20. JTK-SA-20

by Susila Arita

Submission date: 08-Mar-2020 10:22AM (UTC+0700)
Submission ID: 1271315348
File name: 20._JTK-SA-20.pdf (199.91K)
Word count: 4635
Character count: 27372

PEMBUATAN METIL ESTER ASAM LEMAK DARI CPO *OFF GRADE* DENGAN METODE ESTERIFIKASI-TRANSESTERIFIKASI

Susila Arita, Meta Berlian Dara, Jaya Irawan

Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
Jl.Raya Palembang – Prabumulih Km.32, Inderalaya 30662

ABSTRAK

Metil ester lemak merupakan senyawa ester alkil yang berasal dari minyak nabati dengan alkohol yang dihasilkan melalui proses esterifikasi/transesterifikasi dan mempunyai sifat fisika mendekati minyak solar diesel. Secara umum, metil ester dibuat dari reaksi transesterifikasi, yakni reaksi alkohol dengan trigliserida membentuk metil ester dan gliserol dengan bantuan katalis basa. Namun, reaksi tersebut sangat dipengaruhi oleh kadar asam lemak bebas yang terkandung dalam trigliserida. Reaksi esterifkasi merupakan merupakan suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester dengan bantuan katalis asam. Dalam penelitian ini, bahan baku CPO Off Grade lapisan atas dengan kadar asam lemak bebas sebesar 5.838 %. Dan pengertian esterifikasi diacu sebagai reaksi antara asam lemak bebas dengan alcohol membentuk metil ester dan air dengan bantuan katalis asam. Untuk mendapatkan yield yang baik, dalam laporan ini dilakukan metode reaksi bertahap, yakni reaksi esterifikasi, kemudian diikuti dengan reaksi transesterifikasi.

Penelitian ini dilakukan dengan mereaksikan 200gr trigliserida dan metanol dengan bantuan katalis asam pada tahap esterifikasi dan katalis basa pada tahap transesterifikasi. Metode yang digunakan pada tahap esterifikasi adalah dengan memvariasikan komposisi metanol-asam sulfat dalam reaksi, yang nantinya dari tiap sampel dapat dianalisis densitas, pH, FFA, dan API 60°F. Melalui percobaan di dapat bahwa komposisi terbaik untuk mengkonversi asam lemak bebas dalam trigliserida menjadi metil ester adalah komposisi pada sampel 2. Untuk selanjutnya, digunakan sampel 2 sebagai bahan baku tahap transesterifikasi.. Metode yang dilakukan pada tahap transeterifikasi adalah memvariasikan rasio trigliserida-metanol dengan rasio mol 1 : 2, 1 : 4, dan 1 : 6 dengan jumlah katalis KOH 0.8 %, 1%, dan 1.2 % pada masing-masing rasio yang nantinya dari tiap sampel dapat dianalisis kadar air, FFA, pH, dan angka penyabunan. Melalui percobaan didapat yield yang paling baik pada rasio 1 : 6 dengan jumlah KOH 1 %, yakni sebesar 81,94 % atau 163.88 gram.

Kata kunci : Metil esteri,esterifikasi, transesterifikasi, CPO Off Grade

I. PENDAHULUAN

Indonesia sebagai produsen CPO terbesar kedua di dunia, sangat potensial sebagai produsen biodiesel dengan memanfaatkan minyak yang berbasis sawit, baik CPO itu sendiri maupun turunannya (Boy Macklin 2008 ; 3).

Biodiesel adalah salah satu jenis biofuel (bahan bakar nabati) yang tergolong baru dan terbarukan (*renewable*), merupakan bahan bakar cair dari hayati. Biodiesel (*methyl ester*) terbentuk melalui reaksi antara senyawa ester (CPO) dengan senyawa alkohol (metanol) sehingga terbentuk senyawa ester baru (*methyl ester*). Biodiesel diperuntukan sebagai pengganti minyak solar fosil yang tak terbarukan (*unrenewable*). Selain mampu mereduksi efek rumah kaca, penggunaan biodiesel juga akan meningkatkan kualitas udara lokal dengan mereduksi emisi gas berbahaya, seperti karbon monoksida (CO), ozon (O3), nitrogen oksida

(NOx), sulfur dioksida (SO2), dan hidrokarbon reaktif lainnya, serta asap dan partikel yang dapat terhirup. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa kadar emisi gas buang seperti CO, CO2, NOx, SO2, dan hidrokarbon dari bahan bakar campuran palm biodiesel dan solar lebih rendah dibandingkan dengan bahan bakar solar murni.

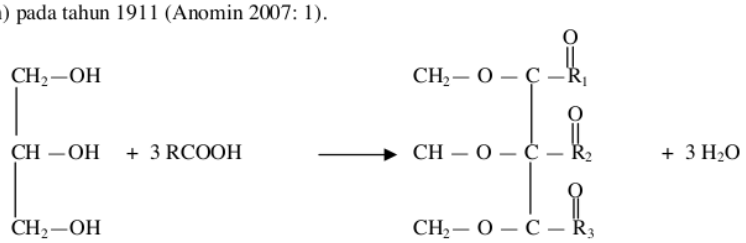
II. FUNDAMENTAL

Minyak Kelapa Sawit

Kelapa sawit adalah tanaman perkebunan/industri berupa pohon batang lurus dari famili Palmae. Tanaman tropis ini dikenal sebagai penghasil minyak sayur yang berasal dari Amerika. Brazil dipercaya sebagai tempat di mana pertama kali kelapa sawit tumbuh. Dari tempat asalnya, tanaman ini menyebar ke Afrika, Amerika Equatorial, Asia Tenggara, dan Pasifik Selatan. Benih kelapa sawit pertama kali yang ditanam di Indonesia pada tahun 1984 berasal dari Mauritius, Afrika. Perkebunan kelapa sawit pertama dibangun di Tanahitam, Hulu Sumatera Utara oleh Schadt (Jerman) pada tahun 1911 (Anomin 2007: 1).

