

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL PENGOLAHAN LIMBAH
INDUSTRI PENGALENGAN IKAN DENGAN KATALIS KOH/ZEOLIT
ALAM MENGGUNAKAN VARIASI JUMLAH METANOL**

SKRIPSI

Oleh :
DAMAYANTI ELYANA
NIM. 12630011



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL PENGOLAHAN LIMBAH
INDUSTRI PENGALENGAN IKAN DENGAN KATALIS KOH/ZEOLIT
ALAM MENGGUNAKAN VARIASI JUMLAH METANOL**

SKRIPSI

Oleh :
DAMAYANTI ELYANA
NIM. 12630011

Diajukan Kepada :
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL PENGOLAHAN LIMBAH
INDUSTRI PENGALENGAN IKAN DENGAN KATALIS KOH/ZEOLIT
ALAM MENGGUNAKAN VARIASI JUMLAH METANOL**

SKRIPSI

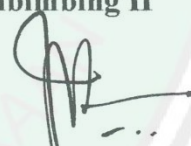
Oleh :
DAMAYANTI ELYANA
NIM. 12630011

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 25 Oktober 2016

Pembimbing I


Rachmawati Ningsih, M. Si
NIP. 19810811 200801 2 010

Pembimbing II


Umayyatus Syarifah, M. A
NIP. 19820925 200901 2 005

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**

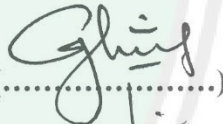




Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL PENGOLAHAN LIMBAH
INDUSTRI PENGALENGAN IKAN DENGAN KATALIS KOH/ZEOLIT
ALAM MENGGUNAKAN VARIASI JUMLAH METANOL**

SKRIPSI

Oleh :
DAMAYANTI ELYANA
NIM. 12630011

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 25 Oktober 2016

Penguji Utama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	 (.....)
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M. Si NIPT. 20130902 2 317	 (.....)
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	 (.....)
Anggota Penguji	: Umayatus Syarifah, M.A NIP. 19820925 200901 2 005	 (.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Damayanti Elyana
NIM : 12630011
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : Transesterifikasi Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri
Pengalengan Ikan Dengan Katalis KOH/Zeolit Alam
Menggunakan Variasi Jumlah Metanol

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka. Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang 25 Oktober 2016
Yang membuat pernyataan,



Damayanti Elyana
NIM. 12630011

MOTTO

إِنَّ اللَّهَ لَا يُغَيِّرُ مَا بِقَوْمٍ حَتَّىٰ يُغَيِّرُوا مَا بِأَنْفُسِهِمْ

“Sesungguhnya Allah SWT tidak merubah keadaan suatu kaum sehingga mereka merubah keadaan yang ada pada diri mereka sendiri”

مَنْ جَدَّ وَجَدَّ

**“Barangsiapa yang bersungguh-sungguh maka dia akan berhasil,
InsyaAllah”**

HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan Rahmat Allah SWT yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyayang dan atas dukungan serta do'a dari orang-orang tercinta, akhirnya skripsi ini dapat terselesaikan, untuk itu dengan rasa bangga dan bahagia saya khaturkan rasa syukur dan terimakasih kepada.. Allah SWT, karena hanya atas ijin dan karuniaNya maka skripsi ini dapat terselesaikan..

Bapak dan Ibu saya, yang telah memberikan dukungan moril maupun materi serta doa yang tiada henti..

Bapak dan Ibu Dosen pembimbing, penguji serta pengajar yang selama ini telah tulus dan ikhlas meluangkan waktunya untuk menuntun dan mengarahkan saya..

Saudara saya (Kakak dan Adik) yang senantiasa memberikan dukungan, semangat, senyum dan do'anya untuk keberhasilan ini..

Sahabat dan teman-teman "ARSITEK MOLEKUL (A)" dan teman angkatan 2012 terimakasih untuk dukungan dan bantuan kalian...

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah dengan rasa syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang, yang mana dengan limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan semaksimal mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga dari apa yang kami upayakan ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang karena ajaran beliau kita dapat menuju jalan yang lurus, jalan yang diridhoi dan bukan jalan orang sesat yang dimurkai. Semoga Allah melimpahkan kepada beliau, rahmat yang sesuai dengan keutamaan sebagai pahala atas amal perbuatan beliau, serta kepada semua keluarga, sahabat, para pengikut dan juga pecintanya yang senantiasa meneruskan perjuangan sampai saat ini hingga akhir zaman.

Penyusunan skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini tidak lepas dari bimbingan, nasehat, petunjuk serta bantuan dari semua pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada :

1. Bapak dan Ibu tercinta sebagai orang tua serta saudara-saudara yang selalu memberi motivasi kepada kami. Perjuangan dan keikhlasan kalian membuat kami malu untuk tidak berprestasi dan berkarya.
2. Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Hj. Bayyinatul M, drh, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing penelitian yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam penulisan skripsi ini.

6. Susi Nurul Khalifah, M. Si selaku konsultan dalam penulisan skripsi ini.
7. Umaiatus Syarifah, M.A selaku pembimbing agama dalam penulisan skripsi ini.
8. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
9. Teman-teman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis yang telah memberikan motivasi dalam penulisan skripsi ini.
10. Kepada semua pihak yang secara langsung maupun tidak langsung telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama penulisan skripsi ini sampai dengan selesai disusun, yang tidak bisa kami sebutkan satu persatu.

Teriring do'a dan harapan semoga apa yang telah mereka berikan kepada penulis, mendapatkan balasan yang lebih baik dari Allah SWT. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua dan dapat digunakan sebagai syarat untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Kimia ini. Amin.

Malang, 25 Oktober 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
----------------------------	----------

HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	5
1.3. Tujuan Penelitian	5
1.4. Batasan Masalah	6
1.5. Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan	7
2.1.1 Karakteristik Minyak	8
2.1.2 Kandungan Asam Lemak pada Minyak	9
2.2 Biodiesel	9
2.3 Zeolit Alam	10
2.3.1 Zeolit Alam Malang	11
2.3.2 Aktivasi Zeolit Alam	11
2.3.3 Karakterisasi Zeolit Menggunakan X-RD	13
2.4 Pembentukan Metil Ester melalui Reaksi Transesterifikasi	14
2.5 Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH/zeolit alam	18
2.6 Analisis Metil Ester	19
2.6.1 Kromatografi Gas Spektroskopi	19
2.6.2 Kadar Air	22
2.6.3 Kadar Asam Lemak Bebas	23
2.6.4 Uji Bilangan Iod	23
2.6.5 Massa Jenis	23
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan	24
3.2.1 Alat	24
3.2.2 Bahan	24
3.3 Tahapan Penelitian	25
3.4 Rancangan Percobaan	25
3.5 Prosedur Kerja	25
3.5.1 Analisis Minyak Hasil Samping Industri	25
3.5.1.1 Analisis Kadar Air	25
3.5.1.2 Analisis Asam Lemak Bebas	26

3.5.1.3 Analisis Bilangan Penyabunan	26
3.5.1.4 Analisis Penentuan Densitas	27
3.5.2 Preparasi Zeolit Alam.....	27
3.5.3 Aktivasi Zeolit Alam.....	28
3.5.4 Karakterisasi Zeolit Menggunakan X-RD.....	28
3.5.5 Pembentukan Metil Ester Melalui Reaksi Transesterifikasi	28
3.5.6 Analisis Metil Ester.....	29
3.5.6.1 Analisis dengan GC-MS.....	29
3.5.6.2 Analisis Asam Lemak Bebas.....	29
3.5.6.3 Analisis Penentuan Densitas	30
3.5.6.4 Analisis Kadar Air.....	30
3.5.6.5 Analisis Angka Iodin.....	31
3.6 Analisis Data.....	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Analisis Minyak Hasil Pengolahan Limbah Pengalengan Ikan	33
4.1.1 Analisis Kadar Air.....	33
4.1.2 Asam Lemak Bebas.....	34
4.1.3 Bilangan Penyabunan.....	34
4.1.4 Massa Jenis	35
4.2 Preparasi Zeolit alam.....	36
4.3 Aktivasi Zeolit Alam	36
4.4 Karakterisasi KOH/Zeolit Alam.....	38
4.5 Reaksi Transesterifikasi Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri	39
4.6 Analisis Biodiesel	43
4.6.1 Analisis Kadar Air.....	44
4.6.2 Analisis Asam Lemak Bebas.....	44
4.6.3 Analisis Densitas	45
4.6.4 Uji Bilangan Iod	45
4.6.5 Analisis KGMS.....	47
4.7 Pemanfaatan Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan dalam Perspektif Islam	57
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	61
5.2 Saran.....	61
DAFTAR PUSTAKA	62
LAMPIRAN	67

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Dasar Zeolit	11
Gambar 2.2 Difraktogram Zeolit Alam Malang	14
Gambar 2.3 Reaksi Transesterifikasi	15
Gambar 2.4 Mekanisme Reaksi Transesterifikasi.....	18
Gambar 2.5 Kromatogram KGMS Minyak Ikan	20
Gambar 2.6 Spektra Massa Senyawa Metil Oleat.....	21
Gambar 2.7 Mekanisme Fragmentasi Metil Oleat	22
Gambar 4.1 Pergantian Kation	36
Gambar 4.2 Impregnasi KOH pada Zeolit Alam	37
Gambar 4.3 Pola XRD Zeolit Alam dan KOH/Zeolit Alam.....	38
Gambar 4.4 Pembentukan Ion Metoksida.....	40
Gambar 2.5 Pembentukan Zat Antara Tetrahedral	41
Gambar 2.6 Pembentukan Metil Ester	41
Gambar 2.7 Pembentukan Digliserida	42
Gambar 2.8 Pembentukan Senyawa Digliserida dan Ion metoksida	42
Gambar 4.9 Reaksi Analisis Angka Iod	46
Gambar 4.10 Kromatogram Senyawa Metil Ester	47
Gambar 4.11 Spektra MS Rt=21,920	48
Gambar 4.12 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Miristat.....	48
Gambar 4.13 Spektra MS Rt=23,839	49
Gambar 4.14 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Palmitoleat	49
Gambar 4.15 Spektra MS Rt=24,050	50
Gambar 4.16 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Palmitat	50
Gambar 4.17 Spektra MS Rt=25,673	51
Gambar 4.18 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Linoleat	51
Gambar 4.19 Spektra MS Rt=25,729	52
Gambar 4.20 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Oleat	52
Gambar 4.21 Spektra MS Rt=25,951	53
Gambar 4.22 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Stearat	53
Gambar 4.23 Spektra MS Rt=27,214	54
Gambar 4.24 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Eikosapentanoat	54
Gambar 4.25 Spektra MS Rt=28,725	55
Gambar 4.26 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Dokosaheksanoat ..	55

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Standar Nasional Biodiesel	10
Tabel 4.1 Hasil Analisis Kualitas Minyak	34
Tabel 4.2 Puncak 2 θ XRD Zeolit Alam dan KOH/Zeolit alam	39
Tabel 4.3 Rendemen Metil Ester.....	43
Tabel 4.4 Hasil Analisis Kadar Air.....	44
Tabel 4.5 Analisis Asam Lemak Bebas	44
Tabel 4.6 Analisis Densitas.....	45
Tabel 4.7 Analisis Bilangan Iod.....	46
Tabel 4.8 Senyawa Metil ester Hasil Analisis KGMS	49



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Kerja Penelitian	67
Lampiran 2 Diagram Kerja	68
Lampiran 3 Pembuatan Larutan	73
Lampiran 4 Perhitungan	75
Lampiran 5 Difraktogram XRD	81
Lampiran 6 Kromatogram KGMS	82
Lampiran 7 Dokumentasi	95



ABSTRAK

Elyana, D. 2016. Transesterifikasi Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan dengan Katalis KOH/Zeolit Alam menggunakan Variasi Jumlah Metanol. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Rachmawati Ningsih, M. Si. Pembimbing II : Umayyatus Syarifah, M.A. Konsultan : Susi Nurul Kholifah, M.Si.

Kata Kunci: Transesterifikasi, KOH/Zeolit alam, Metil ester, KGMS

Biodiesel merupakan sumber energi terbarukan yang tersusun dari senyawa metil ester dengan atom karbon C-12 sampai C-22. Metil ester dapat dikonversi dari senyawa trigliserida yang berasal dari minyak hewani, salah satunya minyak yang diperoleh dari limbah hasil pengolahan industri pengalengan ikan. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan transesterifikasi dengan katalis KOH/Zeolit alam menggunakan variasi jumlah metanol.

Reaksi transesterifikasi dilakukan menggunakan katalis heterogen berupa zeolit alam yang telah diaktivasi dengan KOH 20 %. Proses transesterifikasi dilakukan di dalam *refluks* selama 3 jam dengan suhu 60 °C . Pada reaksi ini dilakukan variasi terhadap jumlah metanol yang ditambahkan (1:9, 1:12, dan 1:15). Selanjutnya produk dari reaksi akan dilakukan diuji kualitasnya dengan analisis densitas, kadar air, asam lemak bebas, analisis bilangan iod, serta identifikasi kandungan senyawa metil ester dengan KGMS.

Hasil penelitian menunjukkan rendemen terbesar didapat pada perbandingan 1:9 sebesar 91 %, untuk perbandingan 1:12 sebesar 87,4 % dan pada perbandingan 1:15 sebesar 86,6 %. Metil ester yang dihasilkan diuji kualitasnya meliputi uji kadar air pada 1:9, 1:12, dan 1:15 sebesar 3,49 %, 6,27 %, dan 4,65 %, untuk uji asam lemak bebas diperoleh 0,047 mg-KOH/g, 0,053 mg-KOH/g, dan 0,048 mg-KOH/g, untuk uji densitas sebesar 0,881 g/mL, 0,871 g/mL, dan 0,876 g/mL, serta uji angka iod sebesar 113,30 g/100 g, 126,14 g/ 100 g, dan 119,25 g/100 g. Identifikasi menggunakan KGMS diperoleh senyawa metil miristat, metil palmitoleat, metil palmitat, metil linoleat, metil oleat, metil stearat, metil eikso-pentaenoat, dan metil dokosaheksanoat.

ABSTRAK

Elyana, D. 2016. Transesterification of Oil Waste Processing Fish Canning Industry with Catalyst KOH/Nature Zeolite use Variation Number of Methanol . Skripsi. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology, State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I : Rachmawati Ningsih, M. Si. Supervisor II : Umaiatus Syarifah, M. A. Consultant : Susi Nurul Kholifah, M. Si.

Keywords: *Transesterification, KOH/Nature zeolite, Methyl ester, GCMS*

Biodiesel is a renewable energy source that is composed of methyl ester with carbon atom C6 to C22. Methyl ester can be converted from triglycerides from animal oil such as derived oil from the processing of waste fish canning industry. The study is to conduct transesterification with catalyst KOH/Nature zeolite using variation number of methanol.

Transesterification reaction is carried out using heterogeneous catalyst in the form of nature zeolite that has activated with 20 % KOH. Process of transesterification performed in reflux for 3 hours with a temperature of 60 °C. Reaction has been performed on variation number of methanol which added (1:9, 1:12, and 1:15). Furthermore, the product of reaction will be quality tested by analysis of density, water content, free fatty acid, and iodine value.

Results of transesterification showed the largest yield obtained in a ratio of 1:9 amount to 91 %, for a ratio 1:12 to 87,4 % and ratio 1:15 of 86,6 %. The result methyl ester quality test of water content on 1: 9, 1:12, and 1:15 3.49%, 6.27% and 4.65%, for the test of free fatty acids obtained 0.047 mg-KOH / g, 0.053 mg-KOH / g, and 0,048 mg-KOH / g, to test the density of 0.881 g / mL, 0.871 g / mL, and 0.876 g / mL, and test iodine number of 113.30 g / 100 g, 126.14 g / 100 g, and 119,25 g / 100 g. Product from transesterification reaction be identified using GCMS and obtained eight methyl myristate, methyl palmitoleic, methyl palmitate, methyl linoleate, methyl oleate, methyl stearate, methyl eiksapentaenoat, and methyl dokosaheksaenoat.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak bumi merupakan sumber energi yang tidak dapat diperbaharui, semakin banyak kebutuhan energi maka ketersediaan minyak bumi akan berkurang. Energi alternatif banyak dikembangkan untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya yaitu pembuatan biodiesel. Biodiesel merupakan bahan bakar terbarukan yang dapat disintesis dari minyak/lemak nabati ataupun hewani. Biodiesel diidentifikasi oleh Omidvarborna, dkk. (2016) sebagai senyawa metil ester dengan atom karbon C₁₂-C₂₂, karbonil (C=O), dan ikatan (C-O-C) serta dengan adanya ikatan rangkap. Emisi dari biodiesel cukup ramah lingkungan, karena tidak ditemukannya sulfur dalam komposisinya.

Indonesia mempunyai keanekaragaman sumber daya laut yang melimpah sebagai contoh hasil laut adalah ikan. Salah satu industri pengolahan ikan berada di Kecamatan Muncar Banyuwangi, limbah cair yang dihasilkan industri di Muncar mencapai 14.200 m³/hari (DKP-KB, 2012). Dampak pembuangan limbah ini berakibat pada rusaknya biota air, pencemaran lingkungan, dan juga mengganggu kesehatan masyarakat. Hal tersebut dapat dijelaskan pada QS. ar-Rum (31):41 yang menyebutkan adanya kerusakan di Bumi.

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Lafadz ظَهَرَ الْفَسَادُ yang berarti “*Telah nampak kerusakan*” makna الْفَسَادُ “*kerusakan*” yang bermakna kekeringan, pencemaran, dan hilangnya berkah. Istilah الدَّرَاتِ “*daratan*” dan yang dimaksud الْبَحْرِ adalah “*lautan*” bermakna adanya pencemaran di laut/air (Qurthubi, 2009). Surat ar-Rum (31) ayat 41 juga menjelaskan telah nampaknya kerusakan di bumi akibat perbuatan tangan manusia dapat dimaksud dengan pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh keberadaan limbah cair industri perikanan di Muncar. Limbah cair tersebut berbahaya bagi kesehatan masyarakat sekitar. Kerusakan alam tersebut merupakan kehendak Allah SWT dan sekaligus balasan bagi perbuatan mereka, agar mereka tidak lagi mengerjakan perbuatan-perbuatan yang berdampak negatif bagi lingkungan.

Limbah cair yang dihasilkan dari industri pengalengan ikan selain memberi dampak negatif, limbah tersebut masih dapat dilakukan pengolahan lebih lanjut untuk memperoleh minyaknya. Minyak yang diperoleh memiliki kandungan trigliserida yang merupakan penyusun utama minyak nabati maupun minyak hewani. Adanya trigliserida ini berpotensi untuk membentuk senyawa metil ester.

Pembentukan metil ester dari minyak hasil samping industri pengalengan ikan dilakukan melalui reaksi transesterifikasi dikarenakan mengandung asam lemak bebas sebesar 1,45 % (Prasetyo, 2012). Transesterifikasi merupakan tahapan konversi trigliserida menjadi alkil ester, melalui reaksi dengan alkohol, sehingga menghasilkan produk samping berupa gliserol. Menurut Zabeti (2009) reaksi transesterifikasi tanpa penggunaan katalis akan berjalan sangat lambat serta membutuhkan tekanan dan suhu tinggi. Fatmawati dan Shakti (2013), menyatakan

bahwa katalis yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi yaitu katalis homogen basa yang dapat mempercepat reaksi.

Fatmawati, dan Shakti (2013), menggunakan limbah minyak ikan menjadi metil ester dengan katalis NaOH. Penelitian ini didapatkan konversi maksimal sebesar 80,59 %, dengan penambahan 3,5 gram NaOH dan perbandingan minyak : metanol = 1:6. Penelitian Ningtyas, dkk. (2013), melakukan tahap transesterifikasi dari limbah minyak dari pengolahan ikan dengan menggunakan katalis NaOH 1,5 % (dari berat total reaktan) dan perbandingan minyak:methanol = 1:6 menghasilkan rendemen sebesar 80,96 %. Akan tetapi proses pemurnian yang relatif rumit serta biaya yang cukup tinggi sehingga diperlukan alternatif lain seperti penggunaan katalis heterogen (Atadashi dan Aroua, 2011).

