

SKRIPSI

**PEMBUATAN METIL ESTER (BIODIESEL) DARI MINYAK DEDAK
DAN METANOL DENGAN PROSES
ESTERIFIKASI DAN TRANSESTERIFIKASI**



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

Oleh:

Maharani Nurul Hikmah L2C3 08 022

Zuliyana L2C3 08 041

JURUSAN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS DIPONEGORO

SEMARANG

2010

Halaman Pengesahan

Skripsi

Nama / NIM : 1. Maharani Nurul Hikmah / L2C3 08 022

Nama / NIM : 2. Zuliyana / L2C3 08 041

Judul Penelitian : Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol
dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi

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 dalam minyak dedak padi menyebabkan minyak dedak padi dapat dikonversi menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (biodiesel) dengan proses esterifikasi dan transesterifikasi. Tujuan dari penelitian ini adalah memanfaatkan dedak sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dengan proses esterifikasi dan transesterifikasi, mempelajari pengaruh waktu dan suhu pada proses esterifikasi, serta pengaruh waktu dan konsentrasi katalis dalam proses transesterifikasi.

Metode yang dilakukan untuk pembuatan metil ester (biodiesel) dalam penelitian ini adalah esterifikasi kemudian dilanjutkan dengan transesterifikasi. Untuk mendapatkan minyak dedak, dilakukan proses ekstraksi dedak menggunakan methanol sebagai solvent, selanjutnya pada proses esterifikasi minyak dedak ditambahkan katalis H_2SO_4 , tujuan proses esterifikasi dalam penelitian ini adalah untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester. Setelah esterifikasi, dilanjutkan dengan transesterifikasi untuk mengkonversi trigliserida menjadi metil ester (biodiesel) dengan menambahkan NaOH sesuai dengan variabel percobaan sebagai penetral dan katalis. Variabel tetap yang digunakan dalam proses esterifikasi adalah jumlah katalis H_2SO_4 1% v/v, sedangkan dalam proses transesterifikasi adalah suhu operasi 60 °C. Variabel berubahnya pada proses esterifikasi adalah waktu esterifikasi 60; 75; 90; 105; 120 menit dan suhu operasi 40; 45; 50; 55; 60 °C, sedangkan untuk proses transesterifikasi adalah waktu operasi 60; 75; 90; 105; 120 menit dan jumlah katalis 1,5; 1,75; 2; 2,25; 2,5 % w/w.

Tahapan kerja dalam penelitian ini yaitu: Pemeraman dedak selama 4 bulan untuk meningkatkan kandungan asam lemak bebas di dalam dedak, pengambilan minyak dedak yang dilakukan dengan ekstraksi, pembuatan metil ester (biodiesel) dari minyak dedak dan metanol melalui proses esterifikasi yang dilanjutkan dengan proses transesterifikasi, pengendapan, pemurnian produk, analisa produk yang meliputi densitas dan kandungan ester dengan GCMS.

Dari analisa GCMS produk biodiesel hasil penelitian, menunjukkan bahwa produk mengandung 84,93% metil ester. Komponen terbesar metil ester tersebut didominasi metil oleat yaitu sebesar 60,61 %. Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa waktu esterifikasi optimum untuk menghasilkan metil ester (biodiesel) adalah 60 menit dan suhu optimumnya adalah 60 °C, sedangkan waktu optimum transesterifikasi adalah 120 menit dengan konsentrasi katalis NaOH 1,75 % w/w.

SUMMARY

Indonesia as the third largest grain producer in the world, producing large amounts of bran. High Free Fatty Acid (FFA) content in rice bran oil causes it can be converted into the Fatty Acid Methyl Esters (biodiesel) by esterification and transesterification process. The objectives of this study was to use rice bran as raw material for biodiesel production by esterification and transesterification process, studying the influence of time and temperature on the esterification process, and the influence of time and concentration of catalyst in the transesterification process.

The method that used for create methyl esters (biodiesel) in this research is esterification then followed by transesterification. To get the rice bran oil, done by rice bran extraction process using methanol as a solvent, then in the process of esterification of rice bran oil added H_2SO_4 catalyst, the objectives of esterification process in this research is to convert the free fatty acids into methyl ester. After esterification, followed by transesterification to convert the triglycerides into methyl esters (biodiesel) by adding NaOH in accordance with the variables as a neutralizing and catalyst. The constant variable used in the esterification process is the amount of catalyst H_2SO_4 1% v/v, while in the process of transesterification is the operating temperature of 60 °C. The manipulated variable in the esterification process is a time of esterification 60; 75; 90; 105; 120 minutes and the operating temperature of 40, 45, 50, 55, 60 °C, for transesterification process is the time for operation 60; 75; 90; 105; 120 minutes and amount of catalyst 1,5; 1,5; 2; 2,25; 2.5% w/w.

Stages of work in these research are: keeping bran during the time allowed for the increase free fatty acid content in rice bran, rice bran oil intake was done by extraction, the create of methyl esters (biodiesel) from rice bran oil and methanol through esterification process followed by transesterification, precipitation, purification products, product analysis, including density and content of the ester with GCMS.

From GCMS analysis of the result of the biodiesel research product showed that the product contains 84,93% methyl esters with methyl oleat as the largest component, of which is 60.61%. From this research can be concluded that the optimum esterification time to produce methyl esters (biodiesel) is 60 minutes and the optimum temperature is 60 °C, then optimum transesterification time is 120 minutes with the catalyst concentration of NaOH 1.75% w/w.

PRAKATA

Dengan mengucap puji syukur kehadiran Allah SWT atas karunia-Nya sehingga penyusun dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi” 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, Mei 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
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Biodiesel	4
2.2 Dedak Padi	5
2.2.1 Minyak Dedak Padi	5
2.3 Metanol.....	7
2.3.1 Sifat- Sifat Metanol.....	8
2.3.2 Kegunaan Metanol.....	8
2.4 Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	9

2.5 NaOH.....	10
2.6 Esterifikasi.....	11
2.6.1 Hal- Hal yang Mempengaruhi Reaksi Esterifikasi	12
2.7 Transesterifikasi	13
2.7.1 Hal- Hal yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi.....	14

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Rancangan Percobaan.....	16
3.1.1 Penetapan Variabel.....	16
3.1.2 Metode.....	16
3.1.3 Respon	17
3.1.4 Cara Pengolahan data	17
3.2 Bahan dan Alat yang digunakan	17
3.2.1 Bahan.....	17
3.2.2 Alat	17
3.3 Gambar Rangkaian Alat	18
3.4 Langkah Percobaan	18
3.4.1 Langkah Percobaan Ekstraksi.	18
3.4.2 Langkah Percobaan Esterifikasi	18
3.4.3 Langkah Percobaan Transesterifikasi	19
3.4.4 Bagan Langkah Percobaan	20

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....

4.1 Pengaruh Waktu terhadap Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi (suhu 60 °C).....	21
4.2 Pengaruh Suhu terhadap Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi 60 Menit.....	22

4.3 Pengaruh Waktu Terhadap Yield pada Proses Transesterifikasi (Waktu Esterifikasi 2 Jam pada Suhu 60 °C).....	23
4.4 Pengaruh Konsentrasi Katalis NaOH terhadap Yield pada Proses Transesterifikasi 2 Jam	24
4.5 Hasil GC MS produk Biodiesel.....	25
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	27
5.1 Kesimpulan.....	27
5.2 Saran.....	27

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Pengaruh Waktu Penyimpanan Dedak terhadap Kandungan FFA dalam Minyak Dedak	6
Tabel 2.2 Karakteristik Minyak Dedak Padi	6
Tabel 2.3 Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak.....	7
Tabel 2.4 Sifat Fisika dan Kimia Metanol.....	8
Tabel 2.5 Sifat Fisika dan Kimia Asam Sulfat	10
Tabel 2.6 Sifat Fisika dan Kimia NaOH.....	11
Tabel 4.1 Komponen Metil Ester pada Biodiesel Berdasarkan Analisa GCMS.....	26

DAFTAR GAMBAR

Gambar 3.1 Rangkaian Alat untuk Proses Esterifikasi.....	18
Gambar 3.2 Bagan Langkah Percobaan	20
Gambar 4.1 Grafik Hubungan antara Waktu dan Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi	21
Gambar 4.2 Grafik Hubungan antara Suhu dan Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi	22
Gambar 4.3 Grafik Hubungan antara Waktu dan Yield pada Proses Transesterifikasi.....	23
Gambar 4.4 Grafik Hubungan antara Konsentrasi Katalis dan Yield pada Proses Transesterifikasi.....	25

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran *mono-alkyl ester* dari rantai panjang asam lemak, yang dipakai sebagai alternatif bagi bahan bakar dari mesin diesel dan terbuat dari sumber terbarui seperti minyak sayur atau lemak hewan.

