$

d. 45 menit

$$\text{Volume NaOH} = 8,5 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9 \%$$

e. 60 menit

$$\text{Volume NaOH} = 8,2 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,69 \%$$

f. 75 menit

$$\text{Volume NaOH} = 8 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,48 \%$$

g. 90 menit

$$\text{Volume NaOH} = 7,5 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,95 \%$$

h. 105 menit

$$\text{Volume NaOH} = 7 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,42 \%$$

i. 120 menit

$$\text{Volume NaOH} = 6,7 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,1 \%$$

j. 135 menit

Volume NaOH = 6,1 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,46 \%$$

k. 150 menit

Volume NaOH = 6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,36 \%$$

l. 165 menit

Volume NaOH = 5,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,15 \%$$

m. 180 menit

Volume NaOH = 6,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,31 \%$$

### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,47 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,875 \text{ gram/mL}$$

### **Perhitungan Konversi**

$$\text{Konversi} = \frac{(2,72 - 7,31)}{12,72} \times 100\% = 42\%$$

**Volume methyl ester = 44,65 ml**



4. **Variabel 4 (Metanol 150 ml ; t = 4 jam)**

a. 0 menit

Volume NaOH = 14,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{14,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 15,68 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9,54 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 8,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9,11 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 8,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,79 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,48 \%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 6,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,1 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 6,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,9 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 6,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,57 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 5,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,25 \%$$

j. 135 menit

Volume NaOH = 5,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,93 \%$$

k. 150 menit

Volume NaOH = 5,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,62 \%$$

l. 165 menit

Volume NaOH = 5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,3 \%$$

m. 180 menit

Volume NaOH = 4,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,09 \%$$

n. 195 menit

Volume NaOH = 4,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,66 \%$$

o. 210 menit

Volume NaOH = 4,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,45 \%$$

p. 225 menit

Volume NaOH = 4,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,77 \%$$

q. 240 menit

Volume NaOH = 4,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,77 \%$$

#### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1) = 10,72 gram

Berat picno total (W2) = 19,79 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,907 \text{ gram/mL}$$

#### **Perhitungan Konversi**

$$\text{Konversi} = \frac{5,68 - 4,77}{15,68} \times 100\% = 69,58\%$$

**Volume methyl ester = 24,65 ml**

5. **Variabel 5 (Metanol 200 ml ; t = 1 jam)**

a. 0 menit

Volume NaOH = 35,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{35,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 37,62 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 8,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{8,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 9,11 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 6,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,31 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 6,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,68 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 6,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,57 \%$$

**Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,88 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,916 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{7,62 - 6,57}{37,62} \times 100\% = 82,54\%$$

Volume methyl ester = 26,5 ml

### 6. Variabel 6 (Metanol 200 ml ; t = 2 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 7,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,95 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 7,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,84 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,42 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 6,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,78 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 5,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,51\%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 5,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,72 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 6,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,9 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 5,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,51 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 6,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,99 \%$$

### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1) = 10,72 gram

Berat picno total (W2) = 20 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,928 \text{ gram/mL}$$

### **Perhitungan Konversi**

$$\text{Konversi} = \frac{(7,95 - 6,99)}{7,95} \times 100\% = 12,08\%$$

**Volume methyl ester = 29,5 ml**

7. **Variabel 7 (Metanol 200 ml ; t = 3 jam)**

a. 0 menit

Volume NaOH = 49 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{49 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 51,93 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 7,9ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 8,37 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 6,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,31 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 6,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,99 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 6,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,68 \%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 5,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,93 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 5,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,72 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 4,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,09 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 5,1 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,4 \%$$

j. 135 menit

Volume NaOH = 4,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,66 \%$$

k. 150 menit

Volume NaOH = 4,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,77 \%$$

l. 165 menit

Volume NaOH = 5,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,83 \%$$

m. 180 menit

Volume NaOH = 5,1 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,4 \%$$

### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,72 gram

Volume picno = 10 mL



$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{10}$$

$$= 0,90 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{51,93 - 5,4}{51,93} \times 100\% = 89,6\%$$

Volume methyl ester = 29,5 ml

### 8. Variabel 8 (Metanol 200 ml ; t = 4 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 10,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{10,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 10,91 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 7,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,74 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 6,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,78 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 6,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,68 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 6,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,68 \%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 6,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,78 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 5,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,72 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,36 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 5,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,72 \%$$

j. 135 menit

Volume NaOH = 6,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,57 \%$$

k. 150 menit

Volume NaOH = 6,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,78 \%$$

l. 165 menit

Volume NaOH = 6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,36 \%$$

m. 180 menit

Volume NaOH = 5,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,62 \%$$

n. 195 menit

Volume NaOH = 6,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,9 \%$$

o. 210 menit

Volume NaOH = 5,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,62 \%$$

p. 225 menit

Volume NaOH = 5,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,62 \%$$

q. 240 menit

Volume NaOH = 5,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,62 \%$$

### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,43gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,871 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{(10,91 - 5,62)}{10,91} \times 100\% = 48,49\%$$