Sistem dari katalis heterogen padat mempunyai kelebihan dibanding dengan katalis homogen yaitu menyederhanakan penanganan akhir produk (tidak memerlukan waktu pemisahan dan pemurnian yang lama), katalis dapat digunakan kembali setelah diaktifasi, dan tidak ada reaksi pembentukan sabun. Selain itu, katalis heterogen tidak korosif dan lebih ramah lingkungan. Katalis heterogen lebih meminimalkan biaya dan pencucian air serta mengurangi tahap netralisasi untuk memisahkan dan *recovery* katalis (Buchori, dkk., 2015).

Kusuma, dkk. (2011) menyebutkan bahwa beberapa bahan padat telah dikembangkan untuk katalis heterogen maupun *support* katalis dalam produksi biodiesel. Kusuma, dkk. (2011) melakukan modifikasi zeolit alam dengan metode impregnasi KOH sehingga dapat digunakan untuk transesterifikasi minyak kelapa sawit. Intarapong, dkk. (2013) juga mengatakan bahwa zeolit alam mordenit dapat digunakan sebagai *support* katalis. Sifat dasar katalis serta komposisi kimianya juga

berperan penting dalam transesterifikasi. Dengan demikian, KOH/mordenit dapat menghasilkan konversi yang tinggi dalam produksi biodiesel. KOH yang diimpregnasikan pada zeolit hanya akan menempel dipermukaan. Penelitian Noiroj, dkk. (2009) hasil XRD (*X-Ray Diffraction*) menunjukkan munculnya fasa K_2O pada 2θ , K_2O memiliki aktivitas katalitik yang tinggi. Menurut Kusuma, dkk. (2011), terbentuknya K_2O merupakan indikasi bahwa KOH yang terdapat pada permukaan zeolit berubah menjadi K_2O selama proses kalsinasi.

Menurut Intarapong, dkk. (2013), proses transesterifikasi minyak sawit menggunakan katalis KOH/mordenit menghasilkan 96,7 % metil ester dengan kondisi optimum. Kusuma, dkk. (2011) memanfaatkan zeolit alam sebagai katalis dalam proses pembuatan metil ester. KOH/zeolit yang digunakan sebesar 100 g/100 mL menghasilkan konversi biodiesel maksimal yaitu 96,44 % pada suhu reaksi $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 2 jam dengan perbandingan mol minyak metanol 1:7 dan katalis sebanyak 3 % berat minyak kelapa sawit.

Pembuatan biodiesel dari sawit juga dilakukan oleh Zulfadli, dkk. (2015) dilakukan dengan variasi perbandingan molar metanol:minyak = 6:1; 8:1; dan 10:1 dan suhu reaksi = $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, dan $70\text{ }^{\circ}\text{C}$. Biodiesel tertinggi yang diperoleh adalah sebanyak 95,84 % dengan rasio molar metanol : minyak = 8:1 dan kondisi operasi suhu reaksi $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ serta konsentrasi katalis KOH/Zeolit alam 7,36 %. Utomo (2011) mensintesis biodiesel dari minyak goreng sawit dengan variasi % katalis NaOH/Zeolit alam, 5 %, 10 %, 12 %, dan 15 % serta variasi konsentrasi NaOH yang diimpregnasikan, 0,5 M; 0,75 M; dan 1 M. Biodiesel tertinggi yang dihasilkan dari 5 % katalis NaOH/katalis zeolit yang diimpregnasi dengan NaOH 1 M, diperoleh rendemen sebesar 66,18 %.

Penelitian Arifin dan Latifah (2015), melakukan pembuatan biodiesel dengan perbandingan mol minyak : metanol = 1:6, 1:8, 1:10, dan 1:12. Sintesis biodiesel dari minyak goreng bekas dengan katalis zeolit alam termodifikasi melalui reaksi transesterifikasi menghasilkan konversi metil ester maksimal sebesar 96,95 % yang diperoleh dari rasio 1:12. Penelitian selanjutnya yang akan dilakukan adalah transesterifikasi minyak hasil samping industri pengalengan dengan menggunakan perbandingan molar minyak dan metanol dengan variasi 1:9, 1:12, dan 1:15. Katalis yang digunakan yaitu zeolit alam yang diimpregnasi dengan KOH. Zeolit alam yang telah diimpregnasi dengan KOH akan dianalisis kristalinitasnya menggunakan instrumen XRD (*X-ray Diffraction*), untuk analisis metil ester yang dihasilkan akan dikarakterisasi dengan KGMS (Kromatografi Gas Spektroskopi Massa).

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapakah rendemen metil ester yang dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi dengan variasi penambahan metanol?
2. Bagaimana karakteristik metil ester yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui rendemen metil ester yang dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi dengan penambahan metanol.
2. Untuk mengetahui karakteristik metil ester yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan adalah minyak ikan hasil pengolahan limbah cair industri pengalengan ikan yang diperoleh dari kawasan Muncar Banyuwangi .
2. Katalis heterogen yang digunakan merupakan zeolit alam dari daerah Malang yang diimpregnasi dengan KOH 20 % .
3. KOH/zeolit alam dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*).
4. Zeolit alam yang digunakan dalam konversi minyak sebesar 10 % (b/b) dari berat total reaktan.
5. Variasi perbandingan mol minyak ikan : metanol (1:9, 1:12, dan 1:15).
6. Produk yang dihasilkan dianalisis menggunakan KGMS (Kromatografi Gas Spektroskopi Massa).
7. Karakterisasi metil ester meliputi uji kadar air, asam lemak bebas, penentuan densitas, serta bilangan iod.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Mampu memanfaatkan limbah ikan yang bisa memberikan dampak negatif bagi lingkungan menjadi senyawa metil ester yang dapat digunakan sebagai sumber energi alternatif.
2. Mampu memahami proses transesterifikasi menggunakan katalis heterogen berupa zeolit alam.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan

Indonesia merupakan negara maritim dengan hasil laut terutama ikan yang melimpah. Segala sesuatu yang hidup di laut halal untuk dikonsumsi salah satunya adalah ikan, sebagaimana sabda Rasulullah SAW dalam Hadits berikut:

قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ، فِي الْبَحْرِ: هُوَ الطَّهُورُ مَأْوُهُ، الْحِلُّ مَيْتَتُهُ ((أَخْرَجَهُ الْأَرْبَعَةُ وَابْنُ أَبِي شَيْبَةَ وَاللَّفْظُ لَهُ وَصَحَّحَهُ ابْنُ خُزَيْمَةَ وَالتِّرْمِذِيُّ وَرَوَاهُ مَالِكٌ وَالشَّافِعِيُّ وَأَحْمَدُ))

“Dari Abu Hurairah radiyallahu’anhu, dia berkata: Rasulullah shallallahu’alaihi wasallam bersabda tentang laut, “Thohur (suci dan mensucikan) airnya dan halal bangkai (di dalam)-nya” (dikeluarkan oleh imam yang empat dan Ibnu Abi Syaibah, lafadz tersebut darinya, dan hadits ini dishahihkan oleh Ibnu Khuzaimah dan At Tirmidzi (No. 69), juga diriwayatkan oleh Imam Malik, Imam As Syafi’i, dan Imam Ahmad)

Ikan banyak dimanfaatkan oleh manusia sebagai bahan pangan, dalam hadits tersebut menjelaskan dihalalkannya segala sesuatu yang ada dalam laut yaitu ikan. Menurut Sulastri, S (2004) lemak dalam daging ikan mengandung 95 % senyawa trigliserida dan asam-asam lemak berantai lurus. Ikan juga merupakan sumber protein hewani akan tetapi daging ikan sangat mudah membusuk sehingga perlu dilakukan pengolahan salah satunya yaitu dengan proses pengalengan.

Industri pengalengan ikan banyak dijumpai di Muncar, Muncar merupakan salah satu kecamatan di kabupaten Banyuwangi yang dikenal sebagai kawasan industri pengolahan ikan. Selama proses pengolahan ikan berupa

pengalengan akan menghasilkan fraksi cair yang mengandung minyak ikan (Dewi, 2013). Fraksi cair ini memiliki kandungan minyak yang cukup besar, setiap 1 ton ikan lemuru yang diproses akan menghasilkan minyak sebanyak 50 kg (Khirzin, 2014).

2.1.1 Karakteristik Minyak

Minyak ikan hasil pengolahan limbah masih memiliki kandungan trigliserida yang berpotensi untuk Pembentukan metil ester. Pembentukan metil ester sangat bergantung pada kualitas minyak yang dihasilkan. Menurut Khirzin (2014), beberapa penelitian tentang minyak ikan biasanya menggunakan uji asam lemak bebas, kadar air, dan uji angka penyabunan untuk menentukan kualitas minyak.

a). Uji Asam Lemak Bebas

Uji asam lemak bebas menunjukkan adanya kandungan asam lemak bebas dalam minyak. Menurut Hajamini, dkk. (2016), untuk reaksi transesterifikasi kandungan asam lemak bebas harus kurang dari 2,5 %. Asam lemak bebas yang lebih dari 2,5 % dalam reaksi transesterifikasi menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan dengan adanya katalis yang bersifat basa.

b) Angka Penyabunan

Angka penyabunan dinyatakan sebagai jumlah alkali yang digunakan untuk menyabunkan sejumlah minyak. Penelitian Dewi (2013) menyebutkan bahwa, dari hasil pengukuran angka penyabunan pada limbah didapatkan angka penyabunan sebesar 112 mg/g. Menurut Diah (2011), angka penyabunan tinggi (> 500) akan mengganggu reaksi transesterifikasi.

c). Kadar Air

Kadar air yang tinggi dalam minyak akan mempercepat terjadinya hidrolisis pada minyak. Menurut aziz, dkk (2012), syarat kadar air pada minyak adalah 1 %. Janah (2012) menyebutkan bahwa kadar air minyak limbah sebesar 0,93 %. Berdasarkan SNI 2006 untuk biodiesel sebesar 0,5 %.

2.1.2 Kandungan Asam Lemak pada Minyak

Berdasarkan penelitian Hidayat (2012), asam lemak yang terkandung dalam minyak limbah hasil samping industri di Muncar Banyuwangi meliputi 5 asam lemak jenuh dan 8 asam lemak tak jenuh. Berdasarkan hasil analisis GC-MS dapat diketahui terdapat 3 asam lemak yang memiliki % area relatif tertinggi adalah asam oleat 32,06 % ; asam palmitat 30,33 % ; dan asam miristat 7,8 %. Asam oleat bersifat tak jenuh karena adanya ikatan rangkap, sedangkan asam palmitat dan asam miristat merupakan asam lemak jenuh.

2.2 Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar cair yang digunakan untuk mesin diesel dan didapat dari sumber energi terbarukan. Menurut Wibisono (2007) biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri dari ester alkil dari asam-asam lemak. Pembuatan biodiesel diharapkan dapat memenuhi standar nasional biodiesel. Adapun kriteria standar biodiesel dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Standar Nasional Biodiesel

Parameter	Satuan	Nilai
Massa jenis pada 40 °C	Kg/m ³	850-890
Air dan sedimen	% vol	Maks 0,5*
Angka asam	Mg-KOH/g	Maks 0,8
Angka Iodium	% massa 9 g-12/100 g	Maks 115

(Mukhibin, 2010)

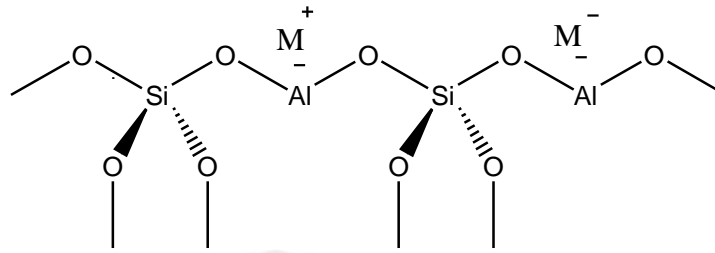
Kualitas bahan bakar diesel dapat ditunjukkan dengan angka setana. Angka setana menunjukkan seberapa cepat bahan bakar terbakar secara spontan setelah kontak dengan udara. Penentuan angka setana (CN) dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan angka setana sebagai fungsi dari angka iodin (IV) dan saponifikasi (SN) dengan rumus :

$$CN = 46,3 + 5458/SN - 0,225 \times IV$$

Panjang rantai hidrokarbon menyebabkan tingginya angka setana pada biodiesel dibandingkan dengan solar (Indartono, 2006; Setyawardhani, dkk., 2008). Menurut SNI (2006) untuk angka setana pada biodiesel minimal 50.

2.3 Zeolit Alam

Zeolit alam merupakan kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa. Menurut Hasibuan (2012), secara kimiawi zeolit termasuk golongan mineral silika dan dinyatakan sebagai alumina silika terhidrasi, berbentuk halus, dan merupakan hasil produk sekunder yang stabil pada kondisi permukaan karena berasal dari proses sedimentasi, pelapukan maupun hidrotermal. Kondisi batuan, tanah dan lingkungan tempat pembentukan mempengaruhi sifat-sifat fisik, kimia, dan struktur zeolit alam sehingga terdapat beberapa macam jenis zeolit alam. Zeolit alam yang banyak ditemukan pada batuan sedimen adalah klonoptilolit, khabasit, heulandit, mordenit, filipsit, analkim, laumontit, dan wairakit (Darius, 2005; Prasetya, 2012). Adapun struktur dasar zeolit dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Struktur Dasar Zeolit

Struktur zeolit berasal dari sangkar terbuka terbentuk dari rantai tetrahedral $[\text{AlO}]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ (Suminta, S., 2006). Zeolit banyak ditemukan dalam batuan, struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral AlO_4^{2-} dan SiO_4^- yang saling berhubungan melalui atom O di dalam strukturnya, Si^{4+} . Ikatan Al-O-Si membentuk struktur kristal sedangkan logam alkali atau alkali tanah adalah sumber kation yang dapat dipertukarkan (Sutarti, 1994).

2.3.1 Zeolit Alam Malang

Penelitian Suminta, S. (2006) menyebutkan bahwa dari hasil analisis dapat dikonfirmasi bahwa zeolit alam Malang termasuk dalam mordenit grup. Mordenit merupakan salah satu mineral yang terkandung dalam zeolit, dengan rumus empiris $(\text{Ca}, \text{Na}_2, \text{K}_2)\text{Al}_2\text{Si}_{10}\text{O}_{24} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Sistem kristal mordenit adalah ortorombit. Biasanya ditemukan dalam batuan vulkanik bersama-sama dengan Stilbit dan Heulandit. Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam dengan rasio Si/Al yang tinggi. Hal ini menyebabkan mordenit memiliki stabilitas termal yang tinggi untuk dehidrasi terjadi pada range 80-4000 °C (Rahmawati, 2008). Menurut Hapsari (2006), zeolit alam mordenit memiliki kandungan Si sedang dengan perbandingan Si/Al = 5 yang termasuk sangat stabil.

2.3.2 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam banyak digunakan sebagai katalis untuk berbagai reaksi, modifikasi dengan alkali pada zeolit alam dapat meningkatkan kinerjanya (Intarapong, dkk., 2013). Zeolit alam memiliki kandungan logam pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe (Lestari, 2010). Dilakukan beberapa tahapan untuk mengaktivasi zeolit yaitu preparasi zeolit, dealuminasi, impregnasi, dan kalsinasi.

a). Preparasi Zeolit

preparasi zeolit dapat dilakukan dengan perendaman akuades, pemanasan serta pengayakan. Perendaman dengan akuades bertujuan untuk melarutkan pengotor seperti debu. Pemanasan pada zeolit dilakukan untuk mengeluarkan air yang terdapat pada rongga permukaan zeolit, pemanasan pada suhu 120 °C tidak akan merusak struktur zeolit (Utomo, 2011). Pengayakan 250 *mesh* dilakukan untuk memperbesar luas permukaan sehingga akan memaksimalkan kinerja zeolit. Pada zeolit alam masih banyak terkandung logam-logam pengotor yang mengganggu penempelan sisi aktif pada permukaan zeolit, sehingga perlu dihilangkan dengan direndam dalam asam kuat.

b). Impregnasi

Impregnasi adalah teknik penempelan inti aktif ke dalam permukaan zeolit. Menurut Utomo (2011), tujuan dari penempelan ini adalah untuk memperluas permukaan aktif zeolit sehingga akan memaksimalkan kinerja katalis. Penempelan inti aktif dapat dilakukan dengan perendaman zeolit menggunakan KOH, yang menyebabkan kation K^+ menempel pada permukaan pori zeolit.

c). Kalsinasi

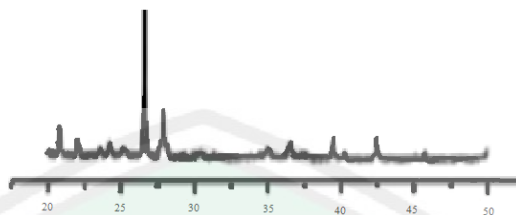
Kalsinasi bertujuan untuk mengubah K^+ pada zeolit menjadi bentuk oksidanya K_2O bersifat basa. Penelitian Kusuma, dkk. (2013), menggunakan suhu $450^\circ C$ selama 4 jam untuk proses transesterifikasi. Selama proses kalsinasi KOH diubah menjadi kalium oksida, K_2O memiliki sifat katalitik yang tinggi untuk transesterifikasi. Peningkatan jumlah KOH dalam struktur zeolit sebanding dengan peningkatan K_2O yang bertindak sebagai sisi aktif untuk transesterifikasi, sehingga meningkatkan hasil metil ester.

2.3.3 Karakterisasi Zeolit Menggunakan X-RD (*X-ray Diffraction*)

Metode XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan metode analisis kualitatif yang memberikan informasi mengenai suatu mineral. Setiap mineral mempunyai pola difraktogram yang spesifik, difraktogram yang memiliki pola pemisahan dengan puncak-puncak yang jelas dan intensitasnya yang tajam memiliki kristalinitas yang baik (Aji, dkk., 2009). Prinsip dari XRD adalah, jika berkas sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi kristal maka sinar yang dihamburkan akan ditangkap oleh detektor dan diterjemahkan sebagai puncak difraksi. Bagian yang tidak dihamburkan akan menembus menuju lapisan kedua dari atom dan dihamburkan sebagian, sehingga yang tidak terhambur akan lewat dan menuju lapisan ketiga dan seterusnya (Purba, dkk., 2009).

Zeolit yang akan digunakan pada penelitian ini adalah zeolit alam Malang. Zeolit alam Malang banyak mengandung mineral mordenit (50 % - 85 %). Setiadi dan Pertiwi (2007), mengatakan kristalinitas mordenit dalam zeolit alam Malang cukup tinggi yaitu sebesar 44,1 %. Berikut adalah difraktogram hasil XRD dari

zeolit alam Malang yang dilakukan oleh Botianovi (2012), seperti pada Gambar 2.2.