Biodiesel merupakan solusi yang paling tepat untuk menggantikan bahan bakar fosil sebagai sumber energi transportasi utama dunia, karena biodiesel merupakan bahan bakar terbarui yang dapat menggantikan diesel petrol pada mesin dan dapat diangkut serta dijual dengan menggunakan infrastruktur sekarang ini.

Biodiesel bersifat *biodegradable*, hampir tidak mengandung sulfur, dan bahan bakar terbarukan, meskipun masih diproduksi dengan jalan yang tidak ramah lingkungan. Alternatif bahan bakar terdiri dari metil atau etil ester, hasil transesterifikasi baik dari triakilgliserida (TG) atau esterifikasi dari asam lemak bebas (FFA) (Ma *et al.*, 1999). Bahan bakar biodiesel menjadi lebih menarik karena manfaatnya terhadap lingkungan. Tanaman dan minyak nabati serta lemak hewani adalah sumber biomassa yang dapat diperbaharui (Zheng, S. *et al.*, 2006). Saat ini, sebagian besar biodiesel muncul dari transesterifikasi sumber daya yang dapat dimakan, seperti lemak hewan, minyak sayur, dan bahkan limbah minyak goreng, dengan proses katalis kondisi basa. Namun, konsumsi tinggi katalis, pembentukan sabun, dan rendahnya hasil panen membuat biodiesel saat ini lebih mahal daripada bahan bakar yang diturunkan dari minyak bumi (Haas, M.J., 2005).

Indonesia sebagai penghasil padi terbesar ketiga di dunia setelah Cina dan India. Produksi padi Indonesia pada tahun 2006 adalah 54 juta ton, kemudian tahun 2007 adalah 57 juta ton (Organisasi Pangan dan Pertanian/FAO). 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 antioksidasi seperti: *oryzanol*, *tocopherol*, *tocotrienol*, *phytosterol*, *polyphenol* dan *squalene* (Goffman, dkk. 2003; Özgül dan Türkay, 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, *et al.*, 2004). Asam lemak bebas tersebut dapat dikonversi menjadi biodiesel (metil ester) dengan esterifikasi menggunakan alkohol. Oleh karena itu, dapat dipastikan bahwa dedak merupakan bahan baku pembuatan biodiesel yang potensial.

Pembuatan biodiesel dari minyak tanaman memiliki kasus yang berbeda-beda sesuai dengan kandungan FFA. Pada kasus minyak tanaman dengan kandungan asam lemak bebas tinggi dilakukan dua jenis proses, yaitu esterifikasi dan transesterifikasi, sedangkan untuk minyak tanaman yang kandungan asam lemak rendah dilakukan proses transesterifikasi. Proses esterifikasi dan transesterifikasi bertujuan untuk mengubah asam lemak bebas dan trigliserida dalam minyak menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol.

1.2 Perumusan Masalah

Biodiesel dapat dibuat dengan proses esterifikasi dari minyak nabati yang mengandung asam lemak bebas tinggi. Namun, permasalahan yang sering dihadapi adalah mahalnya harga minyak nabati yang digunakan dalam pembuatan biodiesel. Oleh karena itu, minyak dedak dapat digunakan sebagai alternatif bahan baku pembuatan biodiesel karena mempunyai kandungan asam lemak bebas yang tinggi dan harganya murah.

Pada penelitian ini, biodiesel dibuat dari minyak dedak yang diperoleh melalui proses ekstraksi dedak dengan metanol. Kandungan asam lemak bebas yang tinggi dalam minyak dedak padi diubah menjadi metil ester (biodiesel) dengan metanol dan katalis asam sulfat (H_2SO_4) melalui proses esterifikasi dan transesterifikasi.

1.3 Tujuan Penelitian

1. Memanfaatkan dedak sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dengan proses esterifikasi kemudian dilanjutkan transesterifikasi.
2. Mempelajari pengaruh waktu operasi dan suhu operasi pada proses esterifikasi minyak dedak dalam pembuatan biodiesel.
3. Mempelajari pengaruh waktu operasi dan konsentrasi katalis NaOH pada proses transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel.

1.4 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 dan transesterifikasi dengan menggunakan katalis asam sulfat.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku. Transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti methanol atau etanol (pada saat ini sebagian besar produksi biodiesel menggunakan metanol) menghasilkan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters / FAME*) atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping. Katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa/alkali, biasanya digunakan natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH). Esterifikasi adalah proses yang mereaksikan asam lemak bebas (FFA) dengan alkohol rantai pendek (metanol atau etanol) menghasilkan metil ester asam lemak (FAME) dan air. Katalis yang digunakan untuk reaksi esterifikasi adalah asam, biasanya asam sulfat (H_2SO_4) atau asam fosfat (H_2PO_4). Berdasarkan kandungan FFA dalam minyak nabati maka proses pembuatan biodiesel secara komersial dibedakan menjadi 2 yaitu :

1. Transesterifikasi dengan katalis basa (sebagian besar menggunakan kalium hidroksida) untuk bahan baku refined oil atau minyak nabati dengan kandungan FFA rendah.
2. Esterifikasi dengan katalis asam (umumnya menggunakan asam sulfat) untuk minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi dilanjutkan dengan transesterifikasi dengan katalis basa.

Proses pembuatan biodiesel dari minyak dengan kandungan FFA rendah secara keseluruhan terdiri dari reaksi transesterifikasi, pemisahan gliserol dari metil ester, pemurnian metil ester (netralisasi, pemisahan methanol, pencucian dan pengeringan/dehidrasi), pengambilan gliserol sebagai produk samping (asidulasi dan pemisahan metanol) dan pemurnian metanol tak bereaksi secara destilasi/*rectification*. Proses esterifikasi dengan katalis asam diperlukan jika minyak nabati mengandung FFA di atas 5%. Jika minyak berkadar FFA tinggi (>5%) langsung ditransesterifikasi dengan katalis basa maka FFA akan

bereaksi dengan katalis membentuk sabun. Terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian. Jadi esterifikasi digunakan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester sehingga mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya ditransesterifikasi dengan katalis basa untuk mengkonversikan trigliserida menjadi metil ester.

2.2 Dedak Padi

Dedak merupakan produk samping penggilingan gabah menjadi beras. Selama ini, dedak hanya dimanfaatkan sebagai makanan ternak dan unggas selebihnya dipakai untuk bahan abu gosok atau dibiarkan begitu saja (Adi, 2003).

Melihat besarnya jumlah produksi dedak padi dan belum maksimalnya pemanfaatan dedak padi di Indonesia maka dilakukan penelitian mengenai dedak padi untuk meningkatkan nilai ekonomi dedak itu sendiri. Minyak dedak diperoleh dari ekstraksi dedak dengan pelarut *volatile*, umumnya n-hexan.