Volume methyl ester = 59,5 ml

### 9. Variabel 9 (Metanol 250 ml ; t = 1 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 35,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{35,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 37,73 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 7,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,95 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 6,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{6,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,21 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 5,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,83\%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 5,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,25 \%$$

### Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester

Berat picno kosong (W1) = 10,72 gram

Berat picno total (W2) = 21,24 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$
$$= 1,052 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{7,73 - 6,25}{37,73} \times 100\% = 83,43\%$$

Volume methyl ester = 14 ml

### 10. Variabel 10 (Metanol 250 ml ; t = 2 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 7,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,63 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 5,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,15 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,3 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 5,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,83 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 5,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,93 \%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 4,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,09 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 4,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,19 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 4,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,09 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 5,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,51 \%$$

### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1) = 10,72 gram

Berat picno total (W2) = 19,44 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$

$$= 0,872 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{(6,63 - 5,51)}{7,63} \times 100\% = 27,79\%$$

Volume methyl ester = 60,5 ml

### 11. Variabel 11 (Metanol 250 ml ; t = 3 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 7,3 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{7,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 7,74 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 5,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,15 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 5,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,04 \%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 5,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 6,04 \%$$

e. 60 menit

Volume NaOH = 4,8 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,8 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,09 \%$$

f. 75 menit

Volume NaOH = 4,1ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,34 \%$$

g. 90 menit

Volume NaOH = 4,1 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,34 \%$$

h. 105 menit

Volume NaOH = 4,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,77 \%$$

i. 120 menit

Volume NaOH = 4,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,19 \%$$

j. 135 menit

Volume NaOH = 3,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{3,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 3,92 \%$$

k. 150 menit

Volume NaOH = 3,9 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{3,9 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,13 \%$$

l. 165 menit

Volume NaOH = 3,4 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{3,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 3,6 \%$$

m. 180 menit

Volume NaOH = 4,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,87 \%$$



### Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,75 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W2 - W1}{10}$$
$$= 0,90 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{4,74 - 4,87}{7,74} \times 100\% = 37,08\%$$

**Volume methyl ester = 37 ml**

### 12. Variabel 12 (Metanol 250 ml ; t = 4 jam)

a. 0 menit

Volume NaOH = 9,7 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{9,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 10,28 \%$$

b. 15 menit

Volume NaOH = 5,6 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,93 \%$$

c. 30 menit

Volume NaOH = 5,1ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,4\%$$

d. 45 menit

Volume NaOH = 5,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,83 \%$$

e. 60 menit

$$\text{Volume NaOH} = 5,1 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,1 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,4 \%$$

f. 75 menit

$$\text{Volume NaOH} = 3,6 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{3,6 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 3,81 \%$$

g. 90 menit

$$\text{Volume NaOH} = 5,2 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{5,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,51 \%$$

h. 105 menit

$$\text{Volume NaOH} = 4,7 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,98 \%$$

i. 120 menit

$$\text{Volume NaOH} = 4,7 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,7 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,98\%$$

j. 135 menit

$$\text{Volume NaOH} = 4,4 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,4 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,66 \%$$

k. 150 menit

$$\text{Volume NaOH} = 4,3 \text{ ml}$$

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,3 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,56 \%$$

l. 165 menit

Volume NaOH = 4,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,45 \%$$

m. 180 menit

Volume NaOH = 4,5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,77 \%$$

n. 195 menit

Volume NaOH = 5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,3 \%$$

o. 210 menit

Volume NaOH = 4,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,45 \%$$

p. 225 menit

Volume NaOH = 5 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{5 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 5,3 \%$$

q. 240 menit

Volume NaOH = 4,2 ml

$$\% \text{ FFA} = \frac{4,2 \times 0,1 \times 28,2}{2,661} = 4,45 \%$$

### **Perhitungan massa jenis ( $\rho$ ) methyl ester**

Berat picno kosong (W1)= 10,72 gram

Berat picno total (W2)= 19,32 gram

Volume picno = 10 mL

$$\rho = \frac{W_2 - W_1}{10}$$

$$= 0,86 \text{ gram/mL}$$

### Perhitungan Konversi

$$\text{Konversi} = \frac{(0,28 - 4,45)}{10,28} \times 100\% = 56,71\%$$

Volume methyl ester = 61 ml

### Perhitungan dengan Metode Statistik

Metode yang digunakan adalah analisa varian. Analisa ini dilakukan untuk menguji kesamaan beberapa nilai rata-rata dalam data kuantitatif (data konversi) dalam penelitian ini. Dalam penelitian ini terdapat 2 variabel bebas yang digunakan yaitu waktu reaksi dan jumlah solvent metanol. Oleh karena itu analisa varian yang digunakan adalah analisa varian 2 arah.