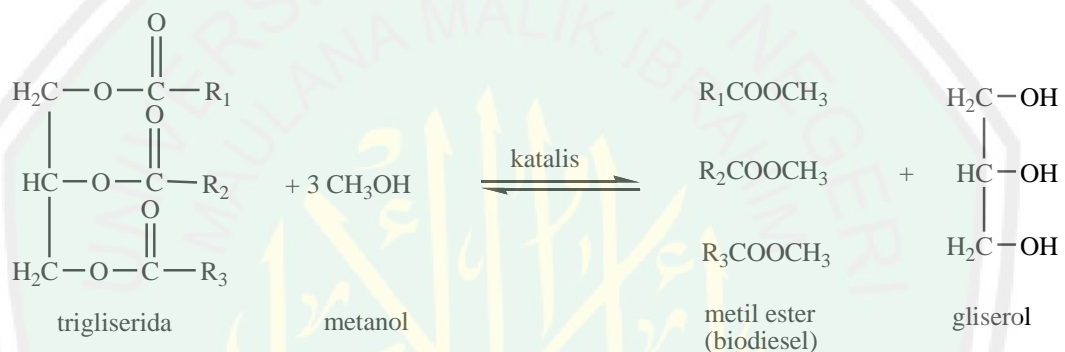
Gambar 2.2 Difraktogram Zeolit Alam Malang (Botianovi, 2012)

Difraktogram hasil karakterisasi zeolit alam Malang pada gambar 2.2 menunjukkan puncak pada $2\theta = 12.44^\circ; 19.73^\circ; 20.81^\circ; 22.00^\circ; 23.56^\circ; 24.19^\circ; 25.09^\circ; 26.60^\circ; 27.90^\circ; 30.44^\circ; 31.27^\circ; 34.98^\circ; 36.50^\circ; 37.44^\circ; 39.41^\circ; 40.25^\circ; 42.40^\circ; 45.74^\circ; \text{ dan } 48.20^\circ$ (Botianovi, 2012). Kusuma, dkk. (2011) melakukan modifikasi zeolit alam menggunakan KOH, dan pada pola XRD (*X-ray Diffraction*) untuk zeolit termodifikasi menunjukkan munculnya fasa K_2O pada $2\theta = 12.3^\circ; 25.6^\circ; 29.6^\circ; 32^\circ; 38.8^\circ; 41.6^\circ; 48.9^\circ; 51.3^\circ; 53.6^\circ; 55^\circ; 57.8^\circ; 60.9^\circ; \text{ dan } 62.8^\circ$. Hasil ini juga sesuai pada Penelitian Noiroj, dkk. (2009), KOH yang diubah menjadi kalium oksida dapat diamati pada pola XRD (*X-ray Diffraction*).

2.4 Pembentukan Metil Ester melalui Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah reaksi pembentukan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters / FAME*) atau biodiesel dan gliserol dengan mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek. Trigliserida merupakan triester dari gliserol, monogliserida dan digliserida dapat diperoleh dari trigliserida dengan mensubstitusikan dua dan satu asam lemak dengan gugus hidroksi. Alkohol rantai pendek yang sering digunakan adalah metanol karena kereaktifannya yang tinggi (Utomo, 2011).

Trigliserida merupakan triester dari gliserol dan asam-asam lemak yaitu asam karboksilat dengan rantai hidrokarbon (C6 sampai C30). Trigliserida merupakan penyusun utama minyak nabati. Selain trigliserida dalam lemak juga terdapat monogliserida dan digliserida. Transesterifikasi biasa disebut dengan alkoholisis adalah tahap konversi dari trigliserida menjadi metil ester, melalui reaksi dengan alkohol, dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester adalah :



Gambar 2.3 Reaksi Transesterifikasi

Faktor-faktor yang berpengaruh pada reaksi transesterifikasi untuk menghasilkan metil ester dengan rendemen tertinggi adalah pengaruh kadar air dan asam lemak bebas, perbandingan molar alkohol, suhu dan lama reaksi, jenis katalis, dan konsentrasi katalis.

a). Pengaruh kadar air dan lemak bebas

Minyak ikan yang akan ditransesterifikasi menurut Aziz, dkk (2012) harus lebih kecil dari 1, jika kadar air lebih dari 1 maka akan dilakukan perlakuan khusus untuk mengurangi kadar air dalam minyak ikan. Selain itu semua bahan yang digunakan harus bebas dari air, karena air akan bereaksi dengan katalis. Kandungan asam lemak menurut Hajamini, dkk. (2016) disarankan kurang dari 2,5 %, jika lebih

dari 2,5 % reaksi transesterifikasi akan terganggu adanya reaksi saponifikasi dengan penggunaan katalis basa.

b). Perbandingan molar alkohol dengan minyak

Secara stoikiometri, setiap 1 molekul trigliserida membutuhkan 3 mol alkohol untuk membentuk 3 senyawa alkil ester dan 1 senyawa gliserol. Menurut Handayani (2010), semakin banyak jumlah alkohol yang digunakan, maka konversi yang diperoleh akan bertambah. Penelitian Sánchez, dkk. (2015), menggunakan perbandingan mol metanol : *jojoba oil* sebesar 1:6, 1:9, dan 1:12. Hasil maksimal untuk konversi biodiesel sebesar 95 % pada rasio 1:12.

c). Suhu reaksi

Zulfadli, dkk. (2015), melakukan pembuatan biodiesel menggunakan zeolit teraktivasi dengan variasi suhu pada tahap transesterifikasi. Suhu reaksi yang digunakan adalah 50 °C, 60 °C, dan 70 °C. Biodiesel yang dihasilkan semakin meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi, akan tetapi pada suhu 70 °C mengalami penurunan. Hal ini dimungkinkan karena titik didih dari metanol sekitar 64,5 °C, sehingga pada suhu 70 °C diasumsikan metanol telah menguap sehingga mengalami penurunan rendemen biodiesel. Hasil biodiesel tertinggi diperoleh pada kondisi reaksi dengan suhu 60 °C sebesar 95,84 %.

d). Waktu reaksi

Penelitian Wirasito, dkk. (2014) mengkonversi metil ester dengan variasi waktu reaksi selama 1-4 jam. Waktu reaksi selama 1 jam menghasilkan metil ester sebesar 77,59 %. Waktu reaksi dinaikkan menjadi 2 jam hasil konversi mengalami peningkatan sebesar 86,40 % sampai dimana waktu 3 jam menghasilkan produk maksimal sebesar 91,66 %. Namun setelah reaksi berlangsung selama 4 jam produk

biodiesel yang dihasilkan mengalami penurunan menjadi 76,72 %. Menurut Kusuma, dkk. (2011) reaksi transesterifikasi bersifat *reversible* sehingga terjadi pergeseran kesetimbangan ke arah reaktan, dimana waktu reaksi yang terlalu lama akan menyebabkan produk yang terbentuk berubah kembali menjadi reaktan.

e). Jenis katalis

Katalis dalam reaksi transesterifikasi berfungsi untuk mempercepat reaksi terbentuknya biodiesel. Penelitian Kusuma, dkk. (2011) melakukan sintesis biodiesel dari minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/zeolit, biodiesel yang dihasilkan adalah 96,44 %. Penelitian Utomo (2011) mensintesis biodiesel dari minyak goreng menggunakan zeolit alam yang diimpregnasi dengan NaOH dan menghasilkan biodiesel sebesar 66,18 % dengan kondisi optimum pada reaksi transesterifikasi. Penggunaan katalis basa KOH dalam transesterifikasi memberikan hasil biodiesel yang lebih besar.

f). Konsentrasi katalis

Penambahan konsentrasi zeolit sebagai katalis akan meningkatkan biodiesel yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi. Penambahan katalis pada kondisi optimum akan memaksimalkan hasil reaksi, jika penggunaannya berlebih biodiesel yang dihasilkan akan menurun Naluri, dkk. (2015). Penelitian Arifin dan Latifah (2015) melakukan sintesis biodiesel dari minyak goreng bekas dengan variasi jumlah katalis sebesar 2,5 %; 5 %; 7,5 %; dan 10 % b/b total minyak dan metanol. Rendemen biodiesel tertinggi yang diperoleh adalah 94,48 % pada penggunaan rasio mol minyak : metanol sebesar 1:12, konsentrasi sebesar katalis 10 % b/b total reaktan, dan waktu reaksi selama 3 jam.

yang selanjutnya akan terbentuk zat antara tetrahedral. Zat antara tetrahedral dapat mengalami penataan ulang yang akan mengarah pada pembentukan ion digliserida serta satu molekul metil ester. Ion digliserida memungkinkan untuk bereaksi dengan metanol dan terbentuklah ion metoksida dan bereaksi dengan digliserida untuk menghasilkan monogliserida serta satu molekul metil ester. Monogliserida yang diserang oleh ion metoksida akan terbentuk satu molekul metil ester.

2.6 Analisis Metil Ester

Analisis biodiesel yang dilakukan pada penelitian ini meliputi analisis menggunakan instrumen KGMS, kadar air, kadar asam lemak bebas, dan densitas.

2.6.1 KGSM (Kromatografi Gas Spektroskopi Massa)

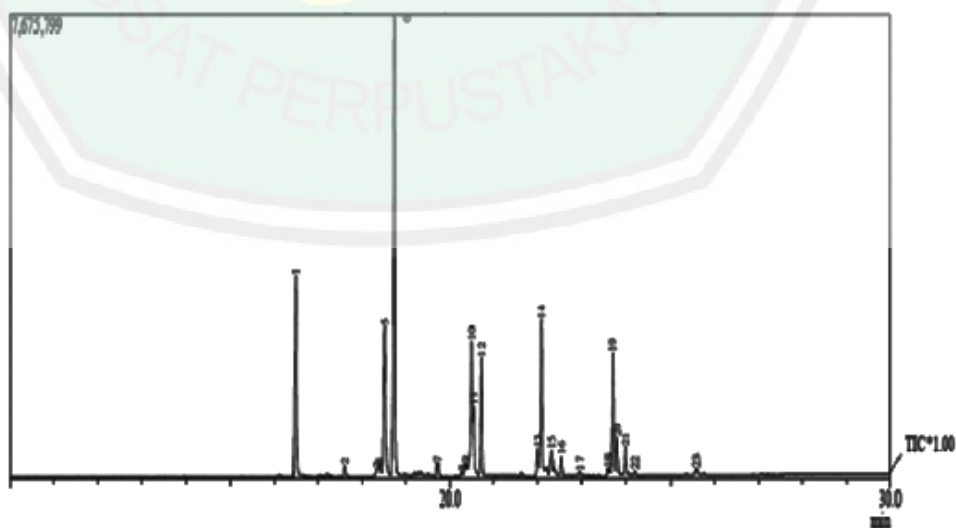
Kromatografi gas adalah teknik pemisahan suatu senyawa yang mudah menguap berdasarkan perbedaan distribusi pada fasa diam dan fasa gerak. Fase gerak berupa gas (helium, argon atau nitrogen) untuk fase diam berupa padatan (kolom). Fase gerak yang berupa gas ini akan mengelusi solute dari ujung kolom lalu menghantarkannya ke detektor. Komponen yang terpisah menuju detektor dan akan menghasilkan sinyal listrik yang besarnya proposional dengan komponen tersebut. Sinyal diperkuat oleh amplifier dan selanjutnya oleh pencatat (*recorder*) dituliskan sebagai kromatogram berupa puncak. Komponen yang tersebut dianalisa secara kualitatif berdasarkan nilai waktu retensinya (T_r) (Frayekti, 2013).

Spektroskopi massa adalah teknik analisis berdasarkan pemisahan berkas ion-ion dengan perbandingan massa dan muatan serta penukuran intensitas dari berkas ion-ion tersebut. Prinsip dari spektroskopi massa adalah, molekul-molekul senyawa organik yang ditembak dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-

ion positif yang bertenaga tinggi yang dapat dipecah-pecah menjadi ion-ion lebih kecil. Lepasnya elektron dari molekul akan menghasilkan radikal kation (Sastrohamidjojo, 2007).

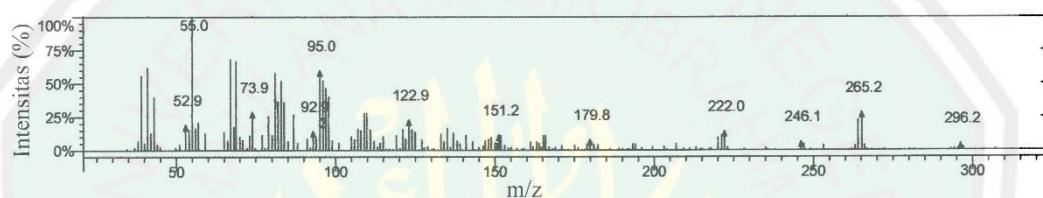
Metode kromatografi gas dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa yang terkandung dalam metil ester hasil transesterifikasi, serta analisis spektroskopi massa digunakan untuk menentukan fragmentasi asam lemak jenuh dan tak jenuh serta letak ikatan rangkap jenis asam lemak (Ningtyas, dkk., 2013). Berdasarkan Ningtyas, dkk. (2013) jenis ester rantai pendek bersifat lebih polar dibandingkan ester rantai panjang. Jenis ester dengan rantai yang lebih panjang akan bertahan dalam kolom, sedangkan ester rantai pendek akan lolos bersama fasa gerak keluar dari kolom. Rantai pendek polar akan lebih awal muncul dibandingkan rantai panjang non polar, jika kolom yang digunakan bersifat non polar.

Berdasarkan hasil analisis asam lemak bebas yang terdapat pada minyak ikan hasil samping industri pengalengan dengan menggunakan KGSM, kromatogram yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 2.5.



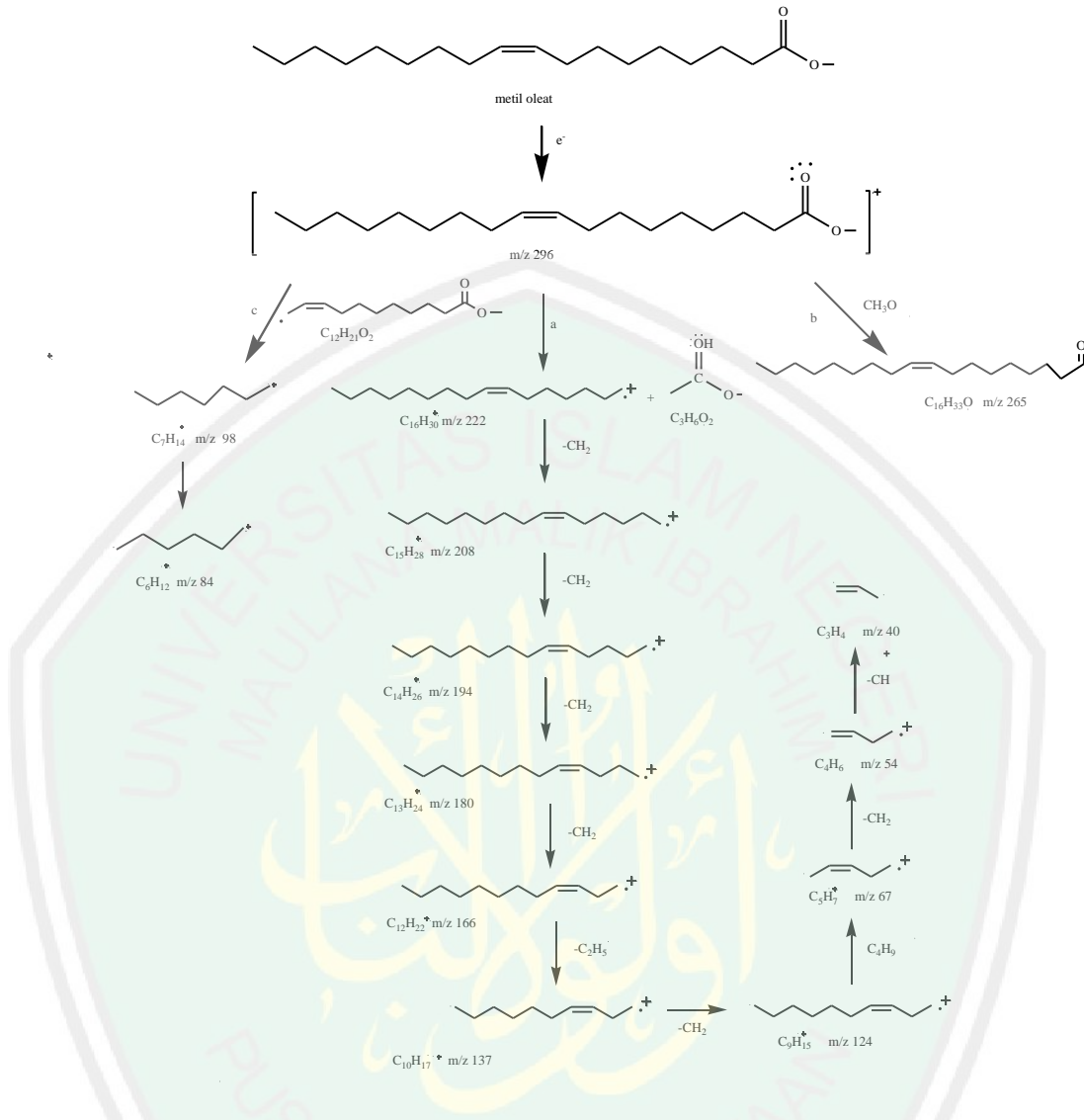
Gambar 2.5 Kromatogram KGMS Minyak Ikan (Dewi, R.R., 2013)

Kromatogram pada Gambar 2.5 menunjukkan banyaknya senyawa yang terdapat dalam sampel minyak ikan hasil samping industri. Kromatogram menunjukkan adanya 17 puncak dengan waktu retensi serta area yang berbeda-beda, dapat diketahui bahwa dalam sampel tersebut terdapat 17 senyawa yang dapat dipisahkan. Sedangkan untuk spektra MS menunjukkan komposisi asam lemak bebas dalam minyak ikan (Hidayat, 2012). Spektra MS untuk asam lemak bebas yang memiliki % area relatif dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Spektra Massa Senyawa Metil Oleat (BM = 296) (Fatmawati, 2012).

Puncak dasar m/z 55 berasal dari $C_4H_7^+$, puncak pada m/z 222 dihasilkan karena lepasnya gugus $C_3H_6O_2$ dari molekul m/z 296, selanjutnya lepasnya gugus CH_2 dari puncak m/z 222, m/z 208, m/z 194, dan m/z 180 menghasilkan m/z 166. Puncak m/z 67 dihasilkan karena lepasnya gugus C_4H_9 dari m/z 124, lepasnya gugus CH_2 dari m/z 67 menghasilkan m/z 54, lepasnya gugus CH_3O dari m/z 296 menghasilkan puncak dengan m/z 265. Mekanisme fragmentasi untuk senyawa metil oleat diusulkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Mekanisme Fragmentasi Metil Oleat (Fatmawati, 2012).

2.6.2 Kadar Air

Kadar air yang diijinkan oleh SNI (2006) untuk biodiesel adalah kurang dari 0,5 %. Menurut Setiawati dan Edwar (2012), kadar air yang tinggi akan memperbesar kemungkinan untuk terjadinya reaksi hidrolisis yang mengakibatkan kenaikan kadar asam lemak bebas. Kandungan air dalam biodiesel juga dapat menyebabkan turunnya panas pembakaran.

2.6.3 Kadar Asam Lemak Bebas

Angka asam adalah jumlah miligram KOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram minyak atau lemak. Berdasarkan standar yang telah ditetapkan angka asam maksimal yang terdapat pada biodiesel maksimal sebesar 0,8 mg-KOH/g (SNI, 2006). Kandungan asam yang tinggi menyebabkan biodiesel bersifat korosif.

2.6.4 Uji Bilangan Iod

Bilangan Iod menunjukkan banyaknya ikatan rangkap pada rantai hidrokarbon. Mulyadi (2011) menyatakan bahwa angka iod berpengaruh pada besar kecilnya angka setana, angka setana menunjukkan seberapa cepat bahan bakar terbakar secara spontan. Semakin besar angka iod maka perhitungan angka setana semakin kecil. Berdasarkan SNI 2006 standar angka iod yang telah ditetapkan yaitu maksimal 115 g iod/100 g.