2.2.1 Minyak Dedak Padi

Minyak dedak padi adalah minyak berkandungan gizi tinggi karena mengandung asam lemak, komponen-komponen aktif biologis, dan antioksidan (*oryzanol*, *tocopherol*, *tocotrienol*, *phytosterol*, *polyphenol* dan *squalene*) (Goffman dkk., 2003 dan Özgül dkk., 1993). Minyak mentah dedak padi sulit dimurnikan karena tingginya kandungan asam lemak bebas dan senyawa tak tersaponifikasikan berwarna gelap (Bhattacharyya dkk., 1983). Kandungan asam lemak bebas 4-8%-b tetap diperoleh walaupun dedak padi diekstrak sesegera mungkin. Peningkatan asam lemak bebas secara cepat terjadi karena adanya lipase aktif dalam dedak, karena alasan tersebut minyak dedak padi tidak dapat digunakan sebagai *edible oil*. Pengaruh waktu penyimpanan dedak terhadap kandungan FFA dalam minyak dedak dapat dilihat pada tabel 2.1, sedangkan karakteristik dan komposisi asam lemak dalam minyak dedak padi ditunjukkan pada tabel 2.2 dan 2.3 berikut :

Tabel 2.1 Pengaruh Waktu Penyimpanan Dedak terhadap Kandungan FFA dalam Minyak Dedak (SBP Board of Consultants and Engineers 1998)

Waktu Penyimpanan	FFA (%)
3 jam	3,0
15 hari	10,7
30 hari	18,2
49 hari	27,0
72 hari	34,3
100 hari	62,5

Tabel 2.2 Karakteristik Minyak Dedak Padi (SBP Board of Consultants and Engineers 1998)

Karakteristik	Rentang nilai
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

Tabel 2.3 Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Dedak (SBP Board of Consultants and Engineers 1998)

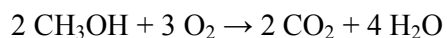
Jenis Asam Lemak	Konsentrasi (% b)
Asam Miristat (C14:0)	0,1
Asam Palmitat (C16:0)	12-18
Asam Stearat (C18:0)	1-3
Asam Oleat (C18:1)	40-50
Asam Linoleat (C18:2)	29-42
Asam Linolenat (C18:3)	1
Asam Palmitoleat (C20:0)	0,2-0,4

2.3 Metanol

Metanol juga dikenal sebagai metil alkohol, *wood alcohol* atau spiritus, adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CH₃OH. Metanol merupakan bentuk alkohol paling sederhana. Pada keadaan atmosfer, metanol berbentuk cairan yang ringan, mudah menguap, tidak berwarna, mudah terbakar, dan beracun dengan bau yang khas (berbau lebih ringan daripada etanol). Metanol digunakan sebagai bahan pendingin anti beku, pelarut, bahan bakar dan sebagai bahan additif bagi etanol industri.

Metanol diproduksi secara alami oleh metabolisme anaerobik oleh bakteri. Hasil proses tersebut adalah uap metanol (dalam jumlah kecil) di udara. Setelah beberapa hari, uap metanol tersebut akan teroksidasi oleh oksigen dengan bantuan sinar matahari menjadi karbon dioksida dan air.

Reaksi kimia metanol yang terbakar di udara dan membentuk karbon dioksida dan air adalah sebagai berikut:



Api dari metanol biasanya tidak berwarna. Oleh karena itu, kita harus berhati-hati bila berada dekat metanol yang terbakar untuk mencegah cedera akibat api yang tak terlihat. Karena

sifatnya yang beracun, metanol sering digunakan sebagai bahan additif bagi pembuatan alkohol untuk penggunaan industri. Penambahan racun ini akan menghindarkan industri dari pajak yang dapat dikenakan karena etanol merupakan bahan utama untuk minuman keras (minuman beralkohol). Metanol kadang juga disebut sebagai *wood alcohol* karena ia dahulu merupakan produk samping dari distilasi kayu. Saat ini metanol dihasilkan melalui proses multi tahap. Secara singkat, gas alam dan uap air dibakar dalam tungku untuk membentuk gas hidrogen dan karbon monoksida, kemudian, gas hidrogen dan karbon monoksida ini bereaksi dalam tekanan tinggi dengan bantuan katalis untuk menghasilkan metanol. Tahap pembentukannya adalah endotermik dan tahap sintesisnya adalah eksotermik.

2.3.1 Sifat - Sifat Metanol

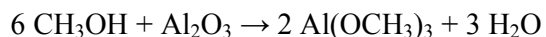
Sifat – sifat fisik dan kimia metanol ditunjukkan pada tabel 2.4 berikut :

Tabel 2.4 Sifat – Sifat Fisika dan Kimia Metanol (Perry, 1984)

Massa molar	32.04 g/mol
Wujud	cairan tidak berwarna
<i>Specific gravity</i>	0.7918
Titik leleh	-97 °C, -142.9 °F (176 K)
Titik didih	64.7 °C, 148.4 °F (337.8 K)
Kelarutan dalam air	sangat larut
Keasaman (pK_a)	~ 15.5

2.3.2 Kegunaan Metanol

Metanol digunakan secara terbatas dalam mesin pembakaran dalam, dikarenakan metanol tidak mudah terbakar dibandingkan dengan bensin. Metanol campuran merupakan bahan bakar dalam model radio kontrol. Salah satu kelemahan metanol sebagai bahan bakar adalah sifat korosi terhadap beberapa logam, termasuk aluminium. Metanol, merupakan asam lemah, menyerang lapisan oksida yang biasanya melindungi aluminium dari korosi:



Ketika diproduksi dari kayu atau bahan organik lainnya, metanol organik tersebut merupakan bahan bakar terbaru yang dapat menggantikan hidrokarbon. Namun mobil modern pun masih tidak bisa menggunakan BA100 (100% bioalkohol) sebagai bahan bakar tanpa modifikasi. Metanol juga digunakan sebagai solven dan sebagai *antifreeze*, dan fluida pencuci kaca depan mobil.

Penggunaan metanol terbanyak adalah sebagai bahan pembuat bahan kimia lainnya. Sekitar 40% metanol diubah menjadi formaldehyde, dan dari sana menjadi berbagai macam produk seperti plastik, plywood, cat, peledak, dan tekstil.

Dalam beberapa pabrik pengolahan air limbah, sejumlah kecil metanol digunakan ke air limbah sebagai bahan makanan karbon untuk denitrifikasi bakteri, yang mengubah nitrat menjadi nitrogen. Bahan bakar direct- methanol unik karena suhunya yang rendah dan beroperasi pada tekanan atmosfer, ditambah lagi dengan penyimpanan dan penanganan yang mudah dan aman membuat methanol dapat digunakan dalam perlengkapan elektronik.

2.4 Asam Sulfat (H₂SO₄)

Asam sulfat (H₂SO₄) merupakan cairan yang bersifat korosif, tidak berwarna, tidak berbau, sangat reaktif dan mampu melarutkan berbagai logam. Bahan kimia ini dapat larut dengan air dengan segala perbandingan, mempunyai titik leleh 10,49°C dan titik didih pada 340°C tergantung kepekatan serta pada temperatur 300°C atau lebih terdekomposisi menghasilkan sulfur trioksida.

Sifat – sifat asam sulfat ditunjukkan pada tabel 2.5 :

Tabel 2.5 Sifat Fisika dan Kimia Asam Sulfat (Perry, 1984)

Berat molekul	98,08 g/gmol
Titik leleh	10,49°C
Titik didih	340°C
<i>Spesific gravity</i>	1,834
Warna	Tidak berwarna
Wujud	Cair

2.5 NaOH

Natrium hidroksida (NaOH) juga dikenal sebagai soda kaustik atau sodium hidroksida, adalah sejenis basa logam kaustik. Natrium hidroksida terbentuk dari oksida basa Natrium Oksida dilarutkan dalam air. Natrium hidroksida membentuk larutan alkalin yang kuat ketika dilarutkan ke dalam air. Natrium hidroksida digunakan di berbagai macam bidang industri, kebanyakan digunakan sebagai basa dalam proses produksi bubur kayu dan kertas, tekstil, air minum, sabun dan deterjen. Natrium hidroksida adalah basa yang paling umum digunakan dalam laboratorium kimia.

Natrium hidroksida murni berbentuk putih padat dan tersedia dalam bentuk pelet, serpihan, butiran ataupun larutan jenuh 50%. Natrium hidroksida bersifat lembab cair dan secara spontan menyerap karbon dioksida dari udara bebas. Natrium hidroksida sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan. Natrium hidroksida juga larut dalam etanol dan metanol, walaupun kelarutan NaOH dalam kedua cairan ini lebih kecil daripada kelarutan KOH. Natrium hidroksida tidak larut dalam dietil eter dan pelarut non-polar lainnya. Larutan natrium hidroksida akan meninggalkan noda kuning pada kain dan kertas.