Minyak kelapa sawit merupakan minyak nabati berwarna jingga kemerah-merahan yang diperoleh dari proses pengempaan (ekstraksi) daging buah tanaman *Elaeis guinneensis* (SNI 01-2901-2006 : 1). Minyak kelapa sawit juga merupakan lemak semi padat yang memiliki komposisi tetap. Seperti minyak nabati lainnya, minyak kelapa sawit merupakan senyawa yang tidak larut dalam air, sedangkan komponen penyusunnya yang utama adalah trigliserida dan nontrigliserida. Secara garis besar buah kelapa sawit terdiri dari serabut buah dan inti (kernel). Pada bagian serabut buah terdiri dari tiga lapis yaitu lapisan luar atau kulit buah (pericarp), lapisan sebelah dalam (mesocarp atau pulp) dan lapisan paling (endocarp). Bagian mesocarp mengandung kadar minyak rata-rata sekitar 56%, bagian inti (kernel) mengandung minyak sekitar 44%, sedangkan endocarp tidak mengandung minyak (Nurhida Pasaribu 2004 : 1-2).

Trigliserida terbentuk dari ester dari gliserol dengan tiga molekul asam lemak, dengan bentuk reaksi sebagai berikut :



Jika kandungan ketiga asam lemak dalam trigliserida yang terbentuk adalah sama (R_1=R_2=R_3), maka trigliserida tersebut merupakan trigliserida sederhana. Tetapi, jika salah satu asam lemak penyusunnya tidak sama, maka trigliserida tersebut merupakan trigliserida campuran. Sifat jenuh atau tidak jenuh dari asam lemak itu sendiri dapat dilihat dari ada tidaknya ikatan rangkap pada rantai hidrokarbon. Jika pada rantai hidrokarbonnya terdapat ikatan rangkap, maka asam lemak tersebut disebut asam lemak tidak jenuh, dan apabila tidak terdapat ikatan rangkap pada rantai hidrokarbonnya, maka disebut asam lemak jenuh.

Asam Lemak Bebas

Kadar asam lemak bebas dihitung sebagai presentase berat (b/b) dari asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak sawit mentah (CPO) dimana berat molekul asam lemak bebas tersebut dianggap sebesar 256 (sebagai asam palmitat). Mutu minyak sawit juga dipengaruhi oleh kadar asam lemak bebasnya, karena jika kadar asam lemaknya bebasnya tinggi, maka akan timbul bau tengik di samping juga dapat merusak peralatan karena mengakibatkan timbulnya korosi.

Faktor-faktor yang dapat menyebabkan naiknya kadar asam lemak bebas dalam CPO antara lain adalah :

- Kadar air dalam CPO.
- Enzim yang berfungsi sebagai katalis dalam CPO tersebut.

Pada proses pembuatan biodiesel, kandungan asam lemak bebas dalam minyak/lemak dapat bereaksi dengan katalis basa membentuk sabun.

$$\underset{\text{Asam}}{\mathbf{R\text{-}OH}} + \mathbf{KOH} \longrightarrow \underset{\text{Sabun}}{\mathbf{K\text{-}OR}} + \mathbf{H2O}$$

Hal tersebut menyebabkan kehilangan katalis dalam membentuk methyl ester dan mengurangi yield produk.

Menurut *FX.Agung Nugroho dkk*, selain trigliserida, minyak nabati biasanya mengandung sekitar 5-8% asam lemak bebas (*free fatty acid*). Asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak nabati dapat mengikat ion natrium, sehingga dapat menurunkan keaktifan natrium hidroksida sebagai katalis reaksi transesterifikasi. Oleh karena itu, untuk menghindari terjadinya deaktivasi katalis pada proses pembuatan alkil ester asam lemak, asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak nabati harus terlebih dahulu disingkirkan.

Metil Ester Asam Lemak Sebagai Komponen Biodiesel

Biodiesel adalah senyawa ester alkil dari minyak nabati dengan alkohol yang dihasilkan melalui proses transesterifikasi/esterifikasi dan mempunyai sifat fisika mendekati minyak solar/diesel. Biodiesel (*methyl ester*) terbentuk melalui reaksi antara senyawa ester (CPO) dengan senyawa alkohol (metanol) sehingga terbentuk senyawa ester baru (methyl ester).

Bahan bakar biodiesel bersifat ramah lingkungan karena menghasilkan emisi gas buang yang jauh lebih baik dibandingkan dengan diesel/solar, yaitu bebas sulfur, bilangan asap (*smoke number*) yang rendah; memiliki octane number yang lebih tinggi sehingga pembakaran lebih sempurna (*clear burning*); memiliki sifat pelumasan terhadap piston mesin; dan dapat terurai (*biodegradabe*) sehingga tidak menghasilkan racun (*non toxic*).

