

VOLUME 6

ISSUE 1

JANUARY-JUNE 2018

# Al-Kimia

The Photosensitizer from the Basic Dye Extract of the Skin Fruit of Eggplant (*Solanum melongena* L.)

**Indah Ayu Risnah, Aisyah, Jawiana Saokani, Iswadi**

Aktivitas Antioksidan Ekstrak Metanol Madu Cair dan Madu Bubuk Lokal Indonesia

**Laode Sumarlin, Ahmad Tjachja, Riana Octavia, Nur Ernita**

Pengaruh Komposisi Kitosan Terhadap Sifat Biodegradasi dan *Water Uptake* Bioplastik dari Serbuk Tongkol Jagung

**Muhammad Nur Alam, Kumalasari, Nurmalasari, Ilmiati Illing**

Produksi Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Reaktor Ultrasonik

**Aisyah, Riskayanti, Iin Novianty, Sjamsiah, Asriani Ilyas, St. Chadijah**

Formalin Analysis of Food Ingredients In Palu

**Rismawaty Sikanna, Ivone Venita Sarapun, Dwi Juli Puspitasari**

Produksi Energi Listrik Dari Limbah Kulit Pepaya (*Carica papaya*) Menggunakan Teknologi *Microbial Fuel Cells*

**Lisa Utami, Lazulva, Elvi Yenti**

Pengaruh Suhu Hidrolisis Terhadap Kadar Glukosa yang Dihasilkan dari Serat Daun Nanas

**Muhaimin**

Pemanfaatan Limbah Gergaji Kayu Mahoni (*Swietenia macrophylla* K.)

Sebagai Energi Alternatif dengan Metode Pirolisis

**Asri Saleh, Hardiyanti Nur**

Komposit Kitosan-Zeolit : Potensi Pemanfaatannya sebagai

Adsorben CO<sub>2</sub>

**Riva Ismawati, Setiyo Prajoko**

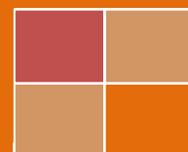
Bahan Utama Tongkat dan Tali Tukang Sihir Fir'aun Berubah Menjadi Ular adalah Senyawa Merkuri.

**Barorotul Ulfah Arofah, R. Arizal Firmansyah, Sofa Muthohar**

**Jurusan Kimia UIN Alauddin Makassar**

**p-ISSN: 2302-2736**

**e-ISSN: 2549-9335**



Volume 6, Issue 1, January-June 2018

p-ISSN: 2302-2736

e-ISSN: 2549-9335

# Al-Kimia

## EDITOR IN CHIEF

Sjamsiah

## MANAGING EDITOR

Aisyah

## REVIEWER

Sarifah Fauziah  
Muharram  
Desi harneti Putri Huspa  
Safri Ishmayana  
Ajuk Sapar  
Asri Saleh  
St .Chadijah  
Asriyani Ilyas  
Muhammad Qaddafi

## SECTION EDITOR

Rani Maharani  
Umni Zahra  
Firnanelty Rasyid  
A.Nurfitriani Abubakar  
Chusnul Khatimah  
Satriani

## PUBLISHER

Department of Chemistry  
Faculty of Science and Technology  
Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar  
Jl. H. M. Yasin Limpo No. 36 Gowa South Sulawesi Indonesia  
E-mail: al-kimia@uin-alauddin.ac.id

# Al-Kimia

## TABLE OF CONTENT

The Photosensitizer from the Basic Dye Extract of the Skin Fruit of Eggplant ( <i>Solanum melongena</i> L.) <b>Indah Ayu Risnah, Aisyah, Jawiana Saokani, Iswadi</b>	1-9
Aktivitas Antioksidan Ekstrak Metanol Madu Cair dan Madu Bubuk Lokal Indonesia <b>Laode Sumarlin, Ahmad Tjachja, Riana Octavia, Nur Ernita</b>	10-23
Pengaruh Komposisi Kitosan Terhadap Sifat Biodegradasi dan <i>Water Uptake</i> Bioplastik dari Serbuk Tongkol Jagung <b>Muhammad Nur Alam, Kumalasari, Nurmalasari, Ilmiati Illing</b>	24-33
Produksi Etil Ester dari Minyak Dedak Padi ( <i>Oryza sativa</i> ) Menggunakan Reaktor Ultrasonik <b>Aisyah, Riskayanti, Iin Novianty, Sjamsiah, Asriani Ilyas, St. Chadijah</b>	34-45
Formalin Analysis of Food Ingredients In Palu <b>Rismawaty Sikanna, Ivone Venita Sarapun, Dwi Juli Puspitasari</b>	46-51
Produksi Energi Listrik Dari Limbah Kulit Pepaya ( <i>Carica papaya</i> ) Menggunakan Teknologi <i>Microbial Fuel Cells</i> <b>Lisa Utami, Lazulva, Elvi Yenti</b>	52-62
Pengaruh Suhu Hidrolisis Terhadap Kadar Glukosa yang Dihasilkan dari Serat Daun Nanas <b>Muhaimin</b>	63-71
Pemanfaatan Limbah Gergaji Kayu Mahoni ( <i>Swietenia macrophylla</i> K.) Sebagai Energi Alternatif dengan Metode Pirolisis <b>Asri Saleh, Hardiyanti Nur</b>	70-77
Komposit Kitosan-Zeolit : Potensi Pemanfaatannya sebagai Adsorben CO <sub>2</sub> <b>Riva Ismawati, Setiyo Prajoko</b>	78-86
Bahan Utama Tongkat dan Tali Tukang Sihir Fir'aun Berubah Menjadi Ular adalah Senyawa Merkuri. <b>Barorotul Ulfah Arofah, R. Arizal Firmansyah, Sofa Muthohar</b>	87-96