2.6.5 Massa Jenis

Massa jenis dapat menjadi indikator banyaknya pengotor yang terdapat pada biodiesel. Zat pengotor yang mungkin terkandung dalam biodiesel meliputi gliserol, sabun, asam-asam lemak yang tidak terkonversi menjadi metil ester, sisa katalis, air, ataupun sisa metanol yang terdapat dalam biodiesel (Setiawati dan Edwar, 2012). Berdasarkan SNI (2006) massa jenis biodiesel yang diperbolehkan untuk biodiesel berkisar antara maks. 850-890 kg/m³.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April – Juni 2016 di Laboratorium Jurusan Kimia Fakultas sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah corong pisah, penyaring 200 *mesh*, seperangkat alat refluks, oven, labu leher tiga, piknometer, desikator, *magnetic stirrer*, termometer 100 °C, neraca analitik, *hot plate*, seperangkat alat titrasi, Tanur, XRD (Pan Analytical Export Pro) dan KGMS (Varian Cp3800 – Saturn 2200)

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Minyak hasil pengolahan limbah industri pengalengan ikan di Muncar Banyuwangi, aseton 96%, NaOH (Merck), KOH (Merck), HCl 6 M, Etanol 96 %, akuades, metanol (Merck), zeolit alam, asam oksalat, indikator PP, pH universal, Na₂SO₄ anhidrat dan Aluminium foil.

3.3 Tahapan Penelitian

1. Analisis minyak hasil samping industri pengalengan ikan.
2. Preparasi zeolit alam.
3. Aktivasi zeolit.
4. Pembuatan metil ester melalui reaksi transesterifikasi.
5. Analisis metil ester.

3.4 Rancangan Percobaan

Penelitian ini bersifat deskriptif kuantitatif yang tujuannya untuk eksploratif, yaitu untuk mengkonversi minyak yang diperoleh dari minyak hasil pengolahan limbah industri pengalengan ikan menjadi biodiesel melalui proses transesterifikasi menggunakan katalis heterogen berupa zeolit alam yang diperoleh dari daerah Malang dan diimpregnasi dengan KOH. pembentukkan metil ester atau biodiesel membutuhkan reaktan berupa trigliserida dari minyak serta metanol. Penelitian ini akan menggunakan variasi mol metanol dengan perbandingan 1:9, 1:12, dan 1:15. Hasil konversi minyak akan dianalisis dengan instrumen KGSM (*Kromatografi Gas Spektroskopi Massa*).

3.5 Prosedur Kerja

3.5.1 Analisis Minyak Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan

3.5.1.1 Analisis Kadar Air (Aziz dkk, 2012)

Cawan porselen di oven selama 15 menit, lalu dimasukkan ke dalam desikator. Sebanyak 5 gram minyak (W_1) dimasukan ke dalam cawan porselen dan

ditimbang (W_2), dipanaskan selama 4 jam pada suhu 110 °C. Cawan didinginkan dalam desikator dan ditimbang (W_3).

$$kadar\ air(\%) = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100 \%$$

Keterangan:

W_1 : berat sampel (g)

W_2 : berat cawan + sampel minyak sebelum dipanaskan (g)

W_3 : berat cawan + sampel minyak setelah dipanaskan (g)

3.5.1.2 Analisis Asam Lemak Bebas (SNI, 2012)

Sebanyak 2 gram minyak dilarutkan dengan 10 mL etanol 96 % dalam Erlenmeyer dan dipanaskan pada suhu 40 °C. Selanjutnya ditambah 2 tetes indikator fenolftalein, lalu dilakukan titrasi dengan KOH 0,1 N hingga menghasilkan warna merah muda.

$$FFA(\%) = \frac{V \times N \times BM}{massa\ sampel\ (g) \times 1000} \times 100$$

Keterangan:

V : volume KOH

N : normalitas KOH

BM : berat molekul asam lemak dominan yang terkandung dalam minyak ikan

3.5.1.3. Analisis Bilangan Penyabunan (SNI, 1998)

Sebanyak 2 gram minyak dimasukkan ke dalam *Erlenmeyer* 250 mL, ditambahkan KOH-alkohol 0,5 N sebanyak 25 mL. Setelah itu dipanaskan hingga lemak tersaponifikasi (30 menit). Kemudian didinginkan dan dititrasi dengan 0,5 N

HCl menggunakan 0,5-1 mL indikator fenolftalein sampai menjadi tidak berwarna. Jumlah bilangan penyabunan dalam sampel dihitung dengan rumus : bilangan penyabunan (mg KOH yang digunakan untuk saponifikasi 1 gram lemak)

$$\text{Bilangan Penyabunan (mg/g)} = \frac{56,1 \times N \times (V_b - V_s)}{W}$$

V_b = Volume HCl 0,5 N yang diperlukan blanko (mL)

V_s = Volume HCl 0,5 N yang diperlukan sampel (mL)

N = Normalitas HCl 0,5 N

W = Berat sampel (g)

3.5.1.4 Penentuan Densitas (Aziz dkk, 2012)

Piknometer dibilas dengan akuades, lalu dengan aseton, dan dikeringkan dengan *hairdryer*. Ditimbang piknometer (W_1). Piknometer diisi dengan sampel minyak, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W_2).

$$\text{Densitas (g/mL)} = \frac{W_2 - W_1}{V}$$

Keterangan :

ρ : densitas (g/mL)

W_2 : massa piknometer + sampel (g)

W_1 : massa piknometer (g)

3.5.2 Preparasi Zeolit Alam

Serbuk zeolit alam sebanyak 100 gram direndam dalam 200 mL akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam pada suhu kamar (± 25 °C) (Trisunaryanti dkk., 2005), disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 4 jam. Selanjutnya, endapan digerus sampai halus sehingga lolos dalam penyaring 250 *mesh* (Botianovi, 2012).

3.5.3 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam sebanyak 80 gram digerus sampai halus sehingga lolos dalam penyaring 100 *mesh*. Direndam dalam larutan HCl 6 M sebanyak 250 mL dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam, setelah selesai sampel zeolit dicuci dengan aquades hingga pH netral. Zeolit dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 60 °C (Burris, L.E., dan Juanger, C.G., 2015). Selanjutnya di impregnasi dengan larutan KOH. Zeolit alam direndam dalam larutan KOH 20 % sebanyak 200 mL. Setelah 3 hari, zeolit dipisahkan dari larutannya. Zeolit yang tertahan di kertas saring kemudian dikeringkan dalam oven bersuhu 120 °C selama 2 jam untuk menghilangkan kandungan air. Setelah 24 jam, dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam (Arifin dan Latifah, 2015). Zeolit kemudian dikarakterisasi dengan XRD.

3.5.4 Karakterisasi Zeolit Menggunakan XRD

Zeolit modifikasi dianalisis menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk identifikasi fase kristal dan kekristalan katalis dengan radiasi Cu K α ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 mA, 2θ 05-50 ° dan kecepatan scan 0,02 °/detik (Erlina dkk., 2013).

3.5.5 Pembentukan Metil Ester Melalui Reaksi Transesterifikasi (Arifin dan Latifah, 2015)

Proses transesterifikasi dilakukan dalam labu leher tiga berkapasitas 500 mL dengan mencampurkan minyak ikan dan metanol dengan menggunakan katalis K-Zeolit. Variasi perbandingan mol minyak ikan dan metanol yang digunakan yaitu 1:9, 1:12, dan 1:15. Penambahan katalis KOH-Zeolit sebanyak 10 % b/b dari total reaktan dengan KOH 20 %. Proses transesterifikasi dilakukan selama 3 jam pada

suhu 60 °C dan disertai pengadukan dengan kecepatan 300 *rpm*. Setelah proses selesai, selanjutnya campuran didiamkan dalam corong pisah selama 24 jam. Setelah terpisah, diambil lapisan atas (biodiesel) dan dimurnikan dengan akuades panas sebanyak 10 % dari volume minyak dan didiamkan dalam corong pisah. Setelah 1 jam, lapisan atas diambil dan ditambah 1 % b/b Na₂SO₄ anhidrat.

3.5.6 Analisis Metil Ester

3.5.6.1 Analisis dengan KGMS

Analisa metil ester menggunakan KGMS QP2010S SHIMADZU. produk metil ester yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi diambil sebanyak 1 μ L kemudian diinjeksikan dalam alam KGMS yang telah dikondisikan sebagai berikut:

Jenis kolom	: VF 5 MS
Panjang kolom	: 30 cm
ID	: 0,25 mm
Gas pembawa	: Helium
Sistem ionisasi	: Electron Impact (EI)
Energi ionisasi	: 70 ev
Suhu kolom	: 80 °C
Suhu injektor	: 310 °C
Injection mode	: Split
Tekanan gas pembawa	: 16,5 kPa
Kec. Aliran gas	: 0,5 mL/Menit
Suhu detektor	: 250 °C

3.5.6.2 Analisis Asam Lemak Bebas (SNI, 2012)

Sebanyak 2 gram minyak dilarutkan dengan 10 mL etanol 96 % dalam Erlenmeyer dan dipanaskan pada suhu 40 °C. Selanjutnya ditambah 2 tetes indikator fenolftalein, lalu dilakukan titrasi dengan KOH 0,1 N hingga menghasilkan warna merah muda.

$$\text{Angka Asam (mg KOH - g)} = \frac{V \times N \times 56,1}{\text{massa sampel (mg)}}$$

Keterangan:

V : volume KOH (mL)

N : normalitas KOH (0,1 N)

BM : berat molekul KOH (56,1 g/mol)

3.5.6.3. Analisis Penentuan Densitas (Aziz dkk, 2012)

Ditimbang piknometer bersih (W_1). Piknometer diisi dengan sampel minyak, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W_2).

$$\text{Densitas (g/mL)} = \frac{W_2 - W_1}{V}$$

Keterangan :

ρ : densitas (g/mL)

W_2 : massa piknometer + sampel (g)

W_1 : massa piknometer (g)

3.5.6.4 Analisis Kadar Air (Aziz dkk, 2012)

Cawan porselen di oven selama 15 menit, lalu dimasukkan ke dalam desikator. Sebanyak 5 gram minyak (W_1) dimasukkan kedalam cawan porselen dan ditimbang (W_2), dipanaskan selama 4 jam pada suhu 110 °C. Cawan didinginkan dalam desikator dan ditimbang (W_3).

$$\text{kadar air (\%)} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100 \%$$

Keterangan:

W_1 : berat sampel (g)

W_2 : berat cawan + sampel minyak sebelum dipanaskan (g)

W_3 : berat cawan + sampel minyak setelah dipanaskan (g)

3.5.4.5 Analisis Angka Iodin (Cahya,R.A., 2014)

Sebanyak 0,25 gram minyak ikan dimasukkan ke dalam *Erlenmeyer* tertutup, kloroform ditambahkan sebanyak 15 mL untuk melarutkan minyak. Pereaksi Hanus ditambahkan juga sebanyak 25 mL ke dalam *Erlenmeyer* tertutup dan dibiarkan di tempat gelap selama 30 menit. Selanjutnya, ditambahkan 10 mL larutan KI 15 % dan dikocok sampai homogen, sebanyak 100 mL aquades ditambahkan. Dititrasi dengan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna kuning larutan hampir hilang ditambahkan 2 tetes indikator amilum sebelum titik akhir titrasi. Goyang-goyang *Erlenmeyer* dengan cepat lalu titrasi dilanjutkan sampai warna biru menghilang. Bilangan iod dalam sampel dihitung dengan rumus:

$$\text{Bilangan Iod (g iod/100g)} = \frac{(V_s - V_b) \times N \times 12,69}{w}$$

Bilangan iod = Jumlah g iod yang mengadisi 100 g lemak

V_s = Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk titrasi sampel (mL)

V_b = Volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ untuk titrasi blanko (mL)

N = Normalitas $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (N)

W = Berat sampel (g)

3.6 Analisis Data

Data yang diperoleh pada penelitian ini yaitu presentase biodiesel hasil transesterifikasi. Data yang diperoleh disajikan dalam bentuk table dan grafik hubungan antara hasil penelitian dengan variable (variasi penambahan metanol)

langkah berikutnya adalah mencari kondisi yang optimum dari variable tersebut.

Presentase biodiesel dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ Rendemen} = \frac{\text{berat metil ester}}{\text{berat minyak awal}} \times 100\%$$



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Minyak Hasil Pengolahan Limbah Pengalengan Ikan

Analisis yang dilakukan untuk mengetahui kualitas minyak yang digunakan meliputi: kadar air, asam lemak bebas, bilangan penyabunan dan penentuan densitas. Kualitas minyak yang digunakan sangat berpengaruh terhadap hasil reaksi transesterifikasi. Adapun hasil analisis kualitas minyak hasil pengolahan limbah industri pengalengan ikan untuk pembentukan senyawa metil ester ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Analisis Kualitas Minyak.

Parameter	Hasil	Standar
Kadar Air	0,264 %	1 %
Asam Lemak Bebas	0,666 %	2,5 %
Bilangan Penyabunan	130 mg/g	500 mg/g
Massa Jenis	0,91 g/mL	0,91 g/MI

4.1.1 Analisis Kadar Air

Kadar air yang tinggi mengakibatkan terjadinya reaksi hidrolisis trigliserida sehingga akan memperbesar angka asam pada sampel minyak. Analisis kadar air pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang sampel minyak ikan seberat 5 gram akan dipanaskan dalam oven dengan suhu 110 °C dengan waktu 4 jam. Pemanasan tersebut dilakukan untuk mengetahui sejumlah air yang terdapat di dalam minyak. Persentase kadar air diperoleh dengan menghitung selisih antara minyak ikan sebelum dan sesudah dipanaskan, berat yang hilang dihitung sebagai kadar air dalam minyak.

Kadar air pada minyak yang digunakan untuk pembuatan metil ester berdasarkan Aziz, dkk., (2012) sebesar 1 %. Sampel minyak ikan hasil pengolahan industri memiliki kadar air sebesar 0,264 %. Minyak ikan yang digunakan memiliki kadar air lebih kecil dibandingkan standar yang ditetapkan.

4.1.2 Asam Lemak Bebas

Analisis asam lemak bebas bertujuan untuk mengetahui besar asam lemak yang terkandung dalam minyak. Asam lemak bebas yang tinggi akan mengganggu reaksi transesterifikasi, dengan adanya katalis basa menyebabkan terjadi reaksi samping yaitu pembentukan sabun. Minyak yang dianalisis ditambahkan etanol panas untuk melarutkan asam lemak bebas. Asam lemak bebas yang telah bercampur dengan etanol dititrasi dalam keadaan panas dengan NaOH. Titik akhir titrasi ditandai dengan terjadinya perubahan warna karena adanya indikator PP.

Minyak ikan yang digunakan menurut Hajaimini, dkk., (2016) harus memiliki kandungan asam lemak bebas yang kurang dari 2,5 %. Kandungan asam lemak bebas pada sampel sebesar 0,666 %. Sampel minyak yang digunakan memiliki kandungan asam lemak bebas lebih kecil dibandingkan standar yang ditetapkan sehingga minyak dapat digunakan dalam reaksi transesterifikasi.

4.1.3 Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan menunjukkan tinggi rendahnya komposisi asam lemak yang terkandung dalam minyak yang dianalisis. Semakin tinggi bilangan penyabunan menunjukkan bahwa semakin pendek rantai karbon (C) penyusun asam lemak pada minyak. Sebaliknya semakin kecil bilangan penyabunan menunjukkan bahwa semakin panjang rantai karbon (C) yang terkandung dalam asam lemak pada minyak.

Analisis bilangan penyabunan dilakukan dengan menambahkan sejumlah minyak ikan dengan KOH-Alkohol. Penggunaan KOH dilakukan untuk membentuk sabun dari molekul trigliserida pada minyak dengan KOH akan terbentuk suatu garam asam lemak. Fungsi penggunaan alkohol pada analisis penyabunan yaitu sebagai pelarut asam lemak bebas yang selanjutnya akan bereaksi dengan KOH sehingga terjadi reaksi penyabunan. Selanjutnya KOH yang berlebih akan dititrasi dengan HCl menggunakan indikator PP.

Hasil analisis bilangan penyabunan minyak hasil pengolahan limbah industri pengalengan ikan sebesar 130. Menurut Diah (2011) angka penyabunan yang melebihi 500 mg/g akan mengganggu reaksi pembentukan metil ester. Hasil pengukuran bilangan penyabunan pada sampel yang akan digunakan masih di bawah standar maksimum.

4.1.4 Massa Jenis

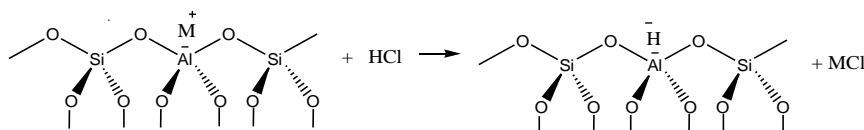
Massa jenis dapat menjadi indikator adanya pengotor pada minyak hasil pengolahan limbah industri pengalengan ikan. Menurut Wibawa (2006) Massa jenis ekstrak minyak ikan pada suhu kamar sebesar 0,94 g/mL. Penelitian Defandi (2015) menyatakan bahwa massa jenis minyak ikan sebesar 0,91 g/mL, hampir sama dengan massa jenis minyak ikan yang dilaporkan oleh Wibawa (2006). Massa jenis minyak ikan hasil pengolahan limbah industri pengalengan ikan yang akan digunakan dalam tranesterifikasi sebesar 0,91 g/mL sama dengan hasil yang telah dilaporkan oleh Defandi (2015).

4.2 Preparasi Zeolit Alam

Penelitian ini menggunakan zeolit alam Malang yang telah diaktivasi dengan HCl untuk menghilangkan kation pengotor logam dan selanjutnya diaktivasi dengan KOH. Zeolit alam yang belum diaktivasi terlebih dahulu dilakukan preparasi untuk menghilangkan pengotor yang larut dalam air. Preparasi zeolit dilakukan dengan perendaman menggunakan akuades. Perendaman dilakukan selama 24 jam dengan *strirrer*, proses ini bertujuan untuk melarutkan pengotor yang terdapat pada zeolit. Proses selanjutnya yaitu penyaringan dan pemanasan dilakukan untuk menghilangkan air pada rongga permukaan zeolit. Pemanasan pada suhu 120 °C selama 4 jam. Menurut Utomo (2011) pemanasan pada suhu 120 °C tidak akan merusak struktur zeolit. Pengayakan 220 *mesh* dilakukan untuk memperbesar luas permukaan dari zeolit.

4.3 Aktivasi Zeolit Alam

Aktivasi zeolit alam bertujuan untuk menempelkan sisi aktif ke dalam pori—pori zeolit. Pada zeolit alam masih terkandung banyak kation pengotor yang menutupi pori-pori zeolit. Sehingga perlu dilakukan perendaman menggunakan HCl 6 M untuk menghilangkan kation pengotor. Proses tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pergantian Kation

Gambar 4.1 menjelaskan bahwa kation pengotor pada permukaan zeolit dapat digantikan H^+ dari HCl. Proses perendaman ini menyebabkan zeolit bersifat asam

untuk itu dilakukan pencucian menggunakan akuades hingga diperoleh pH netral. Sisa-sisa akuades yang tertinggal dalam pori zeolit dapat dihilangkan melalui proses pemanasan.

Proses penempelan inti aktif ke dalam permukaan zeolit bertujuan untuk memaksimalkan kinerja zeolit sebagai katalis. Penempelan inti aktif dilakukan dengan merendam zeolit alam dalam KOH 20 %. K^+ dari KOH akan menempati permukaan zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Impregnasi KOH Pada Zeolit Alam

KOH yang menempel pada zeolit berpengaruh pada pembentukan fasa K_2O . Proses kalsinasi dilakukan dengan pemanasan pada zeolit pada suhu tinggi, untuk penelitian ini menggunakan suhu $450\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Proses kalsinasi bertujuan untuk mengubah KOH bentuk oksidanya yaitu K_2O . K_2O inilah yang bertindak sebagai sisi aktif untuk memaksimalkan kinerja zeolit sebagai katalis.