Pada umumnya biodiesel disintesis dari ester asam lemak dengan rantai karbon antara C6 - C22. Minyak sawit merupakan salah satu jenis minyak nabati yang mengandung asam lemak dengan rantai karbon C14 - C20, sehingga mempunyai peluang untuk dikembangkan sebagai bahan baku biodiesel.

Metil ester asam lemak memiliki rumus molekul $C_{n-1}H_{2(n-r)-1}CO–OCH_3$ dengan nilai n yang umum adalah angka genap antara 8 sampai dengan 24 dan nilai r yang umum 0, 1, 2, atau 3. Beberapa metil ester asam lemak yang dikenal adalah :

1. Metil stearat, $C_{17}H_{35}COOCH_3$ [n = 18 ; r = 0]
2. Metil palmitat, $C_{15}H_{31}COOCH_3$ [n = 16 ; r = 0]
3. Metil laurat, $C_{11}H_{23}COOCH_3$ [n = 12 ; r = 0]
4. Metil oleat, $C_{17}H_{33}COOCH_3$ [n = 18 ; r = 1]
5. Metil linoleat, $C_{17}H_{31}COOCH_3$ [n = 18 ; r = 2]
6. Metil linolenat, $C_{17}H_{29}COOCH_3$ [n = 18 ; r = 3]

Kelebihan metil ester asam lemak dibanding asam-asam lemak lainnya :

1. Ester dapat diproduksi pada suhu reaksi yang lebih rendah.
2. Gliserol yang dihasilkan dari metanolisis adalah bebas air.
3. Pemurnian metil ester lebih mudah dibanding dengan lemak lainnya karena titik didihnya lebih rendah.
4. Metil ester dapat diproses dalam peralatan karbon steel dengan biaya lebih rendah daripada asam lemak yang memerlukan peralatan stainless steel.

Metil ester asam lemak tak jenuh memiliki bilangan setana yang lebih kecil dibanding metil ester asam lemak jenuh (r = 0). Meningkatnya jumlah ikatan rangkap suatu metil ester asam lemak akan menyebabkan penurunan bilangan setana. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa untuk komponen biodiesel lebih dikehendaki metil ester asam lemak jenuh seperti yang terdapat dalam fraksi stearin minyak sawit.

Pembuatan biodiesel

Bila bahan baku yang digunakan adalah minyak mentah yang mengandung kadar asam lemak bebas (FFA) tinggi (yakni lebih dari 2% - Ramadhas dkk. (2005)), maka perlu dilakukan proses praesterifikasi untuk menurunkan kadar asam lemak bebas hingga sekitar 2%.

Reaksi Esterifikasi

Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester. Turunan asam karboksilat membentuk ester asam karboksilat. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus $-CO_2R$ dengan R dapat berupa alkil maupun aril. Esterifikasi dikatalisis asam dan bersifat dapat balik (Fessenden, 1981).

Reaksi esterifikasi mengkonversi asam lemak bebas yang terkandung di dalam trigliserida menjadi metil ester. Namun, membentuk campuran metil ester dan trigliserida. Reaksi esterifikasi menurut J. Van Gerpen, dkk (2004) ditunjukkan pada reaksi dibawah ini.

FFA + methanol → methyl ester + water

Reaksi esterifikasi berkatalis asam berjalan lebih lambat, namun metode ini lebih sesuai untuk minyak atau lemak yang memiliki kandungan asam lemak bebas relatif tinggi ((Freedman, Pryde dan Mounts, 1984) dan (Fukuda dkk., 2001)). Karena, dari bentuk reaksi di atas, FFA yang terkandung di dalam trigliserida akan bereaksi dengan methanol membentuk metil ester dan air. Jadi, semakin berkurang FFA, methanol akan berekasi dengan trigliserida membentuk metil ester. Penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Aksoy, Karahman, karaosmanoglu, dan Civelekoglu, (1998) dan Ju, (2003) menunjukkan bahwa esterifikasi berkatalis asam dapat digunakan pada bahan baku minyak bermutu rendah atau memiliki kandungan asam lemak bebas tinggi. Sehingga metode ini lebih sesuai untuk CPO *Offgrade*.

Laju reaksi esterifikasi sangat dipengaruhi oleh struktur molekul reaktan dan radikal yang terbentuk dalam senyawa antara. Data tentang laju reaksi serta mekanismenya disusun berdasarkan karakter kinetiknya, sedangkan data tentang perkembangan reaksi dinyatakan sebagai konstanta kesetimbangan.

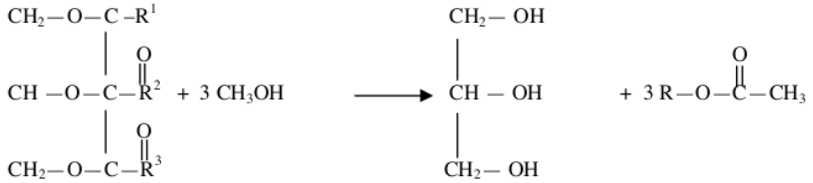
Laju esterifikaasi asam karboksilat tergantung pada halangan sterik dalam alkohol dan asam karboksilat. Kekuatan asam dari asam karboksilat hanya mempunyai pengaruh yang kecil dalam laju pembentukan ester.