### Perhitungan ANAVA 2 Arah

Ho = Setiap jumlah solvent pada setiap waktu reaksi memberikan rata – rata kenaikan konversi yang sama

Hi = Ada jumlah solvent pada suatu waktu reaksi memberikan rata – rata kenaikan konversi yang tidak sama

Data di bawah ini merupakan data konversi (%) pada masing – masing variabel :

Waktu (menit)	Jumlah Solvent			Jumlah
	150 ml	200 ml	250 ml	
60	50	82,54	83,43	<b>215,97</b>
120	50	12,08	27,79	<b>89,87</b>
180	42	89,6	37,08	<b>168,68</b>
240	69,58	48,49	56,71	<b>174,78</b>
<b>Jumlah</b>	<b>211,58</b>	<b>232,71</b>	<b>205,01</b>	<b>649,3</b>

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 T_{ij}^2 &= (50)^2 + (82,54)^2 + (83,43)^2 + (50)^2 + (12,08)^2 + (27,79)^2 + (42)^2 \\ &+ (89,6)^2 + (37,08)^2 + (69,58)^2 + (48,49)^2 + (56,71)^2 \\ &= 41.267,394 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sum_{j=1}^3 T \cdot j^2 &= (211,58)^2 + (232,71)^2 + (205,01)^2 \\ &= 140.949,141 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \sum_{i=1}^4 T i^2 &= (215,97)^2 + (89,87)^2 + (168,68)^2 + (174,78)^2 \\ &= 113.720,649 \end{aligned}$$

$$C = \frac{r^2}{i \cdot j} = \frac{(649,3)^2}{4 \cdot 3} = 35.132,541$$

$$\begin{aligned} JKA &= \frac{1}{j} \sum_{i=1}^4 T i^2 - C \\ &= \frac{1}{3} \times 113.720,649 - 35.132,541 \\ &= 2.774,342 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} JKB &= \frac{1}{i} \sum_{j=1}^3 T \cdot j^2 - C \\ &= \frac{1}{4} \times 140.949,141 - 35.132,541 \\ &= 104,744 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} JK &= \sum_{i=1}^4 \sum_{j=1}^3 T_{ij}^2 - C \\ &= 41.267,394 - 35.132,541 \\ &= 6.134,853 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} JKAB &= JK - JKA - JKB \\ &= 6.134,853 - 2.774,342 - 104,744 \\ &= 3.255,767 \end{aligned}$$

Dari perhitungan di atas disusun tabel analisa varians =

Sumber Variasi	JK	Jumlah Kuadrat	Kuadrat Rata -Rata	F- Rasio
Var.A (Waktu)	$i - 1 (4 - 1 = 3)$	(JKA) <b>2.774,342</b>	(AKR = JKA/i-1) <b>924,781</b>	<b>F<sub>A</sub> = 1,704</b>
Var.B (Jumlah Solvent)	$J - 1 (3 - 1 = 2)$	(JKB) <b>104,744</b>	(BKR = JKB/j-1) <b>52,372</b>	<b>F<sub>B</sub> = 0,0965</b>
Interaksi (AB)	$(i-1) \times (j-1) = 6$	(JKAB) <b>3.255,767</b>	(ABKR= JKAB/(i-1)(j-1)) <b>542,628</b>	

Dari tabel F dengan  $\alpha$  0,05 didapat

$$F_A = 4,76$$

$$F_B = 5,14$$

Karena  $F_A$  dan  $F_B$  hitungan < F tabel maka nilai F hitung berada di daerah penerimaan  $H_0$ .

### **Kesimpulan :**

Berdasarkan hal di atas, dapat diambil kesimpulan bahwa setiap jumlah solvent pada setiap waktu reaksi memberikan rata – rata kenaikan konversi yang sama.

## LAMPIRAN FOTO PENELITIAN



**Dedak Sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel**



**Rangkaian Alat Esterifikasi In Situ**



**Rangkaian Alat Titrasi**



**Memasukkan bahan ke dalam labu leher tiga  
(dedak dan metanol)**



**Pengambilan sampel tiap 15 menit**



**Produk Metil Ester yang Diperoleh**



**Alat GC untuk Analisa Metil Ester**