## Produksi Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Reaktor Ultrasonik

Aisyah\*, Riskayanti, Iin Novianty, Sjamsiah, Asriani Ilyas, St. Chadijah

Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin Makassar

\*E-mail: [aisyah@uin-alauddin.ac.id](mailto:aisyah@uin-alauddin.ac.id)

Received: July 8, 2017/Accepted: March, 29 2018

doi: 10.24252/al-kimia.v6i1.3036

**Abstract:** Indonesia as the third largest grain producer in the world, produces large amounts of bran. High Free Fatty Acid (FFA) content in rice bran oil causes it can be converted into the fatty acid ethyl esters (biodiesel) by esterification and transesterification methods. The rice bran oil, is obtained by rice bran extraction using *n*-hexane. The process of esterification occurs by the catalysis of HCl. The transesterification process to convert triglycerides into ethyl esters (biodiesel) with the addition of KOH as a neutralizer and a catalyst. Oil and ethanol by ratio of 1:6 using 0,5% as KOH is the catalyst were reacted by utilizing 47 kHz ultrasonic wave for 45, 60 and 75 minutes. Biodiesel conversion value obtained were 49,23%; 70,55% and 52,04% respectively. Biodiesel product spectrum was analyzed using FTIR and GCMS instrument. The density, viscosity and flash point is also measured. FTIR analysis on all variations give similar data spectrum, where the ethyl ester products are characterized by typical bands at specific frequencies such as  $-C = O$ ;  $-C-C$ ;  $-C-H (sp^3)$  and  $= C-H (sp^2)$  stretch. Based on the data from GCMS spectrum, the product components are ethyl palmitate, ethyl linoleate, ethyl stearate and ethyl oleate.

**Keywords:** biodiesel, esterification, transesterification, ultrasonic, rice bran oil.

### 1. PENDAHULUAN

Kebutuhan energi terus meningkat seiring dengan pertumbuhan penduduk, pengembangan wilayah dan pembangunan dari tahun ke tahun. Kebutuhan akan pemenuhan energi disemua sektor pengguna energi secara nasional juga semakin besar. Sumber energi utama yang digunakan saat ini sebagian besar bersumber dari fosil dan sumber daya tak terbarukan, seperti minyak bumi dan batubara. Namun, tidak selamanya energi tersebut dapat mencukupi seluruh kebutuhan dalam jangka panjang. Energi alternatif merupakan salah satu solusi untuk mengatasi cadangan energi yang semakin menipis. salah satu bahan bakar alternatif adalah biodiesel yang dihasilkan dari biomassa.

Biodiesel terbuat dari minyak nabati yang berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Komoditas yang berpotensi sebagai bahan baku pembuat biodiesel antara lain kelapa sawit, kedelai, jarak pagar, minyak kelapa, alpukat dan beberapa jenis tumbuhan lainnya.

Biodiesel dapat dibuat dengan memanfaatkan limbah dedak padi. Indonesia dapat mensuplai minyak dedak padi. Selama ini sebagian besar dedak padi hanya menjadi limbah dan belum dimanfaatkan. Dedak padi mengandung 6%-22% minyak tergantung varietas dan metode

pemeraman (Purtawan, 2006). Peningkatan asam lemak bebas terjadi karena adanya enzim lipase yang aktif dalam dedak padi setelah proses penggilingan padi. Asam lemak bebas tersebut dapat dikonversi menjadi biodiesel melalui esterifikasi menggunakan alkohol (Özgül dan Türkay, 1993).

Menurut penelitian Annas Puspita Sari (2010), minyak dedak padi dan metanol pada perbandingan berat 1 : 3,65 dengan katalis asam klorida dapat dikonversi menjadi biodiesel sebesar 100 mL. Kecepatan pengadukan diatur pada skala 4 dan variabel berubahnya adalah konsentrasi katalis HCl (0,5; 1; 1,5; 2; 2,5) dan suhu reaksi (40, 50, 60)°C. Data uji yang diperoleh adalah data kinetika reaksi esterifikasi. Semakin tinggi suhu maka diperoleh harga k (konstanta reaksi) semakin naik dan semakin besar jumlah katalis yang digunakan harga k pun semakin besar. Harga k paling tinggi diperoleh pada konsentrasi HCl 2,5 dan suhu reaksi 60°C yaitu sebesar 0,018.

Rahmaniah (2007) melakukan studi kinetika transesterifikasi dengan katalis HCl pada minyak dedak padi menjadi biodiesel. Perbandingan molar minyak:metanol adalah 1:20, sedangkan katalis yang digunakan adalah HCl 5% pada suhu  $70 \pm 0,1^\circ\text{C}$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa adanya FFA sebesar 15-70% memberikan konversi sebesar 85-98% sedangkan FFA sebesar 3-10% menghasilkan konversi sebesar 25-70%. Ini menunjukkan bahwa laju esterifikasi FFA yang tinggi lebih cepat daripada laju transesterifikasi minyak dengan FFA yang rendah.