Secara umum laju reaksi esterifikasi mempunyai sifat sebagai berikut:

1. Alkohol primer bereaksi paling cepat, disusul alkohol sekunder, dan paling lambat alkohol tersier.
2. Ikatan rangkap memperlambat reaksi.
3. Asam aromatik (benzoat dan p-toluat) bereaksi lambat, tetapi mempunyai batas konversi yang tinggi
4. Makin panjang rantai alkohol, cenderung mempercepat reaksi atau tidak terlalu berpengaruh terhadap laju reaksi.

Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi secara umum merupakan reaksi alkohol dengan trigliserida menghasilkan methyl ester dan gliserol dengan bantuan katalis basa. Alkohol yang umumnya digunakan adalah methanol dan ethanol. Reaksi ini cenderung lebih cepat membentuk metyl ester dari pada reaksi esterifikasi yang menggunakan katalis asam. Namun, bahan baku yang akan digunakan pada reaksi transesterifikasi harus memiliki asam lemak bebas yang kecil (< 2 %) untuk menghindari pembentukan sabun.



Trigliserida **Metanol** **Gliserol** **Metil Ester**

Penggunaan katalis basa dalam jumlah ekstra dapat menetralkan asam lemak bebas di dalam trigliserida. Sehingga, semakin banyak jumlah katalis basa yang digunakan, maka metil ester yang terbentuk akan semakin banyak.

Katalis

Katalis merupakan zat yang dapat mempercepat reaksi tanpa ikut terkonsumsi oleh keseluruhan reaksi. Pada dasarnya, katalis justru harus ikut bereaksi dengan reaktan untuk membentuk suatu zat antara yang aktif. Zat antara ini kemudian bereaksi dengan molekul reaktan yang lain menghasilkan produk. Pada akhirnya, produk kemudian terlepas dari permukaan katalis (Wahyu Hidayat dan Michael Hutagalung 2007 : 1). Untuk lebih jelasnya, lihat Contoh berikut :

Reaksi A + B -> D hendak dilakukan dengan menggunakan C sebagai katalis. Mekanisme reaksi yang terjadi ialah:

A + C	->	AC	(1)
B + AC	->	ABC	(2)
ABC	->	CD	(3)
CD	->	C + D	(4)
A + B	->	D	(total)

Reaksi antara trigliserida dan akohol dengan katalis asam pada pembuatan biodiesel kerap disebut sebagai reaksi esterifikasi. Sedangkan, jika menggunakan katalis basa, disebut sebagai reaksi transesterifikasi.

Syarat berlangsungnya suatu reaksi ialah (1) Terjadi kontak (tumbukan) dengan orientasi yang tepat, dan (2) disertai dengan energi yang cukup (melebihi energi aktivasi reaksi). Dengan adanya katalis, kedua syarat di atas dapat terkomodasi dengan baik. Katalis dapat mengantarkan reaktan melalui jalan baru yang lebih mudah untuk berubah menjadi produk. Jalan baru yang dimaksud yaitu jalan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Keberadaan katalis juga dapat meningkatkan jumlah tumbukan dengan orientasi yang tepat. Hal itu disebabkan molekul-molekul reaktan akan teradsorp pada permukaan aktif katalis sehingga kemungkinan terjadinya tumbukan antar molekul-molekul reaktan akan semakin besar. Selain itu, ketepatan orientasi tumbukan pun akan semakin meningkat.Katalis memiliki beberapa sifat-sifat tertentu, yang pertama ialah katalis tidak mengubah kesetimbangan dan katalis hanya berpengaruh pada sifat kinetik seperti mekanisme reaksi. Oleh karena itu, sebagus apa pun katalis yang digunakan, konversi yang dihasilkan tidak akan melebihi konversi kesetimbangan.

III. METODOLOGI

Pada penelitian ini, variabel yang diamati adalah komposisi methanol dan asam sulfat pada tahap esterifikasi, rasio mol antara trigliserida(minyak), dan massa KOH. Penelitian ini dilakukan dengan dua tahap, yakni tahap esterifikasi dan transesterifikasi. Mula-mula dilakukan reaksi esterifikasi pada lapisan atas CPO *offgrade* dengan 4 variasi pada variabel komposisi methanol dan asam sulfat pada suhu 50 - 58 ^{o}C selama 1 jam. Variasi komposisi methanol dan asam sulfat dalam satuan gram pada tahap esterifikasi terdiri dari 2 x 2,25 x FFA : 2 x 0,05 x FFA ; 2 x 2,25 x FFA : 2 x 2 x 0,05 x FFA ; 2 x 2 x 2,25 x FFA : 2 x 0,05 x FFA ; 2 x 2 x 2,25 x FFA : 2 x 2 x 0,05 x FFA. Lapisan atas hasil reaksi esterifikasi dari masing-masing komposisi dibandingkan satu sama lain. Komposisi yang hasilnya paling baik akan dilanjutkan ke tahap transesterifikasi. Penilaian hasil esterifikasi ditinjau dari kuantitas lapisan atas, nilai FFA, pH, dan viskositas.