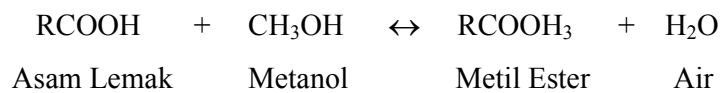
Sifat – sifat fisika dan kimia Natrium hidroksida (NaOH) ditunjukkan pada tabel 2.6 berikut :

Tabel 2.6 Sifat Fisika dan Kimia NaOH (Perry,1984)

Massa molar	40 g/mol
Wujud	Zat padat putih
<i>Specific gravity</i>	2,130
Tiitik leleh	318,4 °C (591 K)
Titik didih	1390 °C (1663 K)
Kelarutan dalam air	111 g/100 ml (20 °C)
Kebasaan (<i>pKb</i>)	-2,43

2.6 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). Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung ke konversi yang sempurna pada temperatur rendah (misalnya paling tinggi 120° C), reaktan metanol harus ditambahkan dalam jumlah yang sangat berlebih (biasanya lebih besar dari 10 kali nisbah stoikiometrik) dan air produk ikutan reaksi harus disingkirkan dari fasa reaksi, yaitu fasa minyak. Melalui kombinasi-kombinasi yang tepat dari kondisi-kondisi reaksi dan metode penyingkiran air, konversi sempurna asam-asam lemak ke ester metilnya dapat dituntaskan dalam waktu 1 sampai beberapa jam. Reaksi esterifikasi dari asam lemak menjadi metil ester adalah :



Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi (berangka-asam ≥ 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.

2.6.1 Hal-hal yang Mempengaruhi Reaksi Esterifikasi

Faktor-faktor yang berpengaruh pada reaksi esterifikasi antara lain :

a. 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.

b. 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^{-1})

k = Konstanta kecepatan reaksi (t^{-1})

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*.

c. Katalisator

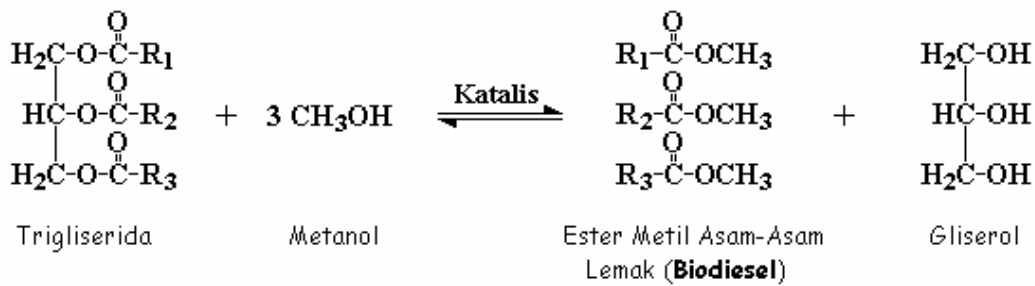
Katalisator berfungsi untuk mengurangi tenaga aktivasi pada suatu reaksi sehingga pada suhu tertentu harga konstanta kecepatan reaksi semakin besar. Pada reaksi esterifikasi yang sudah dilakukan biasanya menggunakan konsentrasi katalis antara 1 - 4 % berat sampai 10 % berat campuran pereaksi (Mc Ketta,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

d. 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.

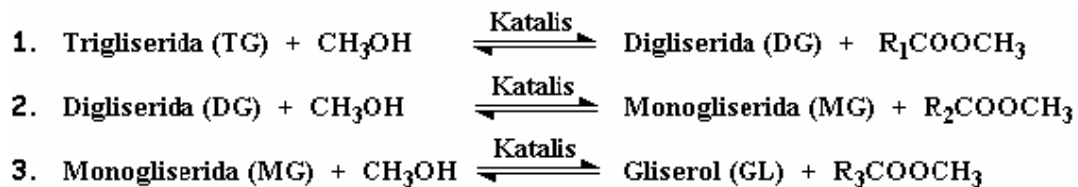
2.7 Transesterifikasi

Transesterifikasi (biasa disebut dengan alkoholisis) adalah tahap konversi dari trigliserida (minyak nabati) menjadi *alkyl ester*, melalui reaksi dengan alkohol, dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Di antara alkohol-alkohol monohidrik yang menjadi kandidat sumber/pemasok gugus alkil, metanol adalah yang paling umum digunakan, karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi disebut metanolisis). Jadi, di sebagian besar dunia ini, biodiesel praktis identik dengan ester metil asam-asam lemak (*Fatty Acids Metil Ester*, FAME). Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester adalah :



Transesterifikasi juga menggunakan katalis dalam reaksinya. Tanpa adanya katalis, konversi yang dihasilkan maksimum namun reaksi berjalan dengan lambat (Mittlebatch,2004). Katalis yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa, karena katalis ini dapat mempercepat reaksi.

Reaksi transesterifikasi sebenarnya berlangsung dalam 3 tahap yaitu sebagai berikut:



Produk yang diinginkan dari reaksi transesterifikasi adalah ester metil asam-asam lemak. Terdapat beberapa cara agar kesetimbangan lebih ke arah produk, yaitu:

- a. Menambahkan metanol berlebih ke dalam reaksi
- b. Memisahkan gliserol
- c. Menurunkan temperatur reaksi (transesterifikasi merupakan reaksi eksoterm)

2.7.1 Hal-hal yang Mempengaruhi Reaksi Transesterifikasi

Tahapan reaksi transesterifikasi pembuatan biodiesel selalu menginginkan agar didapatkan produk biodiesel dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi reaksi yang mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui transesterifikasi adalah sebagai berikut (Freedman, 1984):

- a. Pengaruh air dan asam lemak bebas

Minyak nabati yang akan ditransesterifikasi harus memiliki angka asam yang lebih kecil dari 1. Banyak peneliti yang menyarankan agar kandungan asam lemak bebas lebih kecil dari 0.5% (<0.5%). Selain itu, semua bahan yang akan digunakan harus bebas dari air. Karena air akan bereaksi dengan katalis, sehingga jumlah katalis menjadi berkurang.

Katalis harus terhindar dari kontak dengan udara agar tidak mengalami reaksi dengan uap air dan karbon dioksida.

b. Pengaruh perbandingan molar alkohol dengan bahan mentah

Secara stoikiometri, jumlah alkohol yang dibutuhkan untuk reaksi adalah 3 mol untuk setiap 1 mol trigliserida untuk memperoleh 3 mol alkil ester dan 1 mol gliserol. Perbandingan alkohol dengan minyak nabati 4,8:1 dapat menghasilkan konversi 98% (Bradshaw and Meuly, 1944). Secara umum ditunjukkan bahwa semakin banyak jumlah alkohol yang digunakan, maka konversi yang diperoleh juga akan semakin bertambah. Pada rasio molar 6:1, setelah 1 jam konversi yang dihasilkan adalah 98-99%, sedangkan pada 3:1 adalah 74-89%. Nilai perbandingan yang terbaik adalah 6:1 karena dapat memberikan konversi yang maksimum.

c. Pengaruh jenis alkohol

Pada rasio 6:1, metanol akan memberikan perolehan ester yang tertinggi dibandingkan dengan menggunakan etanol atau butanol.

d. Pengaruh jenis katalis

Alkali katalis (katalis basa) akan mempercepat reaksi transesterifikasi bila dibandingkan dengan katalis asam. Katalis basa yang paling populer untuk reaksi transesterifikasi adalah natrium hidroksida (NaOH), kalium hidroksida (KOH), natrium metoksida (NaOCH₃), dan kalium metoksida (KOCH₃). Katalis sejati bagi reaksi sebenarnya adalah ion metilat (metoksida). Reaksi transesterifikasi akan menghasilkan konversi yang maksimum dengan jumlah katalis 0,5-1,5%-b minyak nabati. Jumlah katalis yang efektif untuk reaksi adalah 0,5%-b minyak nabati untuk natrium metoksida dan 1%-b minyak nabati untuk natrium hidroksida.