Beberapa masalah pada pembuatan biodiesel dengan metode konvensional antara lain, waktu reaksi yang terlalu lama dan penggunaan katalis berlebih. Metode konvensional membutuhkan waktu reaksi 60 menit untuk menghasilkan nilai konversi sebesar 20% sedangkan dengan metode gelombang ultrasonik dapat dihasilkan nilai konversi sebesar 90% (Putri, 2012). Hal ini dapat terjadi karena adanya efek kavitas yang dihasilkan oleh gelombang ultrasonik sehingga meningkatkan efisiensi kontak antar reaktan. Penelitian lain menunjukkan bahwa penggunaan gelombang ultrasonik dengan katalis 1% menghasilkan nilai konversi sebesar 90% sedangkan dengan metode konvensional dihasilkan konversi sebesar hanya 50% (Hikmah, 2010).

Metode gelombang ultrasonik mampu mengatasi masalah yang dihadapi pada metode konvensional. Selain itu metode ini tidak membutuhkan pemanasan dengan katalis yang banyak sehingga dapat menekan biaya produksi biodiesel (Haas, 2005). Berdasarkan latar belakang di atas, maka pada penelitian tersebut digunakan metode gelombang ultrasonik untuk mengkonversi minyak dedak padi menjadi biodiesel dengan pengaturan perbandingan minyak dan alkohol pada mol ekuivalen 1:6.

## 2. METODE PENELITIAN

### Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu spektrofotometer GC-MS Agilent GC Tipe 7890 A MS Tipe 5975, FTIR Prestige-21 Shimadzu, perangkat ultrasonik *Krisbow* 47 kHz, sentrifugator *Thermo Scientific Heraeus Labofuge* 200, rangkaian destilasi, neraca analitik, oven, soxhlet, corong pisah, buret 50 mL dan 25 mL, *viscometer Ostwald*, piknometer, pemanas air,

labu ukur 100 mL, enlenmeyer 250 mL, gelas kimia 100 mL, termometer, panci, statif dan klem, pengaduk, spatula, karung.

### **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini yaitu akuades ( $H_2O$ ), Asam asetat ( $CH_3COOH$ ), asam klorida ( $HCl$ ), dedak padi yang berasal dari Kabupaten Luwu Utara Sulawesi Selatan, indikator phenoptalein (PP), etanol ( $C_2H_5OH$ ), kain halus, kalium hidroksida (KOH), kertas lakmus merah, kertas saring, lidi, n-heksan ( $C_6H_{14}$ ), natrium sulfat ( $Na_2SO_4$ ).

### **Prosedur Kerja**

#### ***Preparasi Sampel***

Dedak padi diperam selama 3 bulan untuk meningkatkan kandungan asam lemak bebas (FFA) di dalam dedak. Sebanyak 100 gram dedak padi yang telah diperam diekstraksi dengan metode refluks menggunakan pelarut n-heksan dengan perbandingan berat dedak dan n-heksan 1:5, kemudian dipisahkan dari campuran dipanaskan hingga suhu  $68^\circ$  selama  $\pm 2$  jam. Sisa ampas dedak dipisahkan dari campuran minyak dan n-heksan menggunakan kertas saring dan diperoleh filtrat berwarna kuning kecokelatan. Penambahan karbon aktif sebesar 2 gram untuk 100 gram minyak untuk menyerap kotoran yang masih terbawa dalam minyak. Karbon aktif disaring menggunakan pompa vakum dan filtratnya dievaporasi hingga diperoleh ekstrak kental.

#### ***Penentuan Nilai Konversi Biodiesel***

##### ***Analisis Bilangan Asam***

##### **1) Standarisasi KOH**

Standarisasi KOH dilakukan dengan cara membuat larutan KOH 0,1 N di dalam labu ukur 100 mL. Selain itu, juga dibuat larutan HCl 0,1 N yang kemudian dimasukkan ke dalam buret 50 mL hingga tanda miniskus. Sebanyak 20 mL larutan KOH 0,1 N yang telah dibuat dimasukkan ke dalam Erlenmeyer kemudian ditambahkan dengan indikator PP lalu dititrasi dengan larutan HCl 0,1 N; Volume HCl yang telah digunakan saat titrasi dicatat untuk digunakan dalam perhitungan konsentrasi.

##### **2) Angka Asam**

Penentuan angka asam dilakukan untuk mengetahui seberapa banyak KOH yang dibutuhkan untuk melakukan proses netralisasi minyak. Penentuan angka asam dilakukan dengan memipet minyak dedak padi sebanyak 10 gram kemudian ditambahkan dengan etanol 95% sebanyak 25 mL lalu direfluks hingga mendidih. Hasil refluks dititrasi menggunakan KOH 0,1 N yang telah distandarisasi, terlebih dahulu ditambahkan indikator PP hingga berubah warna dari larutan tidak berwarna menjadi warna merah muda. Volume hasil titrasi dicatat untuk perhitungan angka asam minyak dedak padi.