Setelah didapat komposisi reaksi esterifikasi yang paling baik, dilakukan kembali reaksi esterifikasi dengan menggunakan komposisi tersebut dengan perlakuan yang sama sebanyak variasi rasio dan persentase massa KOH yang akan dilakukan pada tahap transesterifikasi, yakni 9 kali. Lapisan atas yang terbentuk hasil dari masing-masing reaksi esterifikasi tersebut dilakukan analisa FFA dan pH. Kemudian di data kuantitas lapisan atas hasil reaksi yang terbentuk dan dirata-ratakan untuk menentukan massa lapisan atas hasil reaksi esterifikasi yang akan dilanjutkan ke tahap transesterifikasi. Setelah dianalisa, seluruh sample tersebut dicampurkan ke dalam satu wadah,diaduk rata, dan di analisa kembali

Seluruh hasil reaksi esterifikasi (lapisan atas) dilanjutkan ke tahap transesterifikasi dengan mereaksikannya dengan methanol dan katalis KOH dengan variasi rasio dan massa KOH pada suhu 50 -

58 °C selama 1 jam. Rasio mol trigliserida-metanol pada tahap transesterifikasi terdiri dari 1 : 2, 1 : 4, 1 : 6 dengan masing-masing rasio divariasikan dengan variabel massa KOH. Massa KOH yang digunakan terdiri dari: 0,8 %, 1 %, dan 1,2%. Maka, jumlah run untuk tahap transesterifikasi adalah 9 kali. Untuk mendapatkan data yang akurat, masing-masing perlakuan pada tahap transesterifikasi dilakukan sebanyak 3 kali. Sehingga, jumlah run pada penelitian ini adalah 58 kali.

3.1.Perlakuan awal pada bahan baku

Bahan baku CPO *offgrade* diambil lapisan atasnya, dipanaskan di dalam oven hingga 103 °C ± 2 °C selama 3 jam untuk menghilangkan kandungan air. Setelah dipanaskan, bahan baku tersebut disaring untuk memisahkan kotoran kemudian didiamkan hingga mencapai suhu kamar.

3.2.Tahap Esterifikasi

1. Bahan baku CPO sebanyak 200 gram dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian masukkan magnetik stirer.
2. Labu leher tiga dihubungkan dengan kondensor (rangkaian refluks kondensor), kemudian dipanaskan di atas *hot plate* hingga mencapai temperatur 50 - 58 °C. Kecepatan agitasi magnetik stirer diatur agar transfer panas di dalamnya berlangsung lebih cepat.
3. Metanol dan asam sulfat dicampur dan diaduk rata ke dalam erlenmeyer dengan komposisi terlampir.
4. Setelah temperatur 50 - 58 °C dicapai, campuran asam sulfat dan metanol dicampurkan ke dalam labu leher tiga. Dengan cepat, labu leher tiga tersebut ditutup rapat dengan gabus hingga didapat kondisi reaksi batch.
5. Suhu reaksi dijaga agar konstan pada suhu 50 - 58 °C selama 1 jam, dan kecepatan agitasi magnetik stirer diatur agar transfer massa di dalamnya sempurna.
6. Setelah 1 jam, hasil reaksi di dalam labu leher tiga dimasukkan ke dalam corong pemisah. Kemudian, didiamkan selama ± 1 jam.
7. Setelah proses *settling* selesai, produk air dan metil ester dipisahkan ke dalam wadah yang berbeda.
8. Produk air dan lapisan atas yang terbentuk ditimbang di neraca analitis.
9. Hasil lapisan atas tadi dimasukkan kembali ke dalam corong pemisah untuk melakukan proses pencucian.
10. Air bersih dipanaskan hingga 55 °C di atas hotplate.
11. Setelah dipanaskan, air tersebut dimasukkan ke dalam corong pemisah sebanyak 15 ml dan kemudian didiamkan sejenak hingga terbentuk lapisan air dibagian bawah.
12. Lapisan air tersebut dikeluarkan. Pencucian ini dilakukan sebanyak 5 kali atau lebih.
13. Hasil pencucian tersebut dikeluarkan ke dalam wadah *breaker glass*, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 103 ± 2 °C selama 3 jam.
14. Setelah tiga jam, keluarkan hasil pencucian dari oven. Hasil pengeringan tersebut didinginkan hingga suhu kamar.
15. Setelah dingin, hasil pengeringan tersebut ditimbang. Kemudian, dilakukan analisa FFA dan pH.
16. Hasil lapisan atas tadi dimasukkan kembali ke dalam corong pemisah untuk melakukan proses pencucian.
17. Air bersih dipanaskan hingga 55 °C di atas hotplate.
18. Setelah dipanaskan, air tersebut dimasukkan ke dalam corong pemisah sebanyak 15 ml dan kemudian didiamkan sejenak hingga terbentuk lapisan air dibagian bawah.
19. Lapisan air tersebut dikeluarkan. Pencucian ini dilakukan sebanyak 5 kali atau lebih.
20. Hasil pencucian tersebut dikeluarkan ke dalam wadah *breaker glass*, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 103 ± 2 °C selama 3 jam.
21. Setelah tiga jam, keluarkan hasil pencucian dari oven. Hasil pengeringan tersebut didinginkan hingga suhu kamar.
22. Setelah dingin, hasil pengeringan tersebut ditimbang. Kemudian, dilakukan analisa FFA dan pH.