e. Metanolisis *Crude* dan *Refined* Minyak Nabati

Perolehan metil ester akan lebih tinggi jika menggunakan minyak nabati *refined*. Namun apabila produk metil ester akan digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel, cukup digunakan bahan baku berupa minyak yang telah dihilangkan getahnya dan disaring.

f. Pengaruh temperatur

Reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada temperatur 30 - 65° C (titik didih metanol sekitar 65° C). Semakin tinggi temperatur, konversi yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Rancangan percobaan

3.1.1 Penetapan variabel

❖ Ekstraksi Minyak Dedak

Perbandingan berat dedak dan solven (metanol)	= 1 : 5
Waktu	= 120 menit
Suhu (°C)	= 60-65 °C

❖ Esterifikasi

a. Variabel tetap

Jumlah katalis H ₂ SO ₄ (% v)	= 1% v/v
---	----------

b. Variabel berubah

Lama esterifikasi (menit)	= 60, 75, 90, 105, 120 menit
Waktu pengambilan sampel	= tiap 15 menit
Suhu (°C)	= 40; 45; 50; 55; 60 °C

❖ Transesterifikasi

a. Variabel tetap

Suhu (°C)	= 60 °C
-----------	---------

b. Variabel berubah

Lama transesterifikasi (menit)	= 60; 75; 90; 105; 120 menit
Jumlah katalis NaOH (% w)	= 1,5; 1,75; 2; 2,25; 2,5 % w/w

3.1.2 Metode

Dedak diperam selama 4 bulan untuk meningkatkan kandungan asam lemak bebas di dalam dedak. Pada pembuatan biodiesel dari minyak dedak dengan menggunakan metanol ini digunakan metode esterifikasi kemudian dilanjutkan dengan transesterifikasi. Pada proses

ekstraksi, dedak dan metanol dengan perbandingan tertentu dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Kemudian pada proses esterifikasi ditambahkan katalis H_2SO_4 . Pada selang waktu tertentu, dianalisa kadar FFA-nya. Setelah reaksi selesai, dilanjutkan dengan transesterifikasi dengan menambahkan NaOH sebagai penetral dan katalis. Produk yang terbentuk kemudian diendapkan sehingga diperoleh dua lapisan, lapisan atas yang berupa metil ester dikeringkan dengan suhu tertentu untuk menghilangkan air dan sisa metanol yang masih ada, sehingga diperoleh produk yang lebih murni untuk kemudian dianalisa densitas dan kandungan esternya dengan *Gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS).

3.1.3 Respon

Respon yang diamati adalah :

1. kebutuhan titran NaOH
2. pengukuran densitas
3. analisa (GC-MS)

3.1.4 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.

3.2 Bahan dan Alat yang Digunakan

3.2.1 Bahan

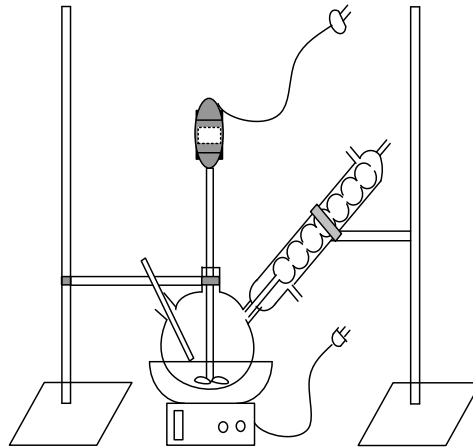
- | | |
|----------------|------------------|
| - Dedak | - Metanol teknis |
| - Etanol 96% | - NaOH |
| - Indikator pp | - H_2SO_4 |
| - Aquadest | |

3.2.2 Alat

- | | |
|-------------------|----------------|
| - Labu leher tiga | - Buret |
| - Corong pemisah | - Erlenmeyer |
| - Gelas ukur | - Pipet tetes |
| - Motor Pengaduk | - Beaker glass |

- Pemanas
- Termometer
- Labu takar
- Statif dan klem
- Water bath

3.3 Gambar Rangkaian Alat



Gambar 3.1. Rangkaian alat untuk proses esterifikasi

3.4 Langkah Percobaan

3.4.1 Langkah Percobaan Ekstraksi

1. Masukkan dedak ke dalam labu leher tiga, tambahkan metanol, dipanaskan sampai suhu 60-65° C, lakukan selama ± 120 menit.
2. Saring hasil ekstraksi (pemisahan hasil ekstraksi dari ampas dedak).
3. Melakukan analisa kadar FFA dari hasil ekstraksi.

3.4.2 Langkah Percobaan Esterifikasi

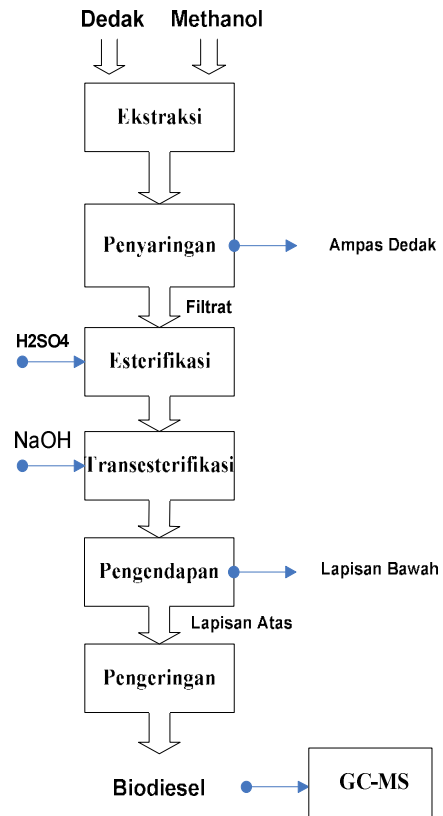
1. Memasukkan dedak, metanol, dan katalis H_2SO_4 ke dalam labu leher tiga, kemudian diaduk dan dipanaskan sampai suhu reaksi yang ditentukan.
2. Pertahankan suhu reaksi.
3. Sampel diambil dan melakukan titrasi tiap selang waktu 15 menit selama waktu reaksi untuk analisa asam lemak bebas sesuai prosedur 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.

3.4.3 Langkah Percobaan Transesterifikasi

1. Menambahkan katalis NaOH kedalam hasil esterifikasi dengan jumlah tertentu sesuai dengan variabel percobaan.
2. Direaksikan pada suhu 60 °C, selama waktu yang ditentukan dengan konsentrasi katalis NaOH sesuai variabel percobaan.
3. Dilakukan pengeringan untuk memperoleh ester yang lebih murni, kemudian dianalisa densitas dan *Gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS).