##### ***Reaksi Esterifikasi***

Esterifikasi dilakukan untuk menurunkan angka asam dari minyak dedak padi yang sangat tinggi. Esterifikasi dilakukan dalam gelas kimia dengan cara melarutkan HCl 2,5% sebanyak

6,93374 gram dalam etanol sebanyak 276,42 gram dan minyak dedak padi sebanyak 277,3497 gram. Campuran direaksikan dengan magnetik stirrer selama 1 jam pada suhu 64°C.

#### *Netralisasi*

Proses netralisasi dilakukan untuk melepas asam lemak bebas yang masih terdapat dalam minyak dedak padi. Proses netralisasi dilakukan terhadap 100 g minyak dedak padi dengan 0,079 gram KOH dan 20 mL etanol lalu dipanaskan menggunakan magnetik stirrer selama 10 menit pada suhu 64°C. Campuran minyak, etanol dan KOH dipisahkan dalam corong pisah menggunakan n-heksan sebanyak 100 mL, dan diamkan selama 1 x 24 jam-hingga terbentuk lapisan atas dan lapisan bawah.

#### *Sintesis Biodiesel/ Reaksi Transesterifikasi*

Pembuatan biodiesel dilakukan dengan mencampurkan 27,7349 gram minyak dedak padi dalam gelas kimia dengan 1,3967 gram KOH 0,5% yang telah dilarutkan dengan 27,6420 gram etanol. Campuran direaksikan dalam alat ultrasonik dan dihentikan setelah (45, 60 dan 75 menit). Masing-masing hasil reaksi dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 1 x 24 jam. Biodiesel berada pada lapisan atas sedangkan gliserol berada pada bagian bawah.

Hasil dari pemisahan dilanjutkan pada tahap pemurnian biodiesel dengan menggunakan air panas ( $\pm 60$  °C) dan diuji menggunakan kertas lakmus. Jika dengan penambahan air belum netral, maka biodiesel ditambah dengan asam asetat dan diuji kembali menggunakan kertas lakmus merah sampai netral. Setelah itu, memasukkan biodiesel ke dalam tabung sentrifuge kemudian mengambil lapisan atas pada tabung (dekantasi) dan dipanaskan dalam penangas air ditambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  untuk menghilangkan air. Minyak disaring menggunakan kertas saring dalam tabung reaksi dan diuji dengan spektroskopi IR dan GC-MS.

#### *Analisis Komponen*

##### *Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR*

Sebelum sampel diinjeksikan, alat distandarisasi terlebih dahulu dengan cara memastikan pena atau pencatat *recorder* pada posisi 4000 nm. Panjang gelombang diatur pada posisi 4000 nm kemudian didiamkan hingga muncul lampu warna hijau pada monitor dan proses *scanning* dilakukan. Setelah proses kalibrasi selesai plat kaca untuk wadah sampel dikeluarkan dari FTIR. Sampel diteteskan diantara plat NaCl dan kemudian dimasukkan ke dalam plat kaca, selanjutnya dimasukkan ke dalam instrumen FTIR. Proses identifikasi senyawa mulai dilakukan.

##### *Identifikasi Komponen dan Konsentrasi Menggunakan GCMS*

###### 1) Preparasi Sampel

Sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan 1 mL n-heksan untuk mengekstrak biodiesel dari sampel dan alkohol. Sebanyak 3 mL larutan NaCl jenuh ditambahkan untuk menegaskan pemisahan antara ekstrak biodiesel dan alkohol, fase atas ditambahkan ke dalam botol vial lalu ditambahkan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat untuk mengikat air sehingga mencegah

adanya air didalam sampel yang diuji. Sampel uji lalu dimasukkan ke dalam botol vial kedua. Sampel siap dianalisis.

## 2) Analisis dengan GCMS

Sampel sebanyak 1 $\mu$ L diinjeksikan ke dalam *autoinjector*. Jika grafik telah terlihat datar, analisis GC dapat dihentikan dengan mengklik stop pada monitor. Puncak grafik pada kromatogram GC diidentifikasi menunjukkan komponen yang paling mirip dengan beberapa komponen lain berdasarkan bobot molekul dan pola fragmentasi serta tinggi intensitas puncaknya pada spektrum MS

### **Analisis Sifat Fisik**

#### *Penentuan Densitas*

Densitas ditentukan dengan alat piknometer.

#### *Penentuan Viskositas*

Air diisikan ke dalam viskometer melalui pipa sebelah kanan (pembukaannya lebih rendah dari tanda b) lalu viscometer dimasukkan ke dalam penangas air yang dilengkapi dengan termometer untuk mengukur suhunya (suhu air harus sama dengan suhu percobaan yaitu 40°C dengan masing-masing nilai koefisien viskositas 0,654. Zat cair ditarik melalui pipa kiri agar zat cair masuk ke dalam b hingga tanda a. Mencatat waktu yang diperlukan oleh zat cair untuk mengalir dari tanda a ke tanda b. Melakukan hal yang sama dengan mengganti air dengan sampel.

#### *Penentuan Titik Nyala*

Sampel dituang ke dalam cawan porselin yang bersih dan kering. Termometer digantung dengan ujung termometer tercelup dalam sampel namun tidak menempel dasar cawan. Pemanas dinyalakan dengan kenaikan suhu yang konstan. Uji nyala dilakukan dengan menggunakan lidi yang dibakar lalu ditaruh dipermukaan sampel. Temperatur yang ditunjukkan termometer saat terjadi nyala dicatat

## **3. HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **Preparasi Sampel**

Dedak padi diperam selama 3 bulan. Hasil pemeraman diekstrak dengan menggunakan metode refluks. Metode refluks digunakan karena metode ini merupakan proses pemanasan tanpa mengurangi volume dari pelarut yang digunakan. Sebelum dilakukan ekstraksi terlebih dahulu dilakukan proses pengeringan untuk menghilangkan kadar air dalam dedak padi sehingga kualitas minyak yang dihasilkan baik.