Menurut Kusuma, dkk. (2013) senyawa K^+ yang melekat pada permukaan zeolit selama kalsinasi akan teroksidasi menjadi bentuk oksidanya. K_2O merupakan senyawa yang bersifat basa dan memiliki aktivitas katalitik yang tinggi dalam reaksi transesterifikasi dibandingkan H^+ pada zeolit yang cenderung bersifat asam. Semakin banyak gugus K_2O yang terbentuk akan meningkatkan kebasahan dari katalis.

4.4 Karakterisasi KOH/Zeolit Alam

Karakterisasi zeolit alam yang telah diaktivasi dengan KOH dapat dilakukan dengan menggunakan XRD. Analisis XRD bertujuan untuk melihat kristalinitas yang baik serta adanya puncak K_2O dari zeolit yang telah diaktivasi, difraktogram yang memiliki pola dengan pemisahan dengan puncak-puncak yang jelas serta insentitas yang tajam menunjukkan bahwa zeolit tersebut memiliki kristalinitas yang baik. Hasil analisi sampel zeolit yang telah di impregnasi dengan menggunakan KOH menunjukkan difraktogram hasil XRD pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Pola XRD a. KOH/Zeolit alam dan b. Zeolit Alam

Gambar 4.3 menunjukkan adanya perbedaan pada pola difraktogram untuk zeolit alam dengan KOH/Zeolit Alam terutama untuk puncak 2θ XRD zeolit alam dan KOH/Zeolit yang ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Puncak 2 θ XRD Zeolit Alam dan KOH/Zeolit Alam

Zeolit Alam		KOH/Zeolit alam	
2 θ ($^{\circ}$)	Intensitas %	2 θ ($^{\circ}$)	Intensitas %
19,8938	6,78	19,8900	3,3
21,0334	21,18	20,9675	15,57
22,2355	10,65	22,1306	6,93
23,6906	7,34	23,6700	1,86
24,3425	13,56	24,3393	5,64
25,5581	4,23	25,5586	1,7
26,7233	100,00	26,7502	100
28,0787	34,04	28,0379	17,24
30,5967	7,04	30,3279	2,02
-	-	31,0100	4,18
35,2490	6,69	35,2500	1,03
36,6446	10,61	36,6505	7,87
37,6074	4,17	37,5900	1,05
-	-	39,0100	5,01
39,6248	8,51	39,5864	5,08
40,4424	3,75	40,4193	2,15
42,5905	10,86	42,5750	5,35
45,9391	5,09	45,9220	2,43

Tabel 4.2 menunjukkan bahwa hasil XRD KOH/Zeolit terdapat fasa K_2O pada $2\theta = 31,01^{\circ}$ dan $39,01^{\circ}$. Adanya fasa K_2O menunjukkan bahwa KOH pada permukaan zeolit telah berubah menjadi bentuk oksidanya melalui proses kalinasasi. Zeolit alam dan KOH/zeolit alam, dari hasil XRD dapat diketahui terjadi penurunan intensitas pada KOH/zeolit alam. Penurunan intensitas disebabkan karena ketidakteraturan struktur dari zeolit karena adanya kation yang menempel pada pori-pori zeolit.

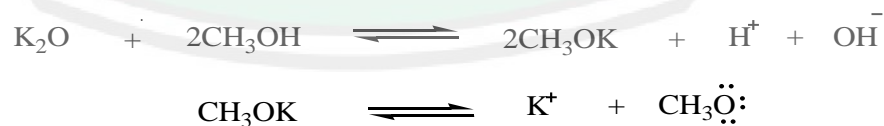
4.5 Reaksi Transesterifikasi Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri

Reaksi transesterifikasi merupakan pembentukan senyawa metil ester dari reaksi antara trigliserida dengan metanol. Reaksi transesterifikasi dilakukan didalam refluks untuk mencegah adanya metanol yang menguap karena pemanasan.

Transesterifikasi membutuhkan suatu katalis untuk mempercepat reaksi terbentuknya senyawa metil ester. Penelitian ini menggunakan waktu reaksi selama 3 jam berdasarkan penelitian Wirasito, dkk. (2014) dapat menghasilkan produk secara maksimal. Secara stoikiometri setiap satu mol trigliserida membutuhkan tiga mol metanol untuk membentuk senyawa metil ester.

Reaksi transesterifikasi bersifat *reversible* sehingga terjadi pergeseran ke arah reaktan. Waktu reaksi yang terlalu lama akan mengakibatkan produk yang terbentuk berubah menjadi reaktan sehingga dapat mengurangi senyawa metil ester yang dihasilkan (Kusuma, dkk., 2011). Reaktan pada reaksi dibuat berlebih dengan tujuan agar kesetimbangan lebih bergeser ke arah produk. Reaksi transesterifikasi menghasilkan produk samping berupa gliserol yang mana pada akhir reaksi dilakukan penambahan akuades panas untuk menghilangkan gliserol serta mengendapkan sisa katalis.

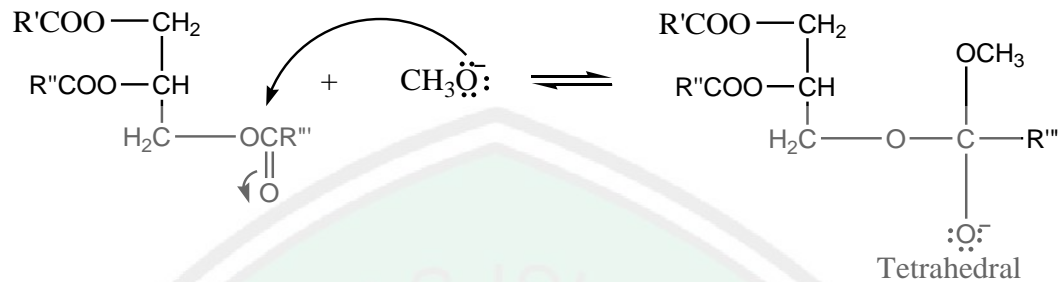
Tahap awal yaitu adsorpsi metanol pada permukaan zeolit, reaksi akan berlangsung di permukaan. Metanol sendiri merupakan suatu nukleofil yang lemah, dengan adanya sisi aktif K^+ pada zeolit dapat membantu dalam pembentukan ion metoksida yang merupakan nukleofil kuat.



Gambar 4.4 Pembentukan Ion Metoksida (Kusuma, 2013)

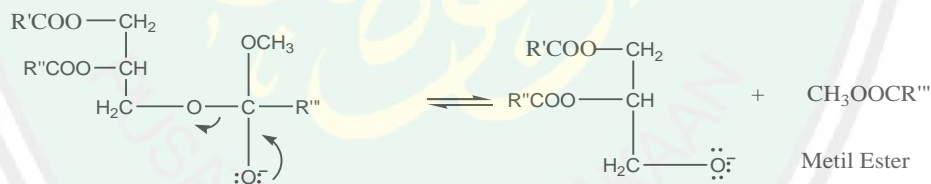
Ion metoksida terbentuk karena adanya reaksi antara K_2O dengan metanol. Ion metoksida memiliki aktivitas katalitik yang tinggi. Tahapan selanjutnya adalah pembentukan zat antara tetrahedral dengan penyerangan PEB (pasangan electron

bebas) pada ion metoksida terhadap atom karbon yang dapat dilihat pada Gambar 4.5.



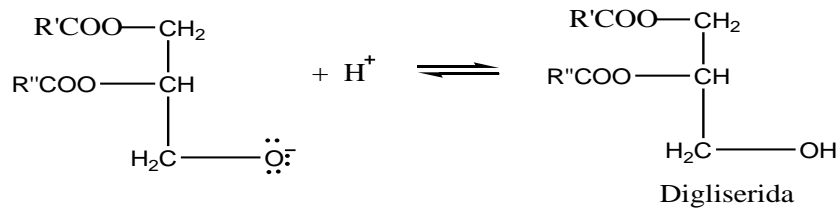
Gambar 4.5 Pembentukan Zat Antara Tetrahedral

Ion metoksida yang reaktif mampu menyerang C=O (karbonil) yang ada pada trigliserida, yang mengakibatkan terputusnya ikatan π pada C=O sehingga muatan atom $-O^-$ menjadi negatif. Penyerangan ini mengarah pada pembentukan zat antara tetrahedral. Zat antara tetrahedral dapat mengalami penataan ulang yang akan mengarah pada pembentukan ion digliserida dan senyawa metil ester dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 2.6 Pembentukan Metil Ester

Zat antara tetrahedral mengalami penataan ulang, dimana PEB (Pasangan Elektron Bebas) dari atom $-O^-$ membentuk rangkap kembali dengan C=O karbonil yang menyebabkan terlepasnya ikatan C-O sehingga menghasilkan senyawa metil ester dan ion digliserida. Tahap selanjutnya adalah pembentukan senyawa digliserida dapat dilihat pada Gambar 4.7



Gambar 4.7 Pembentukan Digliserida

Ion digliserida bereaksi dengan H^+ dari hasil reaksi samping pembentukan ion metoksida. Ion digliserida dimungkinkan juga dapat bereaksi dengan metanol seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 berikut:



Gambar 4.8 Pembentukan Senyawa Digliserida dan Ion Metoksida

Ion metoksida mampu bereaksi kembali dengan digliserida untuk menghasilkan monogliserida dan senyawa metil ester. Monogliserida yang terbentuk akan diserang pula oleh ion metoksida membentuk metil ester lainnya dan senyawa glliserol. Produk-produk yang diperoleh selanjutnya akan didesorpsi dari permukaan katalis.

Menurut penelitian Darnoko dan Ceryan (2000) pembentukan digliserida dari trigliserida membutuhkan waktu yang lebih lama dibandingkan pembentukan monogliserida dari digliserida, sedangkan pembentukan senyawa metil ester memiliki waktu yang lebih cepat. Rendemen senyawa metil ester yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Rendemen Metil Ester

Rasio mol	Rendemen metil ester (%)
1:9	91
1:12	87
1:15	86

Tabel 4.3 menunjukkan bahwa pada perbandingan 1:9 memberikan nilai rendemen yang paling besar yaitu 91 %, untuk perbandingan 1:12 rendemen yang dihasilkan sebesar 87 % sedangkan pada perbandingan 1:15 diperoleh rendemen sebesar 86 %. Kenaikan rasio mol metanol memberikan penurunan pada rendemen yang dihasilkan, hal ini dikarenakan bahwa trigliserida yang terkandung dalam minyak telah habis bereaksi dengan metanol pada 1:9. Menurut Intarapong, *et al.*, (2013), Metanol yang terlalu berlebih dapat melarutkan gliserol yang mengakibatkan proses pemisahan menjadi lebih sulit sehingga memberikan penurunan pada kadar metil ester.

4.6 Analisis Metil Ester

Analisis metil ester dilakukan untuk mengetahui karakteristik serta kualitas metil ester yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi. Analisis yang dilakukan pada penelitian ini meliputi analisis kadar air, analisis densitas, analisis asam lemak bebas, analisis bilangan iod, serta analisis dengan KGMS (Kromatografi Gas Spektroskopi Massa).

4.6.1 Analisis Kadar Air

Analisi kadar air bertujuan untuk mengetahui besaran air yang terdapat pada metil ester (biodiesel) yang dihasilkan. Menurut SNI (2015), kadar air yang diijinkan untuk biodiesel adalah kurang dari 0,5 %. Hasil analisis kadar air dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Table 4.4 Hasil Analisis Kadar Air

Rasio mol	Kadar air (%)
1:9	3,49
1:12	6,27
1:15	4,65

Analisis kadar air dilakukan dengan pemanasan pada suhu 120 °C untuk menguapkan air yang terdapat pada biodiesel. Dari penelitian tersebut didapatkan hasil analisis kadar air minimal pada perbandingan metanol 1:9 dengan kadar air sebesar 3,49 % untuk perbandingan methanol 1:12 diperoleh kadar air sebesar 6,27 % sedangkan pada perbandingan 1:15 kadar air sebesar 4,65 %. Kadar air yang tinggi disebabkan pemisahan produk pada saat pencucian produk metil ester dengan air kurang maksimal sehingga masih banyak air yang tertahan dalam produk. Kadar air yang tinggi dapat dikurangi dengan penambahan Na_2SO_4 anhidrat untuk mengikat sisa air yang terdapat dalam hasil reaksi.

4.6.2 Analisis Asam Lemak Bebas

Analisis asam lemak bebas pada metil ester bertujuan untuk mengetahui besar asam lemak yang dibebaskan saat hidrolisis. Reaksi hidrolisis terjadi karena adanya trigliserida yang dihidrolisis oleh air. Penetapan asam lemak bebas maksimal yang terdapat pada metil ester sebesar 0,8 mg-KOH/g berdasarkan SNI (2015). Hasil analisis asam lemak bebas ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Table 4.5 Analisis Asam Lemak Bebas

Rasio mol	Asam lemak bebas (mgKOH/g)
1:9	0,047
1:12	0,053
1:15	0,048

Analisis asam lemak bebas dilakukan dengan titrasi asam basa dimana asam lemak bebas akan dititrasi dengan KOH sehingga membentuk suatu garam. Titik

akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna karena adanya indikator PP yang bekerja pada rentang pH 8,3-10. Penelitian yang telah dilakukan pada perbandingan 1:9 diperoleh asam lemak bebas sebesar 0,047 mg-KOH/g, perbandingan 1:12 sebesar 0,053 mg-KOH/g dan perbandingan 1:15 sebesar 0,048 mg-KOH/g. Hasil analisis asam lemak bebas masih di bawah standar yang ditetapkan SNI 7182:2015.

4.6.3 Analisis Densitas

Analisis densitas menunjukkan adanya pengotor dalam metil ester yang dihasilkan. Berdasarkan SNI (2015) densitas jenis metil ester yang diperbolehkan berkisar antara 0,85-0,89 g/mL. Hasil analisis densitas dapat dilihat pada Tabel 4.6.

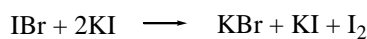
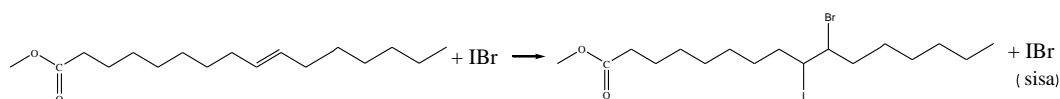
Table 4.6 Analisis Densitas

Rasio mol	Densitas (g/mL)
1:9	0,881
1:12	0,871
1:15	0,876

Analisis densitas dilakukan menggunakan piknometer 25 mL dengan menghitung berat produk dan dibandingkan dengan volume piknometer. Densitas yang diperoleh dari metil ester hasil transesterifikasi untuk perbandingan metanol 1:9 sebesar 0,881 g/mL, perbandingan 1:12 sebesar 0,871 g/mL dan perbandingan 1:15 sebesar 0,876 g/mL. Hasil densitas tersebut masih memenuhi standar yang telah ditetapkan oleh SNI 7182:2015.

4.6.4 Uji Bilangan Iod

Bilangan iod menunjukkan angka ketidakjenuhan senyawa metil ester yang dihasilkan. Metil ester yang tidak jenuh mampu mengikat iod, banyaknya iod yang diikat menunjukkan jumlah ikatan rangkap. Semakin banyak ikatan rangkap pada senyawa metil ester maka derajat ketidakjenuhan akan semakin tinggi.



Gambar 4.9 Reaksi Analisis Bilangan Iod (Nielsen, 2003)

Penetapan bilangan iod dilakukan dengan melarutkan sampel dalam pelarut kemudian ditambahkan senyawa halogen untuk mengadisi ikatan rangkap. Selanjutnya dilakukan penambahan larutan KI untuk mengurangi kelebihan IBr menjadi iod bebas (I_2). Iod bebas yang berlebih dititiasi menggunakan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang telah distandarisasi dan ditambahkan pati sebagai indikator.

Berdasarkan SNI angka iod pada metil ester maksimal sebesar 115 g/100g.

Hasil analisis bilangan iod dapat dilihat pada Tabel 4.7.

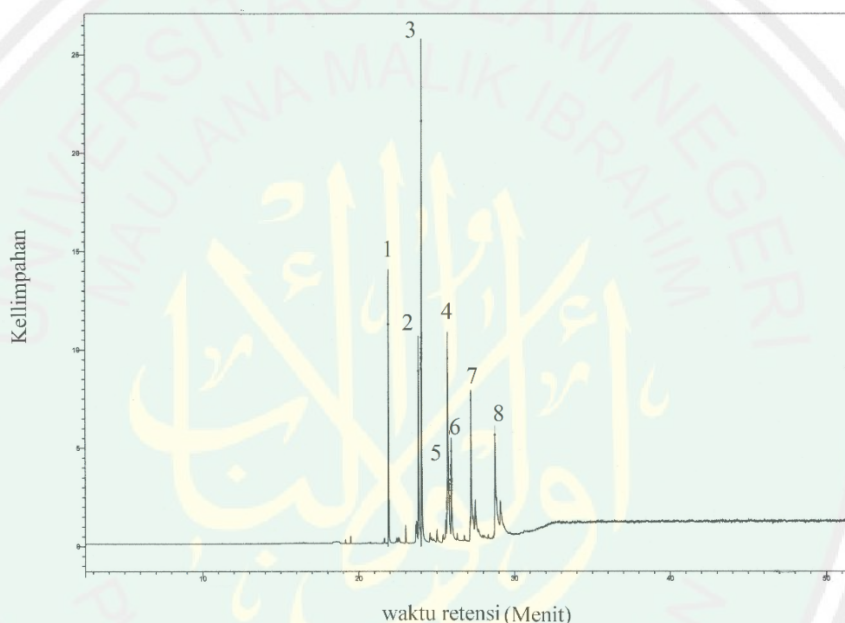
Table 4.7 Analisis Bilangan Iod

Rasio mol	Bilangan iod (g/100g)
1:9	113,30
1:12	126,14
1:15	119,25

Penamabahan metanol dengan perbandingan 1:9 diperoleh angka iod sebesar 113,30 g/100 g, perbandingan 1:12 diperoleh angka iod sebesar 126,14 g/100 g, dan pada perbandingan 1:15 diperoleh angka iod sebesar 119,25 g/100 g. Angka iod ini berpengaruh pada besarnya angka setana yaitu angka yang menunjukkan seberapa cepat bahan bakar dapat terbakar secara spontan, semakin tinggi angka iod maka angka setana yang dimiliki oleh senyawa metil ester akan semakin rendah.

4.6.5 Analisis KGMS

Analisis KGMS bertujuan untuk mengetahui jumlah senyawa yang dapat dipisahkan dari hasil reaksi. Pada umumnya senyawa biodiesel tersusun atas ester dari asam lemak dengan atom karbon antara C-12 sampai C-22 (Arita, dkk., 2008). Analisis ini menghasilkan puncak-puncak yang menunjukkan jenis metil ester yang spesifik. Hasil analisis KGMS dapat dilihat pada Gambar 4.10.

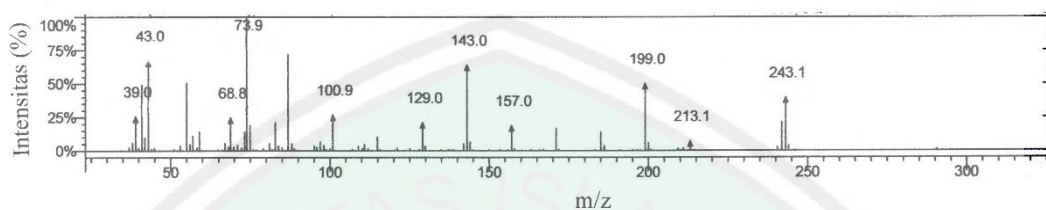


Gambar 4.10 Kromatogram Senyawa Metil Ester

Hasil KGMS menunjukkan adanya 8 senyawa yang dapat dipisahkan dengan nilai Rf yang berbeda sehingga dapat dibandingkan dengan standar. Menurut Handayani (2010) suatu senyawa dapat dikatakan mempunyai kemiripan dengan standar apabila senyawa tersebut memiliki berat molekul yang sama, pola fragmentasi yang mirip, serta memiliki indeks kemiripan yang tinggi.