3.4.4 Bagan Langkah Percobaan



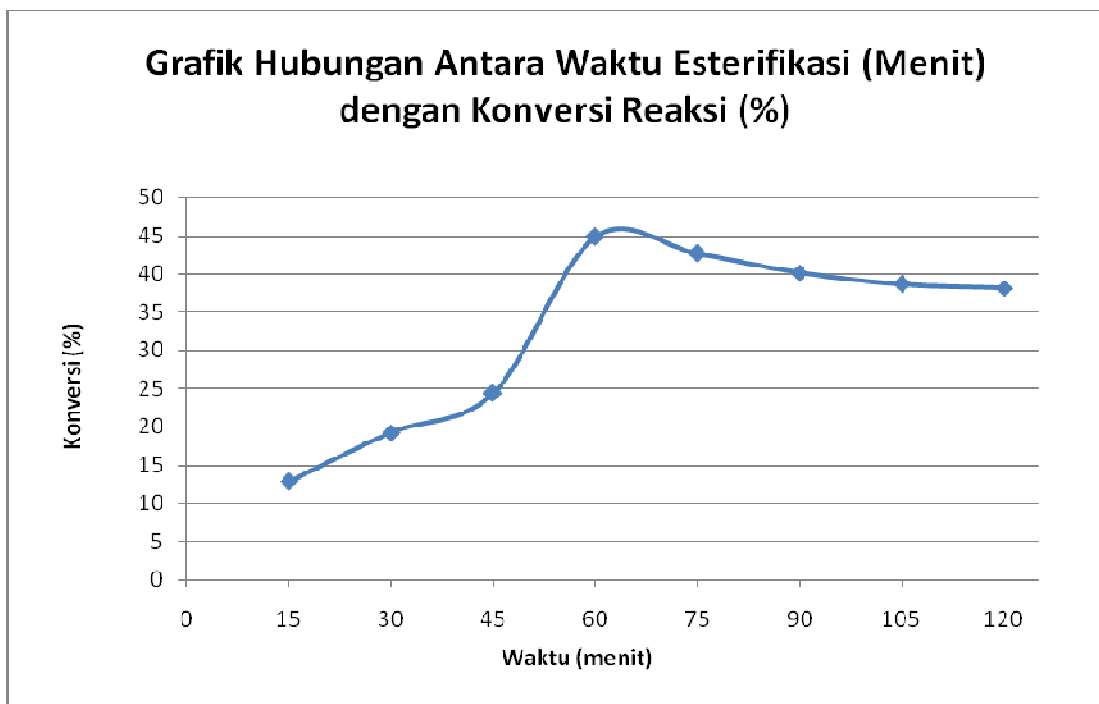
Gambar 3.2. Bagan Langkah Percobaan

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengaruh Waktu terhadap Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi (suhu 60°C)

Berdasarkan penelitian yang kami lakukan, jika disajikan dalam bentuk grafik, akan diperoleh hasil sebagai berikut :



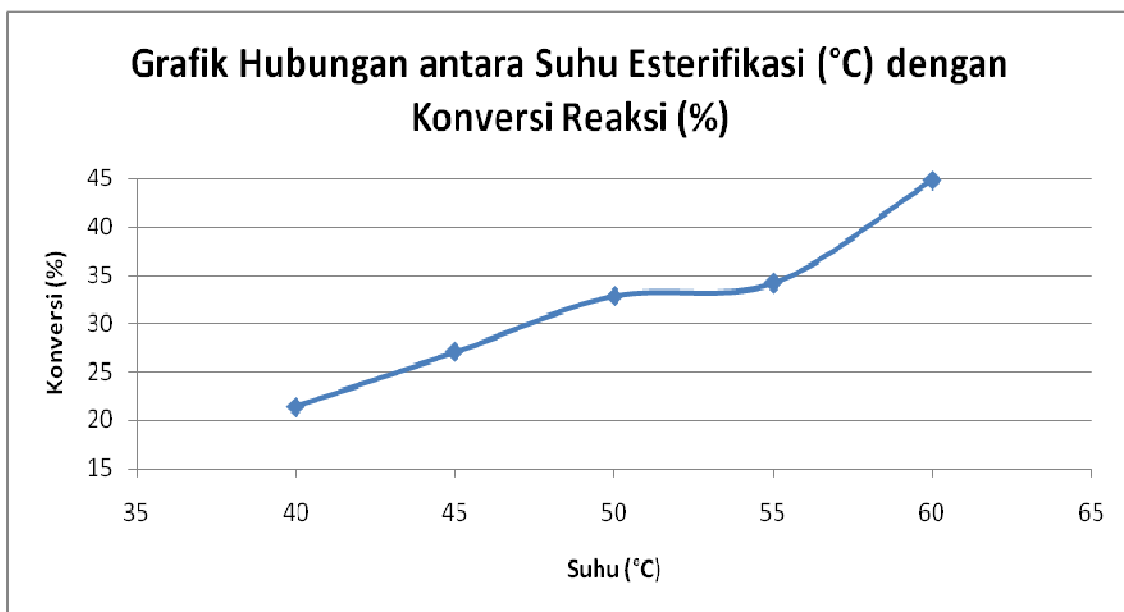
Gambar 4.1 Grafik Hubungan antara Waktu dengan Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi

Berdasarkan teori 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. Dalam penelitian yang telah kami lakukan, diperoleh data bahwa selama waktu 15 menit sampai dengan 60 menit hasil konversi reaksi terus meningkat, namun pada waktu 60 menit sampai 120 menit hasil konversi reaksi semakin menurun, hal ini

disebabkan karena kesetimbangan reaksi sudah tercapai dalam waktu kurang lebih 60 menit, sehingga dalam waktu yang lebih lama dari 60 menit tidak akan menguntungkan, karena tidak memperbesar hasil dan karena reaksi yang terjadi dalam proses esterifikasi adalah *reversible* (bolak-balik), maka apabila sudah terjadi kesetimbangan, reaksi akan bergeser ke kiri, dan akan memperkecil produk yang diperoleh.

4.2 Pengaruh Suhu terhadap Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi 60 Menit

Berdasarkan penelitian yang kami lakukan, jika disajikan dalam bentuk grafik, akan diperoleh hasil sebagai berikut :



Gambar 4.2 Grafik Hubungan antara Suhu dengan Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi

Percobaan untuk mempelajari pengaruh suhu reaksi esterifikasi dilakukan dengan mengubah-ubah suhu reaksi untuk setiap percobaan (40, 45, 50, 55, 60 °C). sedangkan untuk waktu esterifikasi dan jumlah katalis dibuat tetap yaitu 1 jam dan 1% v/v.

Dari grafik di atas menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu reaksi yang dioperasikan sampai dengan 60 °C, maka konversi metil ester semakin besar. Hal ini terjadi karena dengan naiknya suhu, maka tumbukan antar partikel semakin besar, sehingga reaksi berjalan semakin cepat dan konstanta reaksi semakin besar. Reaksi esterifikasi minyak dedak dengan methanol menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) dengan metanol merupakan reaksi endotermis

(Vieville *et al*, 1993), sehingga apabila suhu reaksi dinaikkan, maka kesetimbangan akan bergeser ke kanan/ke produk (Dogra, 1990).

Peningkatan laju reaksi ini disebabkan oleh meningkatnya konstanta laju reaksi yang merupakan fungsi dari temperatur. Semakin tinggi temperaturnya, maka semakin besar konstanta laju reaksinya. Hal ini sesuai dengan persamaan Archenius :

$$k = A \exp(-E_a/RT)$$

k = konstanta laju reaksi

A = frekuensi tumbukan

R = konstanta gas

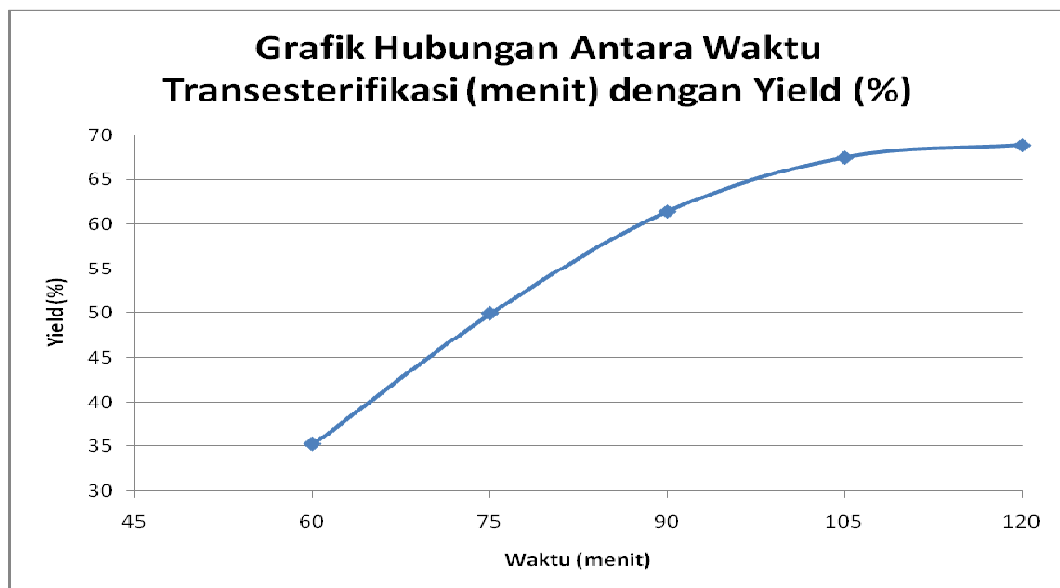
T = temperatur

E_a = energi aktivasi

(Levenspiel, 1985)