Minyak yang memiliki kandungan air akan menyebabkan terbentuknya asam karboksilat dan menurunkan rendeman dari biodiesel. Minyak yang dihasilkan ditambahkan dengan karbon

aktif sebesar 2% untuk mengikat pengotor dan menurunkan asam lemak bebas yang terkandung dalam minyak dedak padi.

## **Penentuan Nilai Konversi Biodiesel**

### ***Penentuan Angka Asam***

Hasil pengukuran angka asam minyak dedak padi menunjukkan jumlah KOH yang digunakan untuk melepas FFA dari minyak dedak padi adalah 0,79293 mg KOH/ g minyak. Menurut hasil penelitian Rahmaniah (2007) kandungan FFA minyak dedak padi sebesar 15-70% memberi nilai konversi minyak dedak padi menjadi biodiesel sebesar 70-90%.

### ***Reaksi Esterifikasi***

Proses esterifikasi dilakukan untuk menurunkan asam lemak bebas dalam minyak yang masih tersisa pada saat penambahan karbon aktif sebelum dilakukan proses transesterifikasi. Proses ini dilakukan dengan mereaksikan minyak dengan etanol pada perbandingan 1:6. Katalis yang digunakan pada proses ini adalah katalis asam klorida yang dapat menurunkan kandungan FFA dari minyak sebelum dilanjutkan pada tahap transesterifikasi dengan katalis basa.

### ***Netralisasi***

Proses netralisasi dilakukan untuk melepas FFA yang masih terdapat dalam minyak dedak padi. KOH yang digunakan dalam proses ini diketahui dari penentuan angka asam. Penambahan etanol 96% berfungsi untuk melarutkan minyak dalam campuran. Proses pencampuran dibantu dengan magnetik stirrer.

Hasil dari pengadukan dimasukkan ke dalam corong pisah dengan penambahan n-heksan bertujuan untuk mengikat minyak karena memiliki sifat yang sama yaitu nonpolar. Terbentuk dua fase larutan. Lapisan bawah adalah campuran KOH dan etanol yang bersifat polar dan lapisan atas merupakan campuran n-heksan dan minyak yang bersifat nonpolar. Lapisan atas diuapkan dan dipanaskan untuk menghilangkan n-heksan yang terdapat dalam campuran.

### ***Sintesis Biodiesel/ Reaksi Transesterifikasi***

Keberhasilan reaksi transesterifikasi bergantung pada kecepatan pengadukan, rasio mol alkohol dengan minyak, suhu dan katalis. Perbandingan mol minyak dan alkohol yang rendah akan mengakibatkan reaksi tidak berjalan sempurna sedangkan jika terlalu tinggi akan menyulitkan pemisahan campuran antara gliserol dan biodiesel, sedangkan katalis yang digunakan jika berlebih maka akan membentuk sabun yang menyebabkan sulit dipisahkan dengan gliserol. Sedangkan pengaruh suhu dapat diatasi dengan menggunakan alat ultrasonik (Dharsono, 2010).

Minyak dedak padi direaksikan menggunakan alat ultrasonik dengan waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit. Rasio perbandingan minyak dan alkohol yang digunakan yaitu 1 mol minyak : 6 mol etanol dengan katalis 0,5%. Perbandingan mol dan katalis yang digunakan mengacu pada penelitian Sari (2010) minyak dengan metanol dengan perbandingan (1:6). Hasil dari proses

transesterifikasi dimasukkan ke dalam corong pisah dan dikocok. Campuran didiamkan hingga terbentuk dua fase, fase bawah merupakan gliserol dan fase atas merupakan etil ester. Fase bawah dikeluarkan, sedangkan fase atas ditambahkan aquades untuk melepas sisa KOH. Pengujian dilanjutkan dengan menggunakan kertas lakmus merah, hasil yang diperoleh netral apabila lakmus merah tidak berubah warna. Hasil dari pencucian dilanjutkan pada tahap sentrifugasi untuk memisahkan antara biodiesel dan air dari proses pencucian.

Hasil yang diperoleh dilanjutkan dengan mengukur konversi biodiesel. Konversi biodiesel yang diperoleh untuk waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Nilai Konversi Minyak Dedak Padi menjadi Ester Asam lemak dari Beberapa Variasi Waktu.