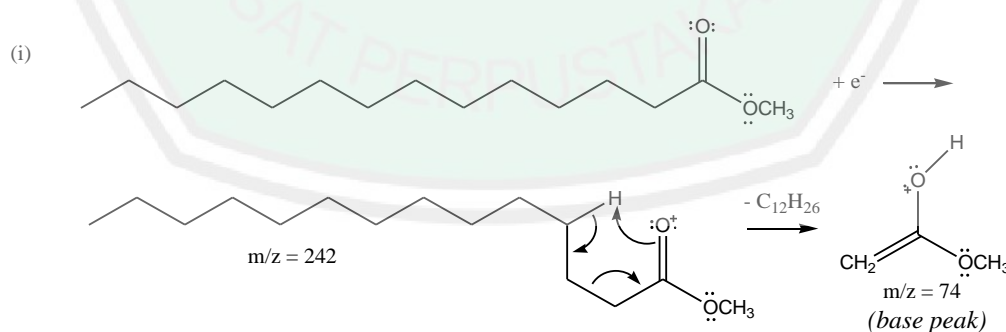
Komponen pada peak 1 dengan $R_t = 21,920$ menit memberikan puncak-puncak dengan m/z sebagai berikut: 243, 213, 199, 157, 143, 129, 100, 74, 69, 43 dan 39. Berdasarkan pendekatan literatur menggunakan spetra massa menunjukkan

bahwa komponen dengan $R_t = 21,920$ adalah senyawa metil 12-metil tridekanoat (metil miristat). Spektre massa komponen dengan $R_t = 21,920$ dan metil miristat dapat dilihat pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Spektre MS $R_t = 21,920$

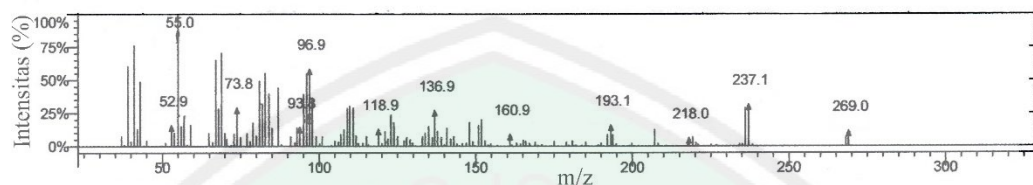
Gambar 4.11 spektre MS di atas menunjukkan ion molekuler 242 (M^+) yang berasal dari $C_{15}H_{30}O_2^+$. Puncak dasar m/z 74 sebagai puncak dasar (*base peak*) yang berasal dari $C_3H_6O_2^+$ terbentuk melalui penataan ulang Mc Lafferty. Pecahan m/z 43 berasal dari $C_3H_7^+$ yang terbentuk dari lepasnya gugus $C_{12}H_{24}O_2$. Untuk m/z 199 berasal dari $C_{12}H_{23}O_2^+$ dengan terlepasnya C_3H_8 sedangkan pada m/z 157 berasal dari lepasnya C_3H_6 . Puncak-puncak pada m/z 143, 129, dan 10 merupakan deret $C_nH_{2n+1}O_2$ yang dihasilkan dari pemutusan ikatan C-C. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 74 dapat di lihat pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Miristat

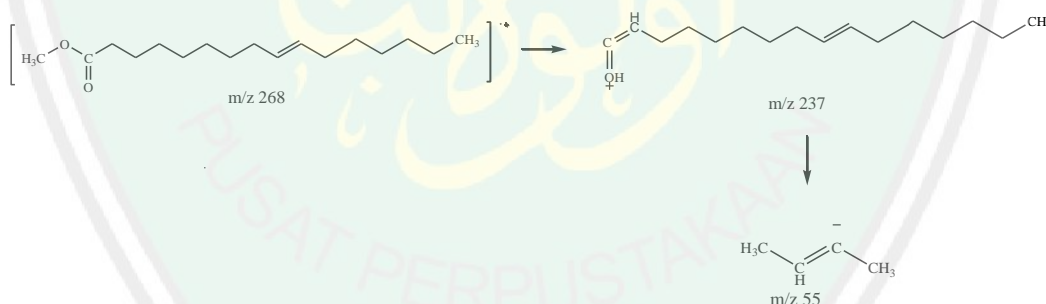
Komponen pada peak 2 dengan $R_t = 23,839$ menit menunjukkan puncak-puncak dengan nilai m/z sebagai berikut: 269, 237, 218, 193, 161, 137, 119, 97, 94, 74, 55, dan 53. Berdasarkan pendekatan literatur dapat diperkirakan senyawa

tersebut merupakan metil 9-heksadekanoat (metil palmitoleat). Spektra MS untuk senyawa pada $R_t=23,839$ dan senyawa metil palmitoleat dapat dilihat pada Gambar 4.13.



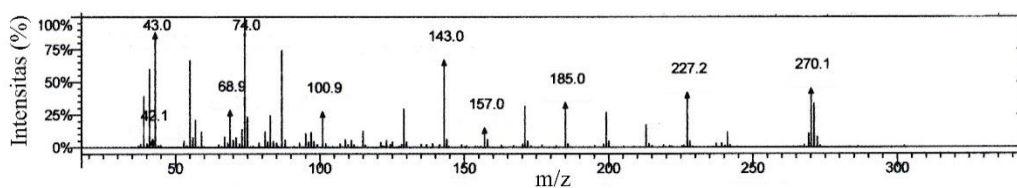
Gambar 4.13. Spektra MS $R_t = 23,839$

Gambar 4.13 menunjukkan bahwa ion molekuler (M^+) senyawa ini yaitu 268 berasal dari $C_{17}H_{32}O_2^+$. Pecahan dengan m/z 55 (*base peak*) berasal dari $C_4H_7^+$ yang diperoleh dari lepasnya $C_{12}H_{22}O$ pada m/z 237 yang merupakan $C_{16}H_{29}O^+$ berasal dari m/z 268 yang kehilangan CH_3O pada $C_{17}H_{22}O_2^+$. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 55 dapat di lihat pada Gambar 4.14.



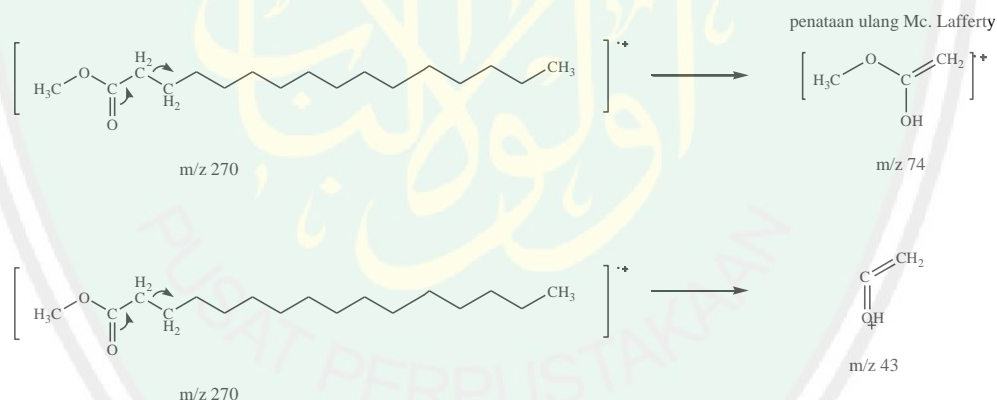
Gambar 4.14 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Palmitoleat

Komponen pada peak 3 dengan $R_t = 24,050$ menit memberikan puncak-puncak dengan nilai m/z sebagai berikut: 270, 227, 185, 157, 143, 101, 74, 69, dan 43. Berdasarkan literatur dapat diperkirakan bahwa senyawa pada $R_t=24,050$ merupakan senyawa 12-metil heksadekanoat (metil palmitat). Spetra MS untuk komponen pada R_t 24,050 dan metil palmitat dapat dilihat pada Gambar 4.15.



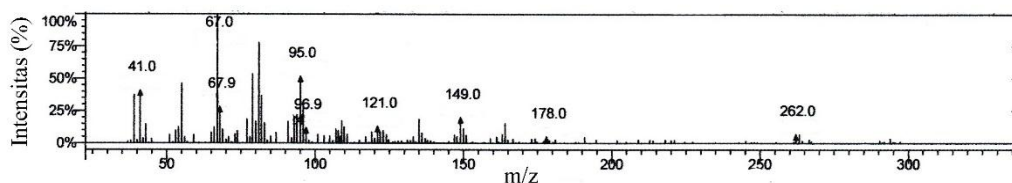
Gambar 4.15 Spektra MS Senyawa pada Rt = 24,050

Gambar 4.15 menunjukkan bahwa ion molekuler (M^+) dengan m/z 270 yang berasal dari $C_{17}H_{34}O_2^+$. Puncak dengan m/z 74 sebagai *base peak* yang berasal dari $C_3H_6O_2^+$. Terbentuk dari penataan ulang Mc Lafferty. Pecahan m/z 227 yang berasal dari $C_{14}H_{27}O_2^+$. Dengan terpecahnya $C_3H_7^+$ sebagai m/z 43. Sedangkan untuk m/z 185, 157, 143, 101, 74, 69, dan 43 merupakan deret $C_nH_{2n+1}O_2$ yang berasal dari pemutusan C-C. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 55 dapat di lihat pada Gambar 4.16.



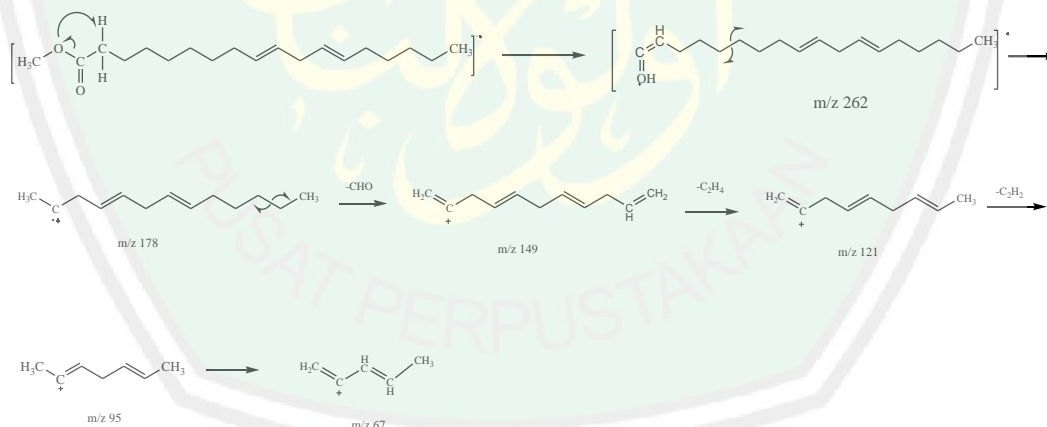
Gambar 4.16 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Palmitat

Komponen pada peak 4 dengan Rt = 25,673 memiliki nilai m/z sebagai berikut: 262, 178, 149, 121, 97, 95, 68, 67, dan 41. Berdasarkan literatur senyawa tersebut merupakan metil 9,12-oktadekanoat (metil linoleat). Spektra MS komponen dengan Rt=25,673 dan metil linoleat dapat dilihat pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Spektra MS Senyawa pada Rt = 25,673 Menit

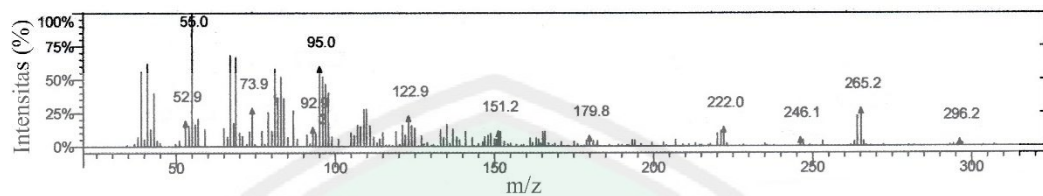
Gambar 4.17 menunjukkan bahwa ion molekular (M^+) dengan m/z 262 yang berasal dari $C_{18}H_{30}O^+$ dengan terlepasnya gugus CH_3O dari $C_{19}H_{34}O_2$. Puncak dengan m/z 67 sebagai *base peak* berasal dari $C_4H_7^+$ dengan terlepasnya $C_{15}H_{27}O_2$. Pada m/z 178 diperoleh dari $C_{12}H_{18}O^+$ dengan terlepasnya C_6H_{12} dari ion molekular (M^+). Pecahan m/z 149 berasal dari $C_{11}H_{17}^+$ dengan lepasnya $C_8H_{17}O_2$. Pecahan m/z 95 berasal dari terlepasnya $C_3H_4^+$ dari fragmen m/z 149. Sedangkan untuk m/z 121 diperoleh dari dari terlepasnya $C_2H_4^+$. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 67 dapat di lihat pada Gambar 4.18.



Gambar 4.18 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Linoleat

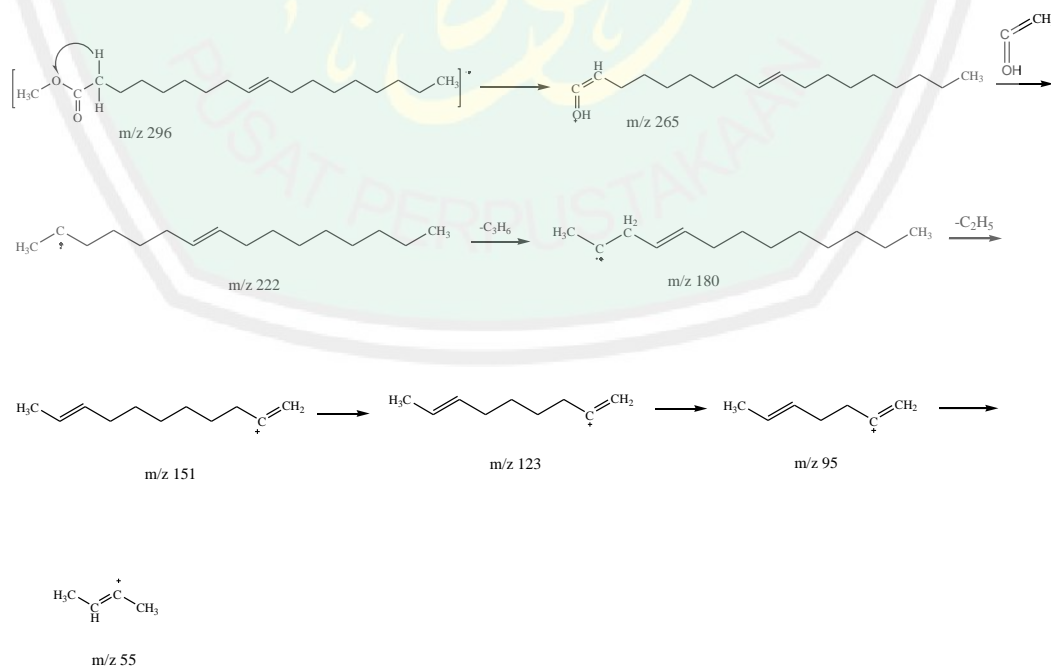
Komponen pada peak 5 dengan Rt = 25,729 menit memberikan puncak untuk spektra MS pada m/z 55, 74, 95, 123, 151, 180, 222, 246, 265, 296. Berdasarkan literatur senyawa pada Rt = 25,729 merupakan senyawa metil 9-

oktadekanoat (metil oleat). Spektra MS untuk senyawa pada $R_t = 25,729$ menit serta standar senyawa metil oleat dapat dilihat pada Gambar 4.19.



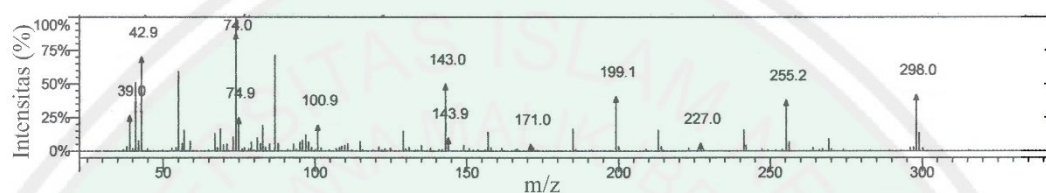
Gambar 4.19 Spektra MS Senyawa pada $R_t = 25,729$ Menit

Gambar 4.19 menunjukkan bahwa ion molekuler (M^+) senyawa adalah 296 berasal dari $C_{19}H_{36}O_2^+$ untuk puncak dasar diperoleh m/z 55 berasal dari $C_4H_4^+$. m/z 265 diperoleh dari $C_{18}H_{35}O^+$ dengan lepasnya CH_3O pada ion molekuler. Pecahan m/z 222 didapat dari $C_{16}H_{32}^+$, sedangkan untuk puncak m/z 180 berasal dari $C_{13}H_{24}^+$. m/z 123 berasal dari $C_9H_{14}^+$, untuk pecahan m/z 95 diperoleh dari $C_7H_{11}^+$. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 55 dapat di lihat pada Gambar 4.20.



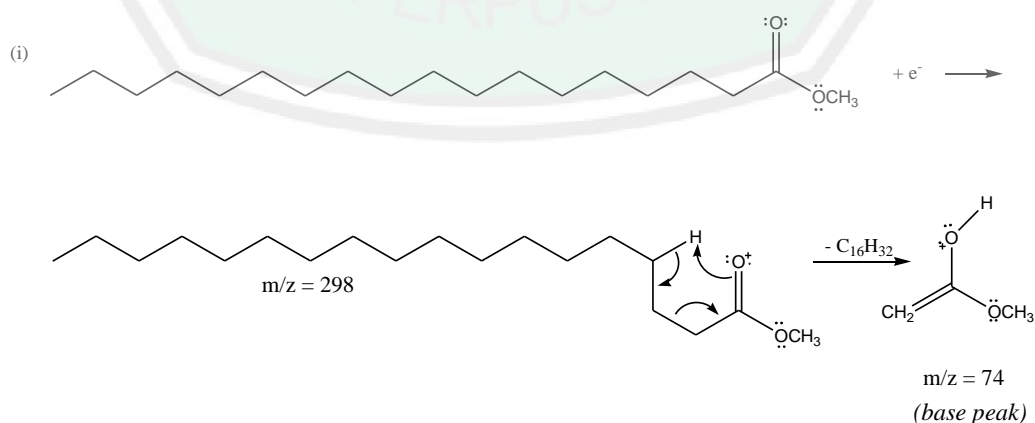
Gambar 4.20 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Oleat

Komponen pada peak 6 dengan $R_t = 25,951$ menunjukkan puncak-puncak m/z sebagai berikut: 298, 255, 227, 199, 171, 143, 111, 74, dan 43. Berdasarkan literatur dapat diperkirakan bahwa senyawa tersebut merupakan metil oktadekanoat (metil stearat). Spektra MS untuk senyawa $R_t=25,951$ dan senyawa standar metil stearat dapat di lihat pada Gambar 4.21.



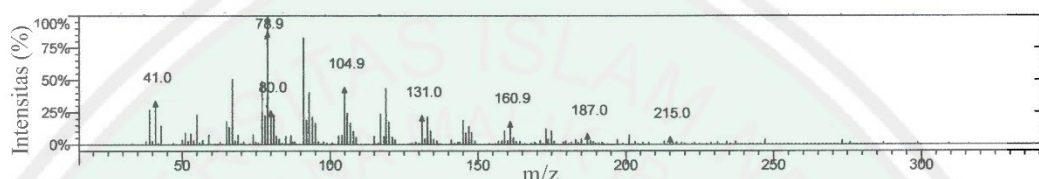
Gambar 4.21 Spektra MS $R_t = 25,951$ Menit

Gambar 4.21 menunjukkan ion molekuler (M^+) m/z sebesar 298 yang berasal dari $C_{19}H_{38}O_2^+$. Pecahan m/z 74 sebagai puncak dasar (*base peak*) yang didapat dari $C_3H_6O_2^+$ yang terbentuk karena adanya penataan ulang Mc Lafferty. Pecahan m/z 59 berasal dari $C_2H_3O_2^+$ sedangkan untuk pecahan m/z 43 diperoleh dari $C_3H_7^+$. Pecahan m/z 255, 199, 143, dan 111 merupakan deret $C_nH_{2n+1}O_2$ yang berasal dari pemutusan rantai C-C. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 55 dapat di lihat pada Gambar 4.22.