4.3 Pengaruh Waktu terhadap Yield pada Proses Transesterifikasi (Waktu Esterifikasi 2 Jam pada Suhu 60 °C)

Berdasarkan penelitian yang kami lakukan, jika disajikan dalam bentuk grafik, akan diperoleh hasil sebagai berikut :



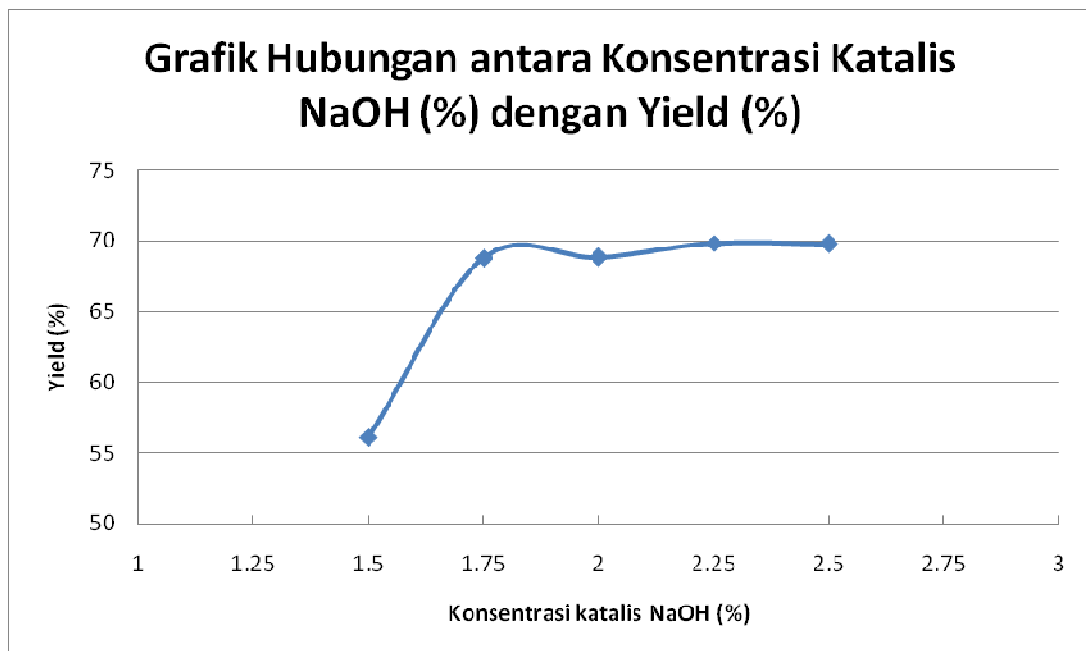
Gambar 4.3 Grafik Hubungan antara Waktu dan Yield pada Proses Transesterifikasi

Untuk mempelajari pengaruh waktu reaksi transesterifikasi dilakukan dengan mengubah-ubah waktu reaksi untuk setiap percobaan (60, 75, 90, 105, 120 menit), sedangkan suhu dan jumlah katalis NaOH dibuat tetap yaitu 60°C dan 2% w/w.

Dari grafik dapat dilihat bahwa semakin lama waktu transesterifikasi maka yield yang dihasilkan semakin besar. Dari titik waktu 60 menit ke 75 menit mengalami kenaikan yield yang signifikan yaitu 14,66 %, dan dari titik waktu 75 menit ke 90 menit kenaikan yield mengalami penurunan yaitu hanya sebesar 11,49 %. Demikian juga pada waktu transesterifikasi 105 menit dan 120 menit, kenaikan yield mengalami penurunan berturut-turut yaitu 6,11 % dan 1,34 %. Hal ini disebabkan karena pada waktu yang terlalu lama, sisa asam lemak bebas yang tidak ikut bereaksi pada proses esterifikasi akan bereaksi dengan NaOH membentuk sabun, sehingga yield yang terbentuk tidak mengalami kenaikan yang signifikan. Dari grafik diatas yield optimum untuk reaksi tersebut adalah pada waktu transesterifikasi 120 menit, apabila waktu transesterifikasi dilanjutkan, kemungkinan yield akan mengalami penurunan.

4.4 Pengaruh Konsentrasi Katalis NaOH terhadap Yield pada Proses Transesterifikasi 2 Jam

Berdasarkan penelitian yang kami lakukan, jika disajikan dalam bentuk grafik, diperoleh hasil sebagai berikut :



Gambar 4.4 Grafik Hubungan antara Konsentrasi Katalis dan Yield pada Proses Transesterifikasi

Hasil percobaan menunjukkan bahwa pada konsentrasi katalis 1,5 % sampai 1,75%, semakin besar konsentrasi katalis NaOH, maka produk yang terbentuk juga semakin banyak, sehingga yield metil ester semakin besar. Sedangkan pada konsentrasi NaOH 1,75% sampai 2,5%, yield yang diperoleh cenderung konstan. Masih adanya asam lemak bebas sisa yang tidak bereaksi cenderung membentuk reaksi penyabunan dengan katalis NaOH dalam jumlah besar yaitu di atas 1,75%. Adanya sabun pada reaksi transesterifikasi akan menghambat pembentukan produk (metil ester) sehingga hasil yang didapat tidak menunjukkan kenaikan yang signifikan. Sabun pada hasil transesterifikasi akan meningkatkan viskositas dari biodiesel dan mengganggu pemisahan gliserol.

4.5 Hasil GC MS produk Biodiesel

Dari hasil analisa *Gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS) (terlampir) yang dilakukan, proses esterifikasi dan transesterifikasi sebagai upaya untuk memanfaatkan dedak padi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dapat menghasilkan metil ester. Berdasarkan analisa densitas yang kami lakukan, densitas biodiesel yang dihasilkan adalah 0,86 g/ml. Komponen terbesar metil ester biodiesel kami didominasi Metil Oleat.

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

Komponen Metil Ester	Jumlah (%berat)
Metil Oleat	60,61
Metil Palmitat	21,21
Metil Stearat	3,11

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Waktu optimum esterifikasi adalah 60 menit dengan konversi 45 % dan suhu optimum esterifikasi 60 °C dengan konversi sebesar 44,87 %.
2. Waktu optimum transesterifikasi adalah 120 menit dengan yield 68,85 % dan konsentrasi NaOH optimum adalah sebanyak 1,75 % dengan yield sebesar 68,80 %.
3. Biodiesel yang dihasilkan mengandung 84,93 % metil ester, dengan komponen utamanya adalah metil oleat.

5.2 Saran

Masih diperlukan analisa lebih lanjut untuk mengetahui apakah biodiesel yang dihasilkan sudah sesuai dengan standar mutu biodiesel, diantaranya dengan uji nilai kalor, angka setana, kandungan gliserol bebas dan gliserol total, dan bilangan saponifikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Adi, N., 2003, *Ekstraksi Minyak dari Dedak Padi dengan Pelarut n-Hexane*, Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, Yogyakarta.
- Bhattacharrya, D.K., Chakrabarty M.M., Vaidyanathan R.S., & Bhattachryya A.C., 1983, *A critical study of the refining of rice bran oil*, J Am Oil Chem Soc, 60, 467-471.
- Bradshaw, George B., Meuly, Wlater C., 1944, *Preparation of Detergent*, US Patent Office 2,360,844.
- Dogra, S.K. dan S. Dogra., 1990, *Kimia Fisik dan Soal-soal*, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Freedman, B., Pryde.E.H., Mounts. T.L., 1984, *Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterfied Vegetable Oils*.
- Goffman, F.D., Pinson, S., and Bergman C., 2003, *Genetic Diversity for Lipid Content and Fatty Acid Profile in Rice Bran*, J. Am. Oil Chem. Soc., pp. 485-490.
- Haas, M.J., 2005, *Improving the economics of biodiesel production through the use of low value lipids as feedstocks: vegetable oil soapstock*. Fuel Process Technol., 86, 1087-1096.
- Ketta, Mc.,J.J., 1978, *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*, Vol.1, Marcel Dekker, New York.
- Lakkakula, N.R., M. Lima, T. Walker, 2004, *Rice bran stabilization and rice bran oil extraction using ohmic heating*, Biores. Tech., vol. 92, pp. 157-161.
- Levenspiel, O., 1985, *Chemical Reaction Engineering*, 2nd ed, John Wiley and Sons, New York.
- Ma, F. and Hanna, M.A., 1999, *Biodiesel Production : A Review*, Journal Bioresource Technology 70, pp. 1-15.
- Mittlebach, M., Remschmidt, Claudia., 2004, *Biodiesel The Comprehensive Handbook*. Vienna: Boersdruck Ges.m.bH.
- Ozgul, Y. and Turkey. S., 1993, *In Situ Esterification of Rice Bran Oil with Methanol and Ethanol*, J. Am. Oil Chem. Soc., pp. 145-147.
- Perry, R.H. and Green, D.W., 1984, *Perry's Chemical Engineering Handbook*, 6th ed, Mc Graw Hill Book Company, Inc, New York.
- Putrawan ,I.D.G.A., Shobih, Soerawidjaja ,T.H., 2006, *Stabilisasi Dedak Padi sebagai Sumber Minyak Pangan*, Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, Palembang.