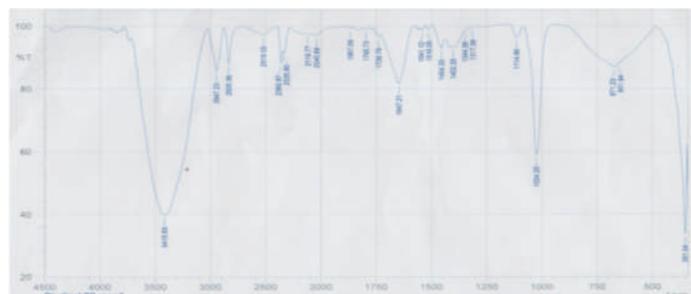
No.	Waktu Reaksi (menit)	Berat Etil Ester (g)	Nilai Konversi (%)
1	45	14,4319	49,23
2	60	19,5659	70,55
3	75	13,6539	52,04

Berdasarkan sintesis biodiesel yang telah dilakukan dan diperoleh hasil yang terlihat pada Tabel 1, maka diperoleh nilai konversi biodiesel dengan 3 variasi waktu 45, 60 dan 75 menit masing-masing nilai konversinya yaitu 49,23%, 70,55% dan 52,04%. Nilai konversi yang paling besar yaitu pada waktu reaksi 60 menit. Hasil yang diperoleh sesuai dengan hasil penelitian Sri Kembaryani Putri (2012) dimana waktu yang baik untuk melakukan reaksi yaitu 60 menit. Jika waktu reaksi terlalu lama maka volume ester yang dihasilkan berkurang karena etil ester yang terbentuk dapat bereaksi kembali dengan gliserol.

## Analisis Komponen

### Identifikasi Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk membuktikan bahwa telah terjadi proses transesterifikasi. Data spektrum yang dihasilkan pada masing-masing variasi reaksi (45, 60 dan 75 menit) menunjukkan gugus khas ester. Berikut ini adalah hasil identifikasi FTIR dengan lama pengadukan 60 menit.



**Gambar 1.** Spektrum FTIR Biodiesel 60 Menit.

Pita-pita serapan khas dari asam lemak rantai panjang diantaranya vibrasi regang C-O pada daerah frekuensi  $1114,86\text{ cm}^{-1}$ ; pita serapan regang C-H  $sp^3$  alkana pada frekuensi  $2835,36\text{ cm}^{-1}$  dan  $2947,23\text{ cm}^{-1}$  dan pita serapan regang O-H  $sp^3$  pada frekuensi  $3415,93\text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan regang C=O terdeteksi pada frekuensi  $1739,79\text{ cm}^{-1}$  yang jelas terlihat pada daerah pertengahan spektrum dan pita serapan C=C (olefin) pada gelombang  $1647,21\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan bahwa komponen biodiesel mengandung ikatan rangkap. Secara keseluruhan dapat disimpulkan bahwa gugus fungsi dari hasil analisis FTIR diantaranya gugus metil/etil, olefin, gugus ester dan gugus karbonil.

### Identifikasi Komponen dan konsentrasi Menggunakan GCMS

Selain identifikasi menggunakan FTIR, analisis biodiesel dilanjutkan menggunakan alat GC-MS yang berfungsi untuk mengetahui komponen asam lemak dan kadar asam lemak dalam biodiesel minyak dedak padi. Komponen dan konsentrasi yang terdapat dalam biodiesel dapat dilihat pada Tabel 2 di bawah ini:

**Tabel 2.** Nilai Waktu Retensi dan Luas Puncak Tiap Komponen Biodiesel Variasi Waktu 45, 60 dan 75 menit.

No.	Waktu Reaksi (Menit)	Puncak	Waktu Retensi (Menit)	Konsentrasi (%)
1	45	1	19,72	18,41%
		2	20,70	2,14%
		3	21,33	23,67%
		4	21,38	50,23%
2	60	1	19,71	9,80%
		2	20,04	6,88%
		3	21,33	29,99%
		4	21,38	41,48%
3	75	1	19,71	3,69%
		2	20,06	24,89%
		3	21,69	20,54%
		4	21,73	30,10%

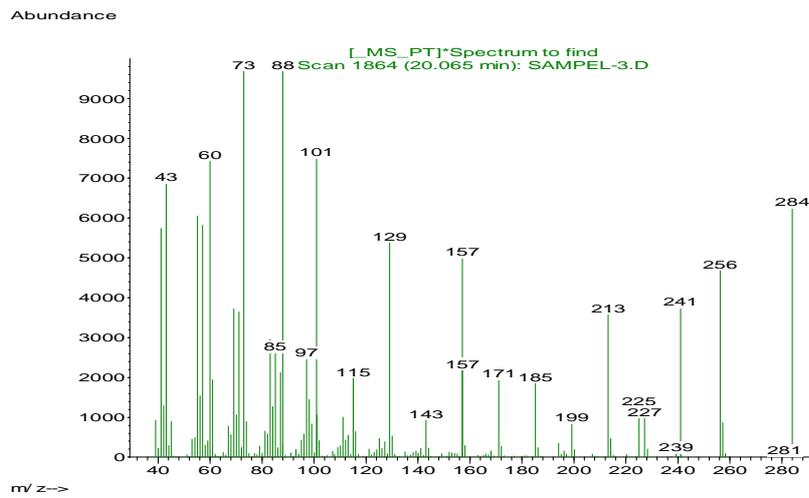
Komponen-komponen dari hasil biodiesel yang diperoleh dapat diidentifikasi dengan melihat berat molekul dari pola fragmentasi. Pola fragmentasi yang menunjukkan beberapa kandungan etil ester dapat dilihat pada Tabel 3 di bawah ini:

**Tabel 3.** Pola Fragmentasi Komponen Biodiesel Hasil Analisis GC-MS.

No.	Senyawa Teridentifikasi dan Struktur	Pola Fragmentasi
1	Etil Palmitat ( $C_{18}H_{36}O_2$ )	284, 255, 241, 157, 101, 88
2	Etil Linoleat ( $C_{20}H_{36}O_2$ )	308, 264, 220, 178, 150, 81
3	Etil Oleat ( $C_{20}H_{38}O_2$ )	310, 264, 222, 180, 111, 88, 83
4	Etil Stearat ( $C_{20}H_{40}O_2$ )	312, 264, 227, 185, 157, 129, 88,

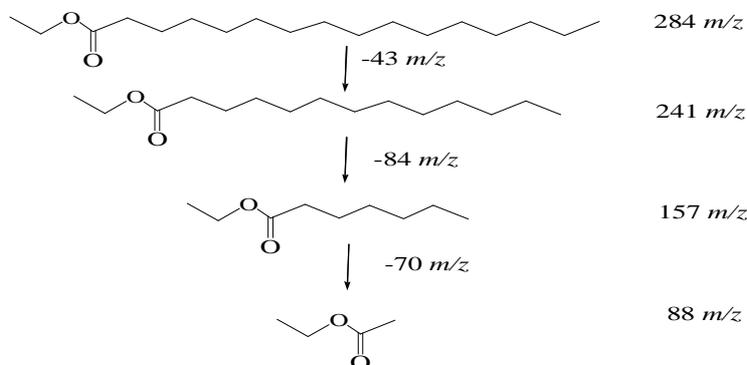
Berdasarkan hasil analisis yang diperoleh pada semua waktu reaksi secara umum menunjukkan bahwa senyawa utama dari biodiesel adalah etil palmitat ( $m/z= 284$ ), etil linoleat ( $m/z= 308$ ), etil oleat ( $m/z= 310$ ), etil stearat ( $m/z= 312$ ). Hal ini sesuai dengan komposisi biodiesel minyak dedak padi yang dibuat oleh Rahmaniah (2007).

Berdasarkan fragmen-fragmennya Salah satu senyawa hasil dari GCMS dari sampel biodiesel minyak dedak padi ini adalah etil palmitat. Etil palmitat merupakan senyawa yang memiliki massa 284 dari hasil identifikasi GCMS. Berikut ini fragmen hasil GCMS dari etil palmitat.



**Gambar 2.** Fragmentasi Etil Palmitat Hasil Identifikasi GCMS.

Hasil fragmentasi komponen yang dianalisis merupakan senyawa yang memiliki rumus molekul  $C_{18}H_{36}O_2$ . Pola fragmentasi dengan puncak ion molekul  $m/z$  284 menunjukkan bahwa komponen tersebut adalah etil palmitat. Ion molekul tersebut mengalami penguraian dengan lepasnya molekul  $C_3H_7$  sehingga menghasilkan puncak pada  $m/z$  241 yang memiliki selisih sebesar 43. Kemudian melepas  $C_6H_{12}$  hingga menghasilkan puncak pada  $m/z$  157 merupakan puncak ion molekul M-84. Selanjutnya melepas  $C_5H_{11}$  yang menghasilkan  $m/z$  88. Fragmentasi ion molekul, dapat dilihat pada Gambar 3 struktur di bawah ini:



**Gambar 3.** Hasil Pelepasan Ion Molekul Etil Palmitat

### Analisis Sifat Fisik

Biodiesel hasil transesterifikasi selanjutnya dianalisis untuk mengetahui sifat dari biodiesel tersebut. Hasil analisis kemudian dibandingkan dengan standar yang sudah ditetapkan baik SNI atau ASTM. Analisis yang dilakukan meliputi densitas, viskositas dan titik nyala.

#### Penentuan Densitas

Uji karakteristik yang lain yang dapat dilakukan diantaranya uji densitas, uji viskositas dan uji titik nyala. Hasil uji densitas dapat dilihat pada Tabel 4 di bawah ini:

**Tabel 4.** Uji Densitas Biodiesel.

Jenis zat cair	Waktu reaksi (menit)	Densitas	Densitas Standar SNI
Biodiesel Minyak Dedak padi	45	0,850 g/cm <sup>3</sup>	0,850-0,890 g/cm <sup>3</sup>
	60	0,843 g/cm <sup>3</sup>	
	75	0,858 g/cm <sup>3</sup>	

Biodiesel memiliki nilai densitas yang lebih tinggi dari bahan bakar fosil. Massa jenis biodiesel dari minyak dedak padi hasil analisis pada waktu reaksi 45 menit 0,850 g/cm<sup>3</sup>, waktu reaksi 60 menit 0,843 g/cm<sup>3</sup> dan waktu reaksi 75 menit sebesar 0,858 g/cm<sup>3</sup>. Hasil penelitian Mardiah, dkk., (2006) yang memperoleh nilai densitas biodiesel dari minyak dedak padi sebesar 0,89 g/cm<sup>3</sup>. Nilai ini memenuhi SNI yaitu 850-890 kg/ m<sup>3</sup>. Perbedaan densitas dipengaruhi oleh komposisi asam lemak dan kemurnian bahan baku. Densitas akan meningkat seiring dengan penurunan panjang rantai karbon dan peningkatan jumlah ikatan rangkap pada asam lemak. Semakin tidak jenuh minyak yang digunakan maka densitas akan semakin tinggi.