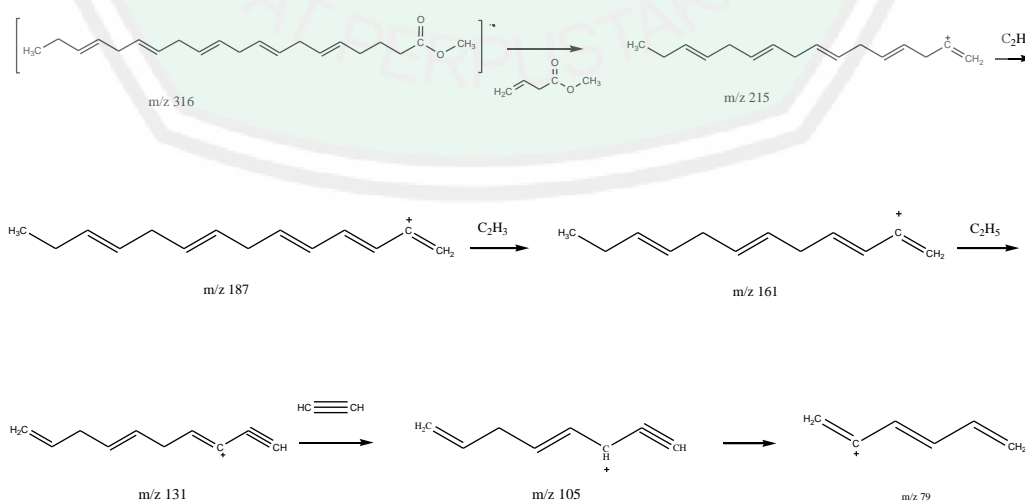
Gambar 4.22 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Stearat

Komponen pada peak 7 dengan $R_t = 27,214$ menit memberikan puncak-puncak dengan nilai m/z sebagai berikut: 215, 187, 161, 131, 105, dan 79. Berdasarkan literatur dapat diperkirakan bahwa pada $R_t = 27,214$ merupakan senyawa metil 5,8,11,14,17-Eikosapentaenoat. Spektra MS untuk komponen pada $R_t=27,214$ dan standar untuk eiksopentanoat dapat dilihat pada Gambar 4.23.



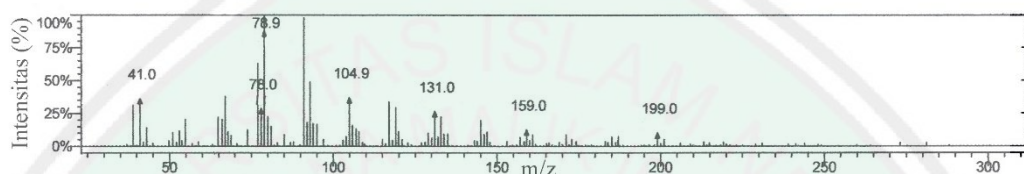
Gambar 4.23 Spektra MS pada $R_t = 27,214$

Gambar 4.23 menunjukkan bahwa ion molekuler (M) dengan m/z 215 yang berasal dari $C_{16}H_{23}^+$ dengan puncak dasar pada m/z 79 diperoleh dari $C_6H_7^+$. Pecahan m/z 187 berasal dari $C_{14}H_{20}^+$, untuk m/z 10 diperoleh dari $C_{12}H_{17}^+$, pecahan m/z 131 berasal dari $C_{10}H_{15}^+$ dan untuk pecahan m/z 105 diperoleh dari $C_8H_{13}^+$. Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 55 dapat di lihat pada Gambar 4.24.



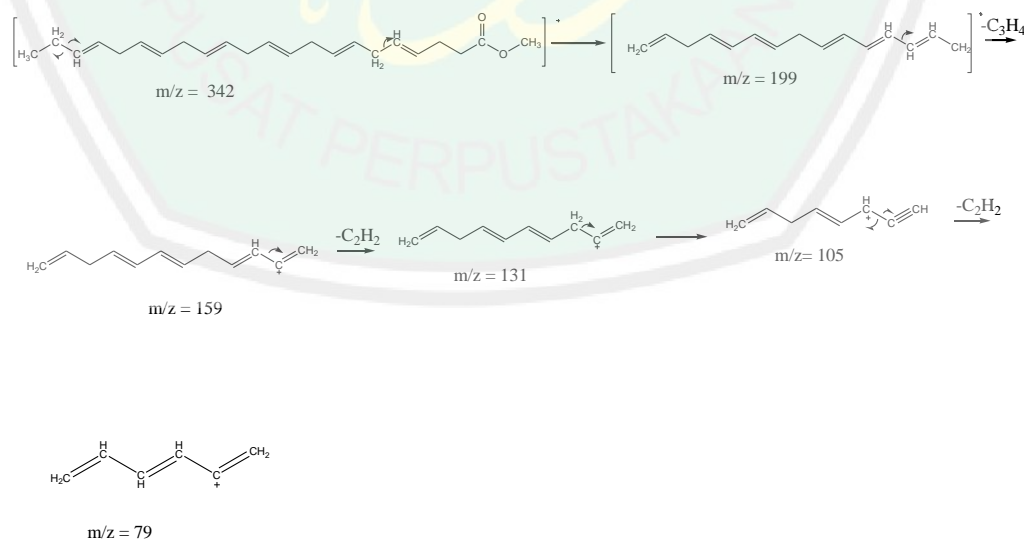
Gambar 4.24 Perkiraan Pola Fragmentasi Senyawa Metil Eiksopentanoat

Komponen pada peak 8 dengan $R_t = 28,752$ memberikan puncak-puncak dengan nilai m/z sebagai berikut: 199,159,131,105,79,41. Berdasarkan literatur bahwa senyawa pada $R_t = 28,752$ merupakan metil 4,7,10,13,1,19-Dokosaheksaenoat. Spektra MS untuk $R_t = 28,752$ dan standar metil Dokosaheksaenoat dapat dilihat pada Gambar 4.25.



Gambar 4.25 Spektra MS $R_t = 28,752$ Menit

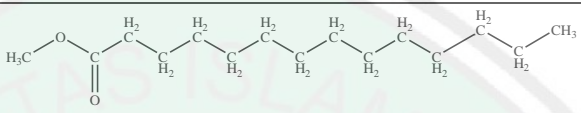
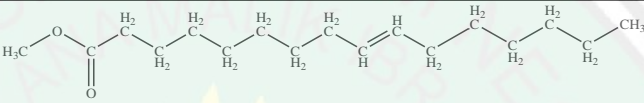
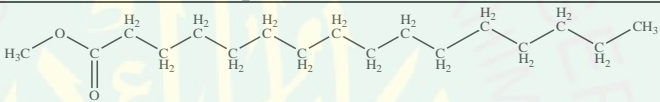
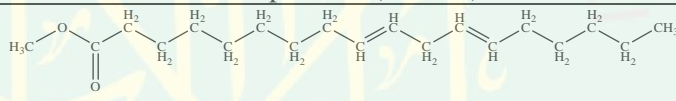
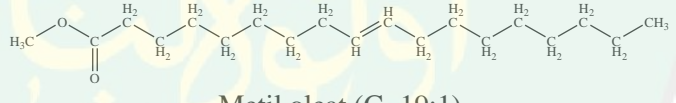
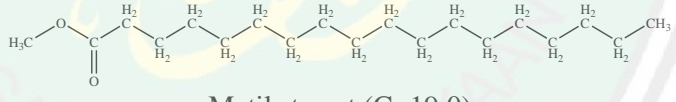
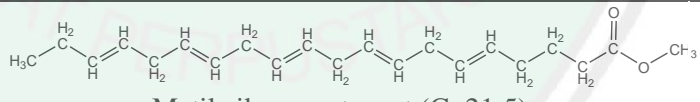
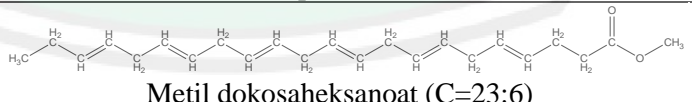
Gambar 4.25 menunjukkan bahwa ion molekuler dengan m/z 199 berasal dari $C_{15}H_{19}^+$, sebagai *base peak* diperoleh dari $C_6H_7^+$ dengan m/z 79. Pecahan 159 diperoleh dari $C_{12}H_{15}^+$ sedangkan pada m/z 131 didapatkan dari pecahan $C_{10}H_{11}^+$. Pecahan dengan m/z 105 diperoleh dari $C_8H_9^+$ dengan terlepasnya C_2H_2 . Perkiraan fragmentasi pada puncak dasar pada m/z 55 dapat di lihat pada Gambar 4.26.



Gambar 4.26 Perkiraan pola fragmentasi senyawa metil dokosaheksanoat

Hasil analisis KGMS untuk produk dari transesterifikasi menunjukkan adanya 8 senyawa metil ester yang dapat dipisahkan. Kandungan metil ester dapat ditunjukkan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Senyawa Metil Ester Hasil Analisis KGMS

Peak	Waktu Retensi (menit)	Jenis Senyawa	% Senyawa
1.	21,920	 metil miristat (C=15:0)	16,98
2.	23,841	 metil palmitoleat (C=17:1)	9,75
3.	24,044	 Metil palmitat (C=17:0)	29,45
4.	25,674	 Metil linoleat (C=19:2)	2,51
5.	25,729	 Metil oleat (C=19:1)	7,95
6.	25,952	 Metil stearat (C=19:0)	9,25
7.	27,208	 Metil eikosapentanoat (C=21:5)	14,53
8.	28,751	 Metil dokosaheksanoat (C=23:6)	9,57

Data pada Tabel 4.8 menunjukkan bahwa dalam hasil transesterifikasi terdapat delapan senyawa yang dapat dipisahkan. Persentase dari masing-masing senyawa dapat diperoleh dari perbandingan luas area masing-masing puncak dengan luas area total. Delapan senyawa tersebut memiliki nilai Rt (*Retention time*) masing-masing yang menunjukkan setiap senyawa memiliki waktu pemisahan yang

bergantung pada jumlah atom karbon serta jumlah ikatan rangkap. Semakin panjang rantai karbon suatu metil ester menyebabkan senyawa tersebut lebih terdistribusi pada fasa diam yaitu kolom (non polar), sehingga nilai R_t lebih besar. Semakin banyak ikatan rangkap menyebabkan senyawa tersebut lebih terdistribusi pada fasa gerak sehingga nilai R_t lebih kecil. Hasil analisis KGMS menunjukkan adanya senyawa metil ester jenuh dan tidak jenuh, senyawa yang jenuh memiliki persentase sebesar 55,68 % sedangkan untuk senyawa yang tidak jenuh sebesar 44,32 %.

Senyawa yang jenuh merupakan metil ester yang tidak mempunyai ikatan rangkap dan memiliki titik didih yang lebih tinggi sehingga tahan terhadap panas. Dikatakan jenuh karena atom karbon telah mengikat hidrogen secara maksimal. Senyawa yang tidak jenuh merupakan metil ester yang mengandung minimal satu ikatan rangkap. Banyaknya ikatan rangkap akan menyebabkan tingginya angka iodin pada senyawa metil ester, sehingga kemampuan senyawa metil ester untuk terbakar secara spontan akan semakin kecil.

4.7 Pemanfaatan Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan dalam Perspektif Islam

Allah SWT menciptakan alam dengan segala isinya yang ada di bumi ini untuk keberlangsungan hidup dan kebutuhan hidup manusia. Segala penciptaan Allah SWT adalah suatu kebenaran dan tidak ada yang sia-sia. Begitu juga Allah SWT telah menciptakan lautan dengan segala makhluk hidup yang ada di dalamnya, dan Allah SWT menciptakan manusia yang dibekali dengan akal pikiran sehingga menjadikannya untuk memikirkan pemanfaatan dari yang Allah SWT ciptakan. Salah satu pemanfaatan dari adanya lautan dengan segala jenis ikan

adalah berdirinya industri-industri pengalengan ikan, seperti yang dijelaskan firman Allah SWT dalam surat an-Nahl (16):14 sebagai berikut:

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ مَوَاجِرَ فِيهِ وَلِتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ ﴿١٤﴾

“Dan Dialah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu), agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar (ikan), dan kamu mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai; dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya, dan supaya kamu bersyukur” (QS an Nahl : 14).

Istilah *الْبَحْرَ* “lautan” dan istilah *وَتَسْتَخْرِجُوا* dapat diartikan mengambil ikan dari lautan. Lafadz *وَلِتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ* “dan supaya kalian mencari dari karunia-Nya” (Jalalain, 2008). Surat an-Nahl (16):14 menjelaskan bahwa Allah SWT telah menciptakan lautan dengan kekayaan laut (ikan) yang melimpah, agar dapat dimanfaatkan dalam industri pengalengan ikan.

Proses industri pengalengan ikan akan menghasilkan limbah cair yang berdampak negatif bagi kesehatan masyarakat di sekitar industri. Dalam limbah tersebut masih terdapat kandungan minyak ikan. Minyak yang sudah dipisahkan dari limbah cair memiliki kandungan trigliserida yang berpotensi untuk pembentukan senyawa metil ester atau biodiesel. Pemanfaatan limbah untuk menjadi bahan bakar terbarukan menunjukkan bahwa manusia sebagai khalifah yang mempunyai tugas serta tanggung jawab terhadap alam sekitar. Seperti halnya Allah SWT telah menciptakan manusia sebagai khalifah agar senantiasa menjaga dan melestarikan Bumi sebagaimana dijelaskan dalam surat Al-Baqarah (2) : 30 Allah SWT berfirman :

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ
وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ ﴿٣٠﴾

“Dan (ingatlah) tatkala Tuhan engkau berkata kepada Malaikat: Sesungguhnya Aku hendak menjadikan di bumi seorang khalifah. Berkata mereka: Apakah Engkau hendak menjadikan padanya orang yang merusak di dalam nya dan menumpahkan darah, padahal kami bertasbih dengan memuji Engkau dan memuliakan Engkau ? Dia berkata : Sesungguhnya Aku lebih mengetahui apa yang tidak kamu ketahui”.

Lafadz خَلِيفَةً di sini adalah makhluk yang menggantikan makhluk yang sebelumnya (Asy-Syaukani, 2008). Ayat ini menjelaskan bahwa Allah SWT menjadikan khalifah di bumi untuk memanfaatkan, menjaga, dan melestarikan lingkungan sekitar, sehingga kelak keberlangsungan hidup generasi-generasi selanjutnya akan terjaga. Seperti halnya pemanfaatan ikan pada industri pengalengan, yang mana proses pengolahan menghasilkan limbah cair industri yang mengakibatkan kerusakan-kerusakan. Akan tetapi, limbah cair dari industri pengalengan yang telah dipisahkan sehingga diperoleh minyak ikan yang masih bisa dimanfaatkan dengan dilakukan pengolahan lebih lanjut sehingga diperoleh senyawa metil ester.

Pembentukan metil ester atau biodiesel pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan reaksi transesterifikasi. Hasil dari reaksi transesterifikasi pada penelitian ini diperoleh kadar senyawa metil ester yang dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif (biodiesel). Allah SWT telah membatasi sesuatu dengan tempat, waktu, ukuran, dengan kemaslahatan dan ketelitian yang tersurat dalam Al-Qamar(54): 49.

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ (٤٩)

“*Sesungguhnya Kami (Allah) menciptakan segala sesuatu menurut ukurannya*”

Lafadz بِقَدَرٍ “*ukuran*” dapat diartikan sebagai kadar (Qurthubi, 2009).

Allah SWT telah menetapkan segala sesuatu berdasarkan apa yang telah ditetapkan ilmu-Nya. Dengan demikian tidak ada satu pun peristiwa yang terjadi melainkan atas kehendak-Nya. Begitu juga adanya kadar senyawa metil ester yang paling tinggi diperoleh sebesar 91 %, sudah atas kehendak Allah SWT. Makhluk tidak ikut campur padanya selain dalam hal usaha dan upaya. Kadar paling tinggi diperoleh pada perbandingan 1:9 (minyak:metanol) menunjukkan bahwa molekul trigliserida telah bereaksi seluruhnya dengan metanol yang digunakan.

BAB V

PENUTUP

5.1 KESIMPULAN

Penelitian ini menghasilkan kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil dari transesterifikasi minyak ikan dengan variasi penambahan metanol 1:9, 1:12 dan 1:15 menghasilkan rendemen sebesar 91 %, 87 %, dan 86 %.
2. Berdasarkan analisis menggunakan KGMS terdapat delapan senyawa metil ester yang teridentifikasi. Karakteristik metil ester yang dilakukan pada perbandingan 1:9, 1:12, dan 1:15 meliputi uji kadar air sebesar 3,49 %, 6,27 %, dan 4,65 %. Uji asam lemak bebas sebesar 0,047 mg-KOH/g, 0,053 mg-KOH/g dan 0,058 mg-KOH/g. Densitas metil ester sebesar 0,88 g/mL, 0,87 g/mL, dan 0,88 g/mL. Angka iod metil ester sebesar 113,215 g/100 g, 126,09 g/100 g, dan 119,155 g/100 g.