SBP Board of Consultants & Engineers, 1998, *SBP Handbook Oil Seeds, Oils, Fats & Derivatives*, SBP Publication Division, New Delhi.

Soerawidjaja, Tatang H., 2005, *Minyak-lemak dan produk-produk kimia lain dari kelapa*, Handout kuliah Proses Industri Kimia, Program Studi Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung.

Vieville, C., Moulooungui, Z., and Gaset, A., 1993, *Etherification of Oleic Acid by Methanol Catalyzed by p-Toluenesulfonic Acid and the Cation-exchange Resin K2411 and K1481 I Supercritical Carbon Dioxide*, *Industrial Engineering Chemical Research*, 32, 2065-2068.

Zheng, S., Kates, M.; Dubé, M.A., Mclean, D.D., 2006, *Acid-catalyzed production of biodiesel from waste frying oil*. *Biomass Bioener.*, 30, 267–272.

<http://id.wikipedia.org/wiki/Beras>, 2010.

LAMPIRAN A

PERHITUNGAN

1. Perhitungan Jumlah Metanol

Perhitungan jumlah metanol yang digunakan dalam setiap tahap dihitung sebagai berikut :

Perbandingan berat dedak dan volume metanol = 1:5

Massa dedak yang digunakan = 75 gram

$$\begin{aligned} \text{Perhitungan } \rho \text{ methanol} &= \frac{\text{Massa piknometer berisi methanol} - \text{Massa piknometer kosong (gr)}}{\text{Volume piknometer (ml)}} \\ &= \frac{(44,11 - 24,44) \text{ gr}}{25 \text{ ml}} \\ &= 0,7868 \text{ gr / ml} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kebutuhan Metanol} &= \frac{5}{1} \times \text{gram dedak} \\ &= \frac{5}{1} \times 75 \text{ gram} \\ &= 375 \text{ gram methanol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume methanol yang digunakan} &= \frac{375 \text{ gr}}{0,7868 \text{ gr / ml}} \\ &= 476,6 \text{ ml} \end{aligned}$$

2. Perhitungan Jumlah Katalis H₂SO₄

Katalis H₂SO₄ yang digunakan dalam proses esterifikasi untuk setiap tahap pembuatan biodiesel adalah 1% vol. Perhitungannya adalah sebagai berikut :

$$\frac{1}{100} \times 300 \text{ ml} = 3 \text{ ml H}_2\text{SO}_4$$

3. Perhitungan Konversi Reaksi pada Proses Esterifikasi

Rumus yang digunakan untuk menghitung hasil konversi setelah proses esterifikasi adalah :

$$\begin{aligned} \text{Konversi (\%)} &= \frac{\text{Kebutuhan NaOH pada } t_0 - \text{Kebutuhan NaOH pada } t_x}{\text{Kebutuhan NaOH pada } t_0} \times 100\% \\ &= \frac{7,8 \text{ ml} - 6,8 \text{ ml}}{7,8 \text{ ml}} \times 100\% \\ &= 12,82 \% \end{aligned}$$

Dari hasil penelitian, hasil konversi yang diperoleh dari $t = 15$ menit hingga $t = 120$ menit adalah sebagai berikut :

Tabel 1. Hasil Konversi Reaksi yang dihasilkan pada Proses Esterifikasi

Waktu (menit)	Kebutuhan NaOH (ml)	Konversi (%)
15	7,8	12,82
30	6,8	19,23
45	6,3	24,36
60	5,9	44,87
75	4,3	42,68
90	7,3	40,16
105	7,3	38,65
120	4,7	38,16

4. Perhitungan Jumlah NaOH untuk Titrasi pada Proses Esterifikasi

Kebutuhan NaOH 0,1 N yang digunakan untuk titrasi selama proses esterifikasi adalah dihitung dengan cara :

$$\begin{aligned} N &= \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}} \times \frac{1000}{\text{pelarut (ml)}} \\ 0,1 &= \frac{\text{gram NaOH}}{40} \times \frac{1000}{1000 \text{ ml}} \\ \text{Gram NaOH} &= 4 \text{ gram} \end{aligned}$$

5. Perhitungan Jumlah Katalis NaOH untuk Proses Transesterifikasi

Katalis HaOH yang digunakan dalam proses transesterifikasi untuk pembuatan biodiesel adalah 1% , 1,5%, 1,75%, 2%, 2,25%, dan 2,5% vol. Volume hasil esterifikasi yang digunakan untuk proses transesterifikasi adalah 155 ml yang memiliki massa 128,03

gram. Contoh Perhitungan kebutuhannya untuk jumlah katalis 2% berat adalah sebagai berikut :

$$\frac{2}{100} \times 128,03 \text{ gram} = 2,56 \text{ gram NaOH}$$

6. Perhitungan Yield

Rumus yang digunakan untuk menghitung jumlah yield adalah :

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{massa produk (gr)}}{\text{massa dedak (gr)}} \times 100\%$$

$$= \frac{26,44 \text{ gr}}{75 \text{ gr}} \times 100\%$$

$$= 35,25 \%$$

Tabel 2. Hubungan antara Waktu Transesterifikasi dan Yield dengan konsentrasi katalis NaOH 2% w/w (waktu esterifikasi 2 jam)

Waktu Transesterifikasi (menit)	Massa Produk (gram)	Yield (%)
60	26,44	35.25
75	37,43	49,91
90	46,05	61.40
105	50,63	67,51
120	51,64	68,85

Tabel 3. Hubungan antara Konsentrasi katalis NaOH dan Yield pada proses Transesterifikasi selama 2 jam (waktu esterifikasi 2 jam)

Konsentrasi Katalis NaOH (%)	Massa Produk (gram)	Yield (%)
1,5	42,09	56,12
1,75	51,60	68,80
2	51,64	68,85
2,25	52,37	69,83
2,5	53,36	71,15

LAMPIRAN B

FOTO PENELITIAN



Rangkaian Alat Ekstraksi, Esterifikasi dan Transesterifikasi



Dedak Sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel



Proses ekstraksi dilanjutkan dengan penyaringan untuk memisahkan filtrat dengan ampas dedak.



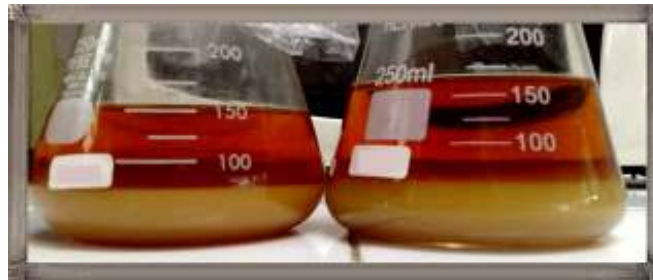
Proses pengambilan sampel setiap 15 menit untuk titrasi pada proses esterifikasi.



Titration Sampel



Proses transesterifikasi



Pengendapan hasil transesterifikasi selama 24 jam hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan atas adalah metil ester sedangkan lapisan bawah adalah gliserol.