#### Penentuan Viskositas

Hasil uji viskositas dapat dilihat pada Tabel 5 di bawah ini:

**Tabel 5.** Uji Viskositas Biodiesel.

Jenis zat cair	Waktu reaksi (menit)	Suhu (°C)	Waktu (sekon)	Viskositas	Viskositas Standar SNI
Akuades/ Biodiesel	45	40	1,06	1,9 p	1,9-6,0 p
	60		1,03	1,97 p	
	75		1,06	1,9 p	

Viskositas biodiesel dari minyak dedak padi hasil analisis pada suhu 40°C dan pada waktu reaksi masing-masing 45 menit, 60 menit dan 75 menit adalah 1,9 ; 1,97 dan 1,9 p. Hasil yang diperoleh sesuai dengan hasil dari uji SNI yaitu 1,9 – 6,0 pada suhu 40°C.

*Penentuan Titik Nyala*

Hasil uji titik nyala dapat dilihat pada Table 6 di bawah ini:

**Tabel 6.** Uji Titik Nyala Biodiesel.

Jenis zat cair	Waktu reaksi (menit)	Suhu Nyala (°C)	Titik Nyala Standar SNI
Biodiesel	45	168	100 °C (titik nyala minimum)
	60	146	
	75	150	

Titik nyala adalah suhu terendah ketika campuran bahan bakar dan udara dapat terbakar. Nilai uji titik nyala metode ASTM D 93 memiliki batas nilai titik nyala minimum 100°C, dimana dalam penelitian ini titik nyala dari biodiesel yang dihasilkan pada waktu reaksi 45 menit adalah 168°C, waktu reaksi 60 menit sebesar 146°C dan waktu reaksi 75 menit sebesar 150°C. Tingginya titik nyala produk yang dihasilkan juga menandakan bahwa etanol sisa reaksi yang tertinggal hanya sedikit, etanol dalam jumlah yang cukup banyak dalam biodiesel akan menurunkan titik nyala. Titik nyala dari produk yang didapatkan sudah memenuhi standar dari biodiesel yaitu minimal 100°C.

#### 4. PENUTUP

##### Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa nilai konversi produk biodiesel untuk variasi waktu 45, 60 dan 75 menit ialah 49,23%; 70,55% dan 52,04%. Berdasarkan fragmentasi GCMS komponen-komponen yang diperoleh dari produk biodiesel ialah etil palmitat, etil linoleat, etil oleat dan etil stearat. Konsentrasi dari masing-masing komponen untuk variasi waktu 45, 60 dan 75 menit kadar komponen etil palmitat berturut-turut 13,83%, 13,99% dan 13,91%. Kadar komponen etil linoleat sebesar 23,70%, 18,56% dan 17,10%. Kadar komponen etil oleat sebesar 43,86%, 44,30% dan 42,69% sedangkan kadar komponen etil stearat sebesar 17,53%, 15,24% dan 15,10%.

Densitas yang diperoleh dari produk biodiesel untuk waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit ialah 0,850; 0,843 dan 0,858 g/cm<sup>3</sup> dan viskositas produk biodiesel untuk waktu reaksi 45, 60 dan 75 menit ialah 1,9 ; 1,97 dan 1,9 p. sedangkan titik nyala untuk waktu reaksi 45 menit sebesar 168°C, waktu reaksi 60 menit sebesar 146°C dan waktu reaksi 75 menit sebesar 150°C.

#### DAFTAR PUSTAKA

Dharsono, Wulandari dan Y. Saptiana Oktari, (2010) Proses Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Metanol dengan Esterifikasi In Situ, *Skripsi*, Semarang. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro. Retrieved from: <http://eprints.undip.ac.id/13067/>

- Haas, Michael 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.
- Hikmah, Mharani Nurul dan Zuliyana, (2010). Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Asterifikasi dan Transesterifikasi, *Skripsi*, Semarang. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro. Retrieved from: [http://eprints.undip.ac.id/13465/1/ARTIKEL\\_ILMIAH.pdf](http://eprints.undip.ac.id/13465/1/ARTIKEL_ILMIAH.pdf)
- Mardiah, Widodo, A., Trisningwati, E., & Purijatmiko A. 2006, Pengaruh Asam lemak dan Konsentrasi Katalis Asam Terhadap karakteristik dan Konversi Biodiesel pada Transesterifikasi Minyak Mentah Dedak Padi, *Jurnal Kimia*, 1(1), 1-10.
- Özgül, S., Türkay, S. (1993). In Situ Esterification of Rice Bran Oil with Methanol and Ethanol, *Journal American Oil and Chemical Society*, 70(2), 145-147.
- Putri, S.K., Supranto & Sudiyo R. (2012) Studi Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa (*Coconut Oil*) dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik, *Jurnal Rekayasa Proses*, 6(1), 20-25.
- Rahmaniah, Orchidea, 2007, The effect of Substrate Types to FAME Conversion on Acid-Catalyzed Transesterification of Crude Rice Bran Oil” *IPTEK, The Journal for Technology and Science*, 18(3), 71-77.
- Sari, Annas Puspita., 2010, Kinetika Reaksi Esterifikasi pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Dedak padi, *Skripsi* , Semarang. Universitas Diponegoro. Retrieved from: <http://eprints.undip.ac.id/3488/>