Tahap Transesterifikasi

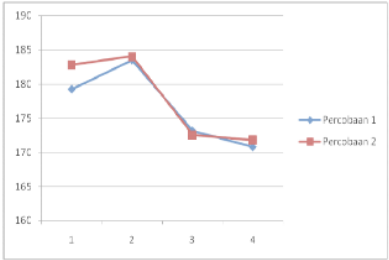
1. Hasil tahap esterifikasi (lapisan atas setelah pengeringan) dimasukkan ke dalam labu leher tiga, lalu masukkan magnetik stirer.
2. Labu leher tiga dihubungkan dengan kondensor (rangkaian refluks kondensor), kemudian dipanaskan di atas hot plate hingga mencapai temperatur 50

- 58 °C. Kecepatan agitasi magnetik stirer diatur agar transfer panas di dalamnya berlangsung lebih cepat.

3. Metanol dan KOH dicampur dan diaduk rata ke dalam erlenmeyer dengan rasio mol trigliserida-metanol 1 : 2; 1 : 4; 1 : 6, dan massa KOH 0,8 %, 1 %, dan 1,2 %.
4. Setelah temperatur 50 - 58 °C dicapai, campuran metanol dan KOH dicampurkan ke dalam labu leher tiga. Dengan cepat, labu leher tiga tersebut ditutup rapat dengan gabus hingga didapat kondisi reaksi batch.
5. Suhu reaksi dijaga agar konstan pada suhu 50 - 58 °C selama 1 jam, dan kecepatan agitasi magnetik stirer diatur agar transfer massa di dalamnya sempurna.
6. Setelah 1 jam, hasil reaksi di dalam labu leher tiga dimasukkan ke dalam corong pemisah. Kemudian, didiamkan selama ± 1 jam.
7. Setelah proses *settling* selesai, produk crude metil ester dan gliserol dipisahkan ke dalam wadah yang berbeda.
8. Crude metil ester dan gliserol yang terbentuk di timbang di neraca analitis.
9. Crude metil ester tadi dimasukkan kembali ke dalam corong pemisah untuk melakukan proses pencucian.
10. Asam klorida 37 % diencerkan hingga 0,5 N.
11. Asam klorida yang telah diencerkan di masukkan ke dalam corong pemisah sebanyak 15 ml untuk menetralkan crude metil ester.
12. Lapisan bawah (air + garam) yang terbentuk dikeluarkan. Penetralan ini dilakukan sebanyak 2 kali.
13. Aquadest dipanaskan hingga 55 °C di atas hotplate.
14. Setelah dipanaskan, aquadest tersebut dimasukkan ke dalam corong pemisah sebanyak 15 ml dan kemudian didiamkan sejenak hingga terbentuk lapisan air di bagian bawah.
15. Lapisan air tersebut dikeluarkan. Pencucian ini dilakukan hingga air hasil pencucian menjadi jernih.
16. Hasil pencucian berupa metil ester dikeluarkan ke dalam wadah *breaker glass*, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 103 ± 2 °C selama 3 jam.
17. Setelah tiga jam, keluarkan hasil pencucian dari oven. Metil ester hasil pengeringan tersebut didinginkan hingga suhu kamar.
18. Setelah dingin, metil ester ditimbang. Kemudian, dilakukan analisa FFA dan pH.

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

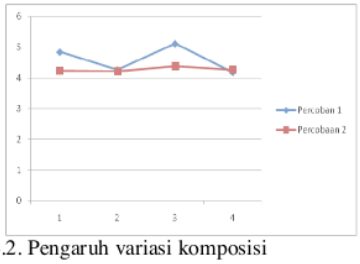
A. Pengaruh Variasi Komposisi Massa Metanol dan Katalis H_2SO_4 terhadap Kuantitas Metil Ester pada Reaksi Esterifikasi CPO *Off Grade*.



Grafik 4.1. Pengaruh variasi komposisi metanol-asam sulfat terhadap kuantitas lapisan atas pada reaksi esterifikasi 200 gr CPO *Offgrade* selama 1 jam.

Pada Grafik 4.1 dapat dilihat bahwa ada peningkatan kuantitas lapisan atas terhadap variasi komposisi metanol-asam sulfat dari komposisi sampel 1 hingga mencapai optimum pada komposisi sampel 2. Penambahan katalis asam kuat yakni asam sulfat dapat mengurangi kadar asam lemak bebas melalui protonasi oksigen karbonil asam lemak bebas dalam triliserida oleh asam sulfat. Selanjutnya, alkohol nukleofilik menyerang karbon positif, sehingga terjadi eliminasi air yang diikuti oleh penarikan H^+ oleh H_2O hingga menghasilkan ester (Fessenden, 1981). Kuantitas metil ester tertinggi terjadi pada variasi komposisi massa methanol-asam sulfat pada sampel 2, yakni 185,04 gram. Hal ini disebabkan karena esterifikasi bersifat dapat balik dan laju reaksi esterifikasi tergantung pada halangan sterik dalam alkohol dan trigliserida. Kekuatan asam dari trigliserida hanya mempunyai pengaruh yang kecil dalam laju pembentukan ester. Dengan bertambahnya halangan sterik dalam zat antara, maka laju reaksi pembentukan ester akan menurun sehingga rendemen esternya akan berkurang (Rumondang Bulan, 2004).

B. Pengaruh Variasi Komposisi Metanol dan Katalis H_2SO_4 terhadap Kadar Asam Lemak Bebas pada Lapisan Atas Hasil Reaksi Esterifikasi.

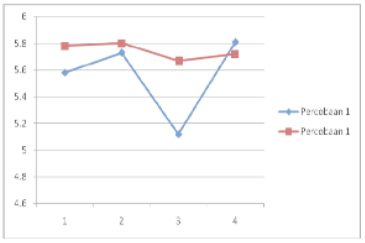


Grafik 4.2. Pengaruh variasi komposisi metanol-asam sulfat terhadap Kadar Asam Lemak Bebas pada Lapisan Atas Hasil Reaksi Esterifikasi.

Pada Grafik 4.2 dapat dilihat bahwa ada penurunan kadar asam lemak bebas terhadap variasi komposisi metanol-asam sulfat dari komposisi sampel 1 hingga sampel 2, kemudian naik kembali pada sampel 3, dan turun kembali pada sampel 4. Penambahan katalis asam dapat dengan cepat mengurangi kadar asam lemak bebas, sehingga sering disebut sebagai pra-treatment untuk bahan baku yang memiliki kadar asam lemak yang tinggi (J. Van Gerpen, dkk, 2004). Dari Grafik 4.2 dapat dilihat bahwa sampel yang jumlah katalis asam sulfatnya dikali dua memiliki kadar asam lemak bebas yang lebih rendah dari pada sampel yang jumlah katalis asam sulfatnya tidak dikali dua. Kadar asam lemak bebas terrendah dari hasil tahap esterifikasi di atas adalah pada sampel 2 yakni sebesar 4,21 %. Hal ini disebabkan karena pada tahap esterifikasi, katalis asam dapat dengan cepat mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester dan air. Sehingga jumlah katalis asam sangat mempengaruhi kadar asam lemak bebas yang bereaksi dengan methanol membentuk metil ester dan air (J. Van Gerpen, dkk, 2004).

C. Pengaruh Variasi Komposisi Metanol dan Katalis H_2SO_4 terhadap pH pada Lapisan Atas Hasil Reaksi Esterifikasi.

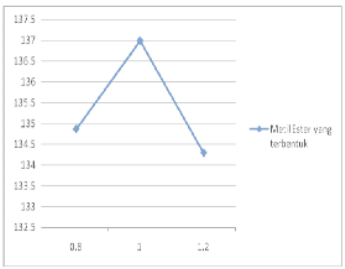
Pada Grafik di bawah ini, dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan pH lapisan atas hasil esterifikasi dari sampel 1 ke sampel 2. Kemudian pH menurun pada sampel 3, dan naik kembali pada sampel 4.



Grafik 4.3. Pengaruh variasi komposisi metanol-asam sulfat terhadap pH Lapisan Atas Hasil Reaksi Esterifikasi.

PH menjadi salah satu parameter dalam pembuatan metil ester (biodiesel) karena sangat mempengaruhi kualitas mesin jika digunakan dalam jangka waktu panjang. Namun, sebenarnya nilai pH dari suatu metil ester yang terbentuk juga sangat bergantung dari kualitas pencucian dan kadar asam lemak bebas yang masih terkandung didalamnya (Arie Rahmadi, 2004). Dari Grafik 4.3 dapat dilihat bahwa pH yang paling memiliki kecendrungan mendekati pH 7 adalah pH pada sampel 2, yakni 5.8. Dengan mengasumsi kualitas pencucian pada masing-masing sampel adalah sama, hal tersebut dapat saja terjadi karena pengaruh kadar asam lemak bebas yang terkandung di dalamnya. Sifat asam dari asam lemak bebas yang terkandung di dalam lapisan atas hasil tahap esterifikasi tersebut menimbulkan pH asam pada masing-masing sampel, yakni pH di bawah 6.

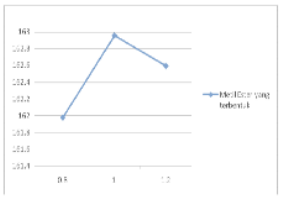
D. Pengaruh Jumlah Katalis KOH Terhadap Pembentukan Metil Ester Pada Tahap Transesterifikasi dengan Rasio 1 : 2.



Grafik 4.4. Pengaruh Jumlah Katalis KOH Terhadap Jumlah Metil Ester Yang Terbentuk pada Reaksi Transesterifikasi dengan Rasio 1 : 2.

Pada Grafik di atas, dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan jumlah metil ester yang dihasilkan pada tahap transesterifikasi dari percobaan dengan menggunakan jumlah katalis KOH sebanyak 0.8% ke percobaan dengan jumlah katalis KOH 1 %. Kemudian jumlah metil ester menurun pada percobaan dengan menggunakan katalis KOH sebanyak 1.2 %. Hal tersebut disebabkan karena saat dilakukan reaksi transesterifikasi, terjadi reaksi penyabunan. Kemungkinan, metanol yang direaksikan habis bereaksi membentuk metil ester. Namun, tidak keseluruhan trigliserida dikonversi menjadi metil ester dan gliserol. Sehingga, residu katalis KOH di dalam trigliserida menyebabkan KOH bereaksi dengan trigliserida membentuk sabun. Hal ini jelas mengurangi *yield* metil ester yang dihasilkan.

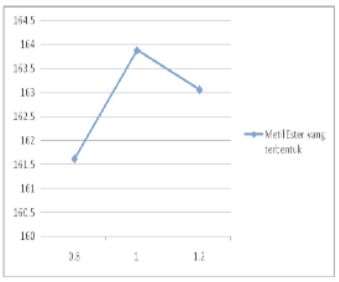
E.Pengaruh Jumlah Katalis KOH Terhadap Pembentukan Metil Ester Pada Tahap Transesterifikasi dengan Rasio 1 : 4.



Grafik 4.5.Pengaruh Jumlah Katalis KOH Terhadap Jumlah Metil Ester Yang Terbentuk pada Reaksi Transesterifikasi; Rasio 1 : 4.

Pada Grafik di atas, dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan jumlah metil ester yang dihasilkan pada tahap transesterifikasi dari percobaan dengan menggunakan jumlah katalis KOH sebanyak 0.8% ke percobaan dengan jumlah katalis KOH 1 %. Kemudian jumlah metil ester menurun pada percobaan dengan menggunakan katalis KOH sebanyak 1.2 %. Hal tersebut disebabkan karena saat dilakukan reaksi transesterifikasi, terjadi reaksi penyabunan. Kemungkinan, metanol yang direaksikan habis bereaksi membentuk metil ester. Namun, tidak keseluruhan trigliserida dikonversi menjadi metil ester dan gliserol. Sehingga, residu katalis KOH yang ada di dalam trigliserida menyebabkan KOH bereaksi dengan trigliserida membentuk sabun. Hal ini jelas mengurangi *yield* metil ester yang dihasilkan.

F.Pengaruh Jumlah Katalis KOH Terhadap Pembentukan Metil Ester Pada Tahap Transesterifikasi dengan Rasio 1 : 6.



Grafik 4.6. Kadar Asam Lemak Bebas pada masing-masing percobaan hasil tahap esterifikasi dengan menggunakan komposisi sampel 2.

Sama seperti grafik sebelumnya, dari Grafik di atas dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan jumlah metil ester yang dihasilkan pada tahap transesterifikasi dari percobaan dengan menggunakan jumlah katalis KOH sebanyak 0.8% ke percobaan dengan jumlah katalis KOH 1 %. Kemudian jumlah metil ester menurun pada percobaan dengan menggunakan katalis KOH sebanyak 1.2 %. Pada rasio 1 : 6, penyabunan masih terjadi, namun tidak sebanyak yang terjadi pada rasio 1 : 2 dan 1 : 4. Dan pada rasio ini, terbentuk lapisan metanol berlebih (*excess* methanol) pada bagian paling atas. Tebal lapisan tersebut dapat mencapai 0,3 cm dan dapat diamati dengan mudah saat proses *settling* di dalam corong pemisah. Metanol berlebih di merupakan hal yang biasa dalam proses pembuatan biodiesel. Namun, diperlukan unit tambahan untuk me-*recovery* metanol berlebih tersebut (J. Van Gerpen, dkk : 2004).

V. KESIMPULAN

1. Dengan bertambahnya jumlah asam sulfat sebagai katalis pada tahap esterifikasi, maka kandungan asam lemak bebas akan berkurang.

2. Dengan bertambahnya jumlah methanol pada tahap esterifikasi dan transesterifikasi, maka *yield* akan bertambah banyak, kemudian berkurang setelah mencapai titik optimum.
3. Dengan bertambahnya jumlah potassium hidroksida (KOH) sebagai katalis pada tahap transesterifikasi, maka *yield* akan bertambah banyak.

DAFTAR PUSTAKA

Aksoy, H.A., Kahraman, I., Karaosmanoglu, F., dan Civelekoglu, H.,1998.Evaluation of Turkish Sulphur Olive Oil as and Alternative Diesel Fuel. J. Biosci. Bioeng

Bulan, Rumondang.2002. Esterifikasi Patchouli Alkohol Hasil Isolasi dari Minyak Daun Nilam(PATCHOULI OIL). Universitas Sumatera Utara:Sumatera Utara

Fukuda, H., Kondo, A. dan Noda.H.,2001. *Biodiesel Fuel Production by Transesteification of Oils,* J. Biosci. Bioeng.*,* 405-416.

J.Am. Oil Chem. Soc. Freedman,B., Pryde, E.H.dan Mounts, T.L., 1984. *Variables Affecting theYields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils*J. Am. Oil Chem.*Soc*.1638-1643.

S Biswas, N Kaushik & G Srikanth.2002. *Biodiesel: Technology & Business Opportunities– An Insight.Department of Science & Technology: New Delhi*

Widodo, Agus.,dkk.2004.*Pengaruh asam lemak dan konsentrasi katalis asam terhadap karakteristik dan konversi biodiesel pada transesterifikasi minyak mentah dedak padi*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS):Surabaya

20. JTK-SA-20

ORIGINALITY REPORT

3%	0%	3%	0%
SIMILARITY INDEX	INTERNET SOURCES	PUBLICATIONS	STUDENT PAPERS

MATCH ALL SOURCES (ONLY SELECTED SOURCE PRINTED)

1%

★ Fitria Fitria, Ahmad Yani. "PEMBUATAN BAHAN BAKAR ALTERNATIF DARI MINYAK BIJI JARAK MENGGUNAKAN GELOMBANG MIKRO", Turbo : Jurnal Program Studi Teknik Mesin, 2018

Publication

Exclude quotes	On	Exclude matches	< 1%
Exclude bibliography	On		