5.2 Saran

Berdasarkan dari hasil penelitian yang dilakukan disarankan untuk:

1. Mengadakan penelitian lanjutan karakteristik biodiesel yang dihasilkan diuji sifat fisiknya meliputi: uji viskositas, titik kabut, dan titik nyala.
2. Kadar air yang relatif tinggi dapat diminimalisir dengan pemisahan ulang serta penambahan Na_2SO_4 anhidrat.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Bassam, S. A. 1992. *Taudhih Al Ahkam Syarh Bulughul Maram*. Terjemahan Al-Atsqolani. Jakarta : Pustaka Azzam
- Al-Mahali, I. J., dan As-Suyuti. 2008. *Terjemahan Tafsir Jalalain Berikut Asbabul Nuzul jilid 1*. Terjemahan Abubakar, B. Bandung : Sinar Baru Algensindo
- Al-Qurthubi, S. I. 2009. *Al Jami'li Ahkaam Al-Qur'an*. Terjemahan Hamid, F. A. Jakarta : Pustaka Azzam
- As-Syaukani, I. 2009. *Tafsir Fathul Qadir*. Terjemahan Fachruddin, A. H. Jakarta: Pustaka Azam
- Arifin dan Latifah. 2015. Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan menggunakan Katalis Zeolit Alam Termodifikasi. *Indonesia Journal of Chemical Science*. 4(2):138-143
- Atadashi, M.K. Aroua. 2011, The effects of catalysts in biodiesel production. *Elsevier*
- Aziz, I., Siti N., dan Arif R. 2012. Uji Karakteristik Biodiesel yang dihasilkan dari Minyak Goreng Bekas menggunakan Katalis Zeolit Alam (H-Zeolit) dan KOH. *Valensi*, 2(5): 541-547
- Badan Standarisasi Nasional. 1998. *Cara Uji Minyak dan Lemak : SNI 01-3555-1998*. Badan Standarisasi Nasional
- Badan Standarisasi Nasional. SNI-04-7182-2006. *Baku Mutu Biodiesel*. BSN. Jakarta
- Badan Standarisasi Nasional. 2012. *Minyak Goreng Sawit :SNI 7709-2012* Jakarta (ID): Badan Standarisasi Nasional
- Badan Standarisasi Nasional. SNI-7182-2015. *Biodiesel*. BSN. Jakarta
- Burris, L.E. dan Juanger, C.G.M. 2015. The Effect of Acid Treatment on The Reactivity of Natural Zeolites used as Supplementary Cementitious Materials. *Cement and Concrete Research*. XXX : 1-9
- Botianovi, A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari Mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CtaBr (*Cetyl trimethyl ammonium bromide*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

- Darnoko, D., dan Ceryan, M. 2000. *Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor*. JAOCS. 77 (12): 1263-1267
- Dewi, R. R. 2013. Karakterisasi Dan Penentuan Komposisi Asam Lemak dari Hasil Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan dengan Variasi Alkali pada Proses Netralisasi. *Skripsi*. Jember : Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember
- Dinas Kelautan dan Perikanan Kabupaten Banyuwangi (DKP-KB). 2012. *Laporan Tahunan Tahun 2011*. Banyuwangi: DKP-KB
- Estiasih, T., dan Ahmadi, Kgs. 2009. Pembuatan Trigliserida Kaya Asam Lemak ω -3 dari Minyak Hasil Samping Pengalengan Ikan Lemuru (*Sardinella longiceps*). *J.per.* 05 (03): 116-128
- Fatmawati, D., dan Shakti, P.D. 2013. Reaksi Metanolisis Limbah Minyak Ikan Menjadi Metil Ester Sebaai Bahan Bakar Biodiesel Dengan Menggunakan Katalis NaOH. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2(2) : 68-75
- Fatmawati, I. 2012. Pengaruh Proses *Degumming*, *Netralisasi*, dan *Bleaching* dengan Karbon Biji Kelor (*Moringa oleifera Lamk.*) Teraktivasi NaCl Terhadap Asam-asam Omega-6 dan Omega-9 Minyak Ikan Hasil Samping Pengalengan Ikan. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Malang
- Firdaus, L.H., Wicaksono, A.R., dan Widayat. 2013. Pembuatan Katalis H-Zeolit dengan Impregnasi KI/KIO₃ dan Uji Kinerja Katalis untuk Produksi Biodiesel. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2(2) : 148-154
- Hajamini, Z., Sobati, M.A., dan Shahhosseini, S. 2016. Waste Fish Oil (WFO) Esterification Catalyzed by Sulfonated Activated Carbon Under Ultrasound Irradiation. *Applied Thermal Engineering*. 94 : 1–10
- Handayani, S.P. 2010. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Ikan dengan Radiasi Gelombang Mikro. *Skripsi*. Universitas Sebelas Maret.
- Hapsari, D.S. 2006. Penggunaan Zeolit Alam yang Telah Diaktivasi dengan Larutan HCl untuk Menyerap Logam-logam Penyebab Kesadahan Air. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Univeritas Negeri Semarang
- Indartono, Y. S. 2006. *Mengenal Biodiesel: Karakteristik, Produksi, hingga Performansi Mesin*. Diakses dari Berita Iptek Cyber Media
- Intarapong, P., langthanarat, S., Phanthong, P., Luengnaruemitchai, A., dan Jai-In, S. 2013. Activity and Basic Properties Of KOH/mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry*. 22(5) : 690-700

- Janah, U. N. 2012. Peningkatan Kualitas Minyak Ikan Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan Menggunakan Karbon Aktif Polong Buah Kelor (*Moringa oliefera Lamk.*). *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Malang
- Katsir, Ibnu. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung : Sinar Baru Algensindo
- Khirzin, M.H. 2014. Review Minyak Hasil Samping Pengalengan Ikan. *Tesis*. Bogor : Program Studi Magister Ilmu Pangan Sekolah Pascasarjana Institut Pertanian Bogor
- Kusuma, R., I., Hadinoto, J.P., Ayucitra, A., dan Ismadji, S. 2011. Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Katalis Murah dalam Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit. *Jurusan Teknik Kimia*
- Kusuma, R.I., Hadinoto, J.P., Ayucitra, A., Soetaredjo, F.E., dan Ismadji, S. 2013. Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of palm oil. *Applied Clay Science*. 74:121-126
- Lestari, S., Y. 2010. Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010*. ISBN:978-xxx-xxxxx-x-x
- Mukhibin. 2010. *Mengubah Minyak Jelantah Menjadi Solar*. Yogyakarta : Pustaka Solomon
- Mulyadi, E. dan Soemargono. 2011. Proses Produksi Biodiesel Berbasis Biji Karet. *Jurnal Rekayasa Proses*. Vol (2) : 40-43
- Naluri, A., Rionaldo, H., dan Helwani, Z. 2015. Sawit *Off Grade* sebagai Bahan Baku Alternatif Pembuatan Biodiesel Melalui Proses Dua Tahap Menggunakan Katalis Zeolit Alam yang Termodifikasi. *JOM FTEKNIK*. Vol 2(2) : 1-9
- Nielsen, S. S. 2003. *Food Analysis Fourth Edition*. Newyork : Kluwer Academic/Plenum Publishers
- Ningtyas, D.P., Budhiyanti, S.A., dan Sahubawa, L. 2013. Pengaruh Katalis Basa (NaOH) pada Tahap Reaksi Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biofuel dari Minyak Tepung Ikan Sardin. *Jurnal Teknosains*. 2(2):103-114
- Noiroj, K., Intarapong, P., Luengnaruemitchai, A., dan Jai-In, S. 2009. A Comparative Study of KOH/Al₂O_x and KOH/NaY Catalysts for Biodiesel Production Via Transesterification From Palm Oil. *Renewable Energy*. Vol 34 : 1145–1150
- Omidvarborna, H., Kumar, A., dan Kim, D. 2016. Variation of Diesel Soot Characteristics by Different Types and Blends of Biodiesel In A

Laboratory Combustion Chamber. *Science of the Total Environment*. 544 : 450-459

- Prasetyo, N. D. 2012. Pengaruh konsentrasi NaOH pada Proses Netralisasi Minyak Ikan Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan Terhadap Asam Lemak Bebas (*Free Fatty Acid*) dan Komposisi Asam-asam Lemak Tak Jenuh. *Skripsi*. Universitas Islam Negeri Malang
- Sánchez, M., Marchetti, J.M., El Boulifi, N., Aracil, J., dan Martínez, M. 2015. Kinetics of Jojoba oil methanolysis using a waste from fish industry as catalyst. *Chemical Engineering Journal*. Vol 262 :640-647
- Sastrohamidjojo, H., 2007. *Kimia Organik Stereokimia, Karbohidrat, Lemak, dan Protein*. Yogyakarta : UGM Press
- Setiadi dan Pertiwi, A. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam untuk Konversi Senyawa ABE menjadi Hidrokarbon. *Prosiding Konggres dan Simposium Nasional Kedua MKICS*. ISSN : 0216-4182 : 1-4
- Setiawati, E., dan Edwar, F. 2012. Teknologi Pengolahan Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Teknik Mikrofiltrasi dan Transesterifikasi sebagai Alternatif Bahan Bakar Mesin Diesel. 2012. *Jurnal Riset Industri*. Vol.VI (2): 117-127
- Setyawardhani, D.A., Martutik, dan Wahyuni. 2008. Pengaruh Rasio Metanol/Minyak Terhadap Parameter Kecepatan Reaksi Metanolisis Minyak Jelanta dan Angka Setana Biodiesel. *Ekuilibrium*. 7(1):23-27
- Suminta, S. 2006. Karakterisasi Zeolit Alam dengan Metode Difraksi Sinar-X. *Journal of Indonesian Zeolites*. 5(2): 52-68. ISSN:1411-6723
- Sutarti, M. Dan Rachmawati, M. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah LIPI
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, modifikasi dan karakterisasi katalis Ni-Mo/Zeolit alam dan Mo-Ni/Zeolit Alam. *Jurnal Teknoin*. 10(4): 269-283
- Utomo, A. S. 2011. Preparasi NaOH/zeolit sebagai Katalis Heterogen untuk Sintesis Biodiesel dari Minyak Goreng secara Transesterifikasi. *Skripsi*. Depok : Universitas Indonesia
- Wang, S., dan Peng, Y. 2010. Natural Zeolites as Effective Adsorbents in Water and Wastewater Treatment. *Chemical Engineering Journal*. Vol 156 : 11-24
- Wibisono, A. 2007. *Conoco Phillips Produksi Biodiesel dari Lemak Bab*. Jakarta

Widianto,T.,N, dan Bagus, S.B. 2010. Pemanfaatan Minyak Ikan Untuk Produksi Biodiesel. *Squalen*. 5(1) : 15-22

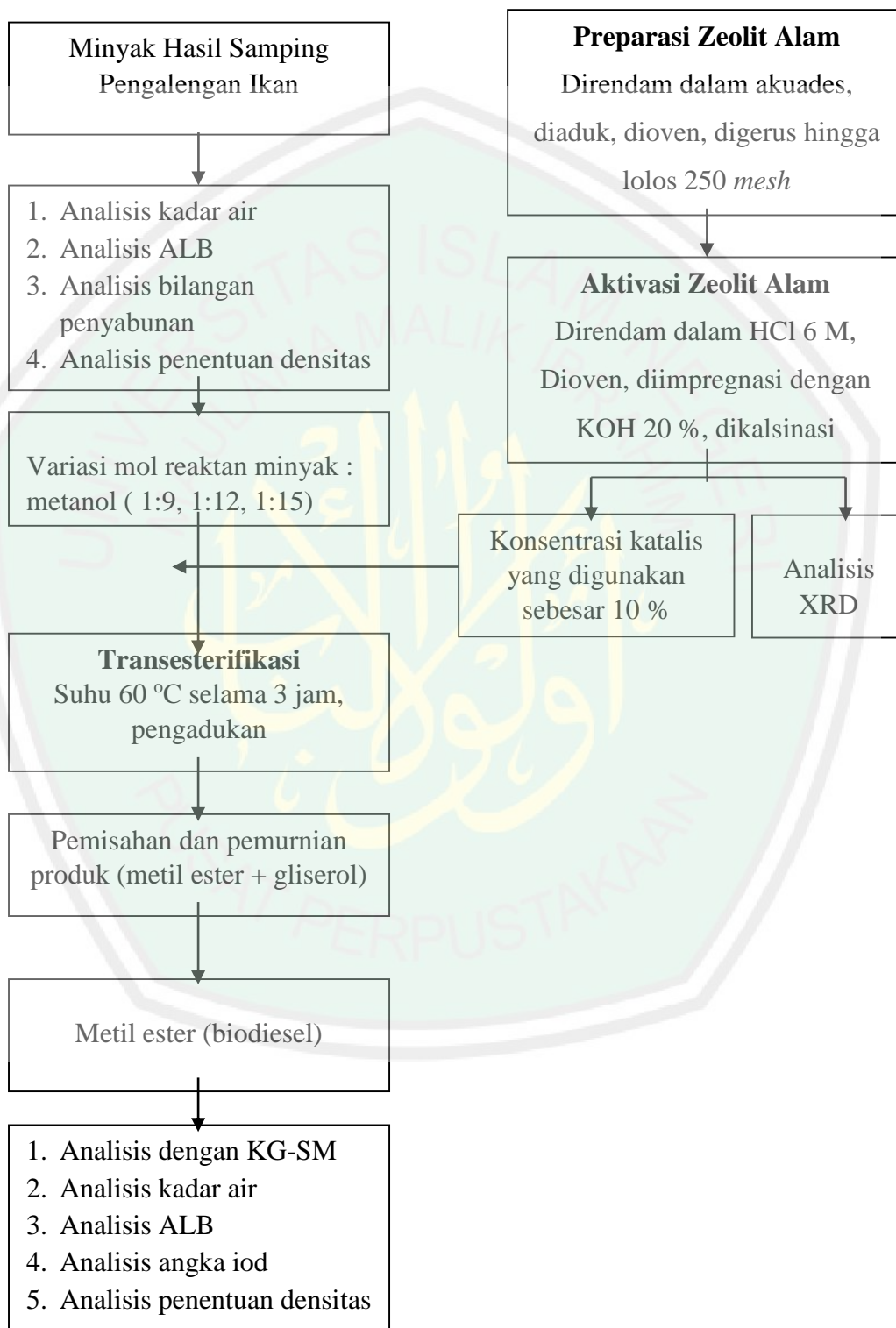
Zabeti, M., Daud, W.M.A.A., dan Aroua, M.K. 2009. Activity of solid catalysts for biodiesel production: A review. *Fuel Processing Technology*. 90: 770-777

Zulfadli, R., Helwani, Z. dan Bahri, S. 2015. Pembuatan Biodiesel dari Sawit *Off Grade* Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi sebagai Katalis pada Tahap Transesterifikasi. *JOM FTEKNIK*. Vol 2(1) : 1-10



Lampiran 1

Diagram Kerja Penelitian



Lampiran 2

DIAGRAM KERJA

1. Uji Kadar Air

Cawan porselen

- dioven 15 menit
- dimasukkan dalam desikator
- ditambah 5 g minyak
- ditimbang sampai konstan
- dioven selama 4 jam pada suhu 110 °C
- didinginkan dalam desikator dan ditimbang

Hasil

2. Pembakuan NaOH 0,1 N

larutan NaOH 0,1 N 5 mL

- ditambah 2 tetes indikator fenolftalein
- dititrasi dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (Asam Oksalat) 0,1N

Hasil

3. Uji Asam Lemak Bebas

Minyak 2 gram

- dilarutkan dengan 10 mL etanol 96 %
- dipanaskan pada suhu 40 °C
- ditambah 2 tetes indikator fenolftalein
- dititrasi dengan NaOH 0,1N

Hasil

4. Penentuan Bilangan Penyabunan

2 gram minyak

- dimasukkan ke dalam *Erlenmeyer* 250 mL
- ditambahkan KOH-alkohol 0,5 N sebanyak 25 mL
- dipanaskan hingga lemak tersaponifikasi (30 menit).
- didinginkan dan dititrasi dengan 0,5 N HCl menggunakan 0,5-1 mL indikator fenolftalein

Hasil

5. Pembakuan Natrium tiosulfat

0,05-0,1 gram KIO_3

- dikeringkan dalam oven
- dimasukkan dalam *Erlenmeyer* 250 mL dengan akuades 50 mL
- ditambahkan 10 mL Kalium Iodida 20 %
- ditambahkan 2,5 mL HCl 4 N
- dititrasi dengan natrium tiosulfat 0,1 N sampai larutan berwarna kuning
- ditambahkan 2-3 mL indikator amilum 1%
- dititrasi kembali sampai warna biru hilang

Hasil

6. Penentuan Bilangan Iod

0,25 gram minyak

- dimasukkan ke dalam *Erlenmeyer* tertutup
- ditambahkan sebanyak 15 mL kloroform
- ditambahkan juga sebanyak 25 mL reagen hanus
- dibiarkan di tempat gelap selama 30 menit
- ditambahkan 10 mL larutan KI 15 %
- dikocok sampai homogen
- ditambahkan 100 mL akuades
- dititrasi dengan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna kuning hamper hilang
- ditambahkan 2 tetes indikator amilum sebelum titik akhir titrasi
- dititrasi kembali dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N

Hasil

7. Penentuan Densitas

Piknometer

- dibilas dengan akuades
- dibilas dengan aseton
- dikeringkan dengan *hairdryer*
- ditimbang
- ditambah minyak
- dilap bagian luar piknometer hingga kering
- ditimbang hingga konstan

Hasil

8. Preparasi Zeolit

Zeolit alam 100 gram

- direndam dalam 200 mL akuades
- diaduk dengan pengaduk magnet 24 jam pada suhu kamar
- disaring
- dikeringkan dalam oven
- digerus sampai halus hingga lolos dalam penyaringan 250 *mesh*

Hasil

9. Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam 80 gram

- digerus hingga lolos dalam penyaring 100 *mesh*
- direndam dalam larutan HCl 0,5 M selama 60 menit sambil diaduk
- dicuci dengan aquades hingga pH netral
- dikeringkan dalam oven selama 6 jam pada suhu 150 °C
- direndam dalam larutan KOH 1 M dan dibiarkan selama 3 hari
- dipisahkan zeolit dari larutan KOH
- dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 120 °C , setelah 24 jam
- dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam
- dikarakterisasi dengan XRD

Hasil

10. Pembuatan Biodiesel Melalui Reaksi Transesterifikasi

Minyak ikan : metanol (Variasi Metanol)

- dilakukan dalam labu leher tiga berkapasitas 500 ml
- ditambah K-Zeolit 10 % b/b dengan variasi konsentrasi KOH 1 M
- dilakukan transesterifikasi pada suhu 60 °c selama 3 jam
- diaduk dengan kecepatan 300 *rpm*
- didiamkan dalam corong pisah selama 24 jam

Lapisan atas(biodiesel)

- dimasukkan dalam corong pisah
- ditambah aquades panas 10 % dari volume minyak
- didiamkan selama 1 jam

lapisanbawah
(air + gliserol)

Lapisan atas (biodiesel)

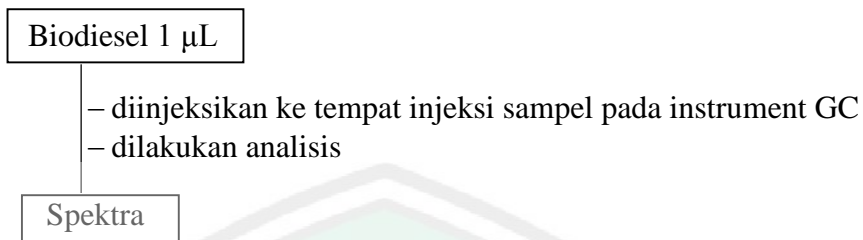
- ditambah 1 % b/v Na₂SO₄ anhidrat
- didekantasi

lapisan bawah (air + sisa metanol)

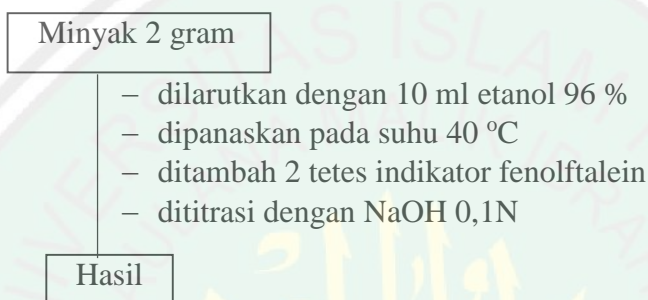
Hasil

11. Analisis Biodiesel

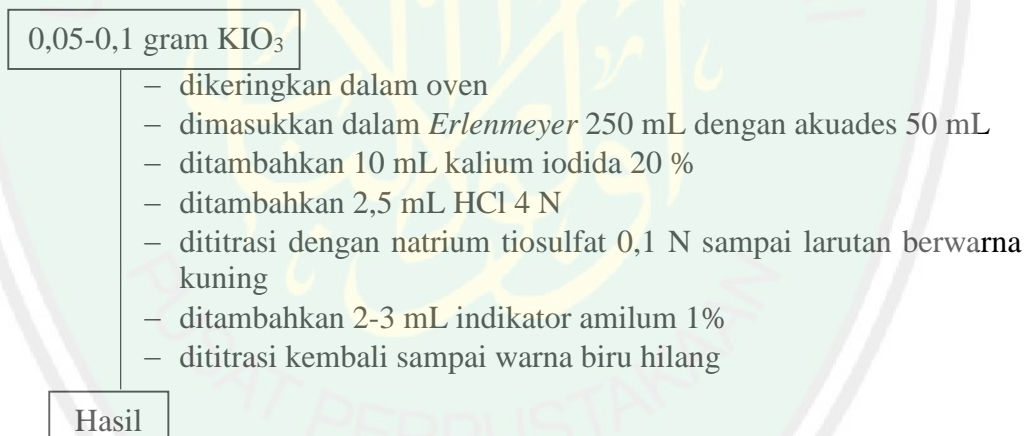
a. Analisa dengan GC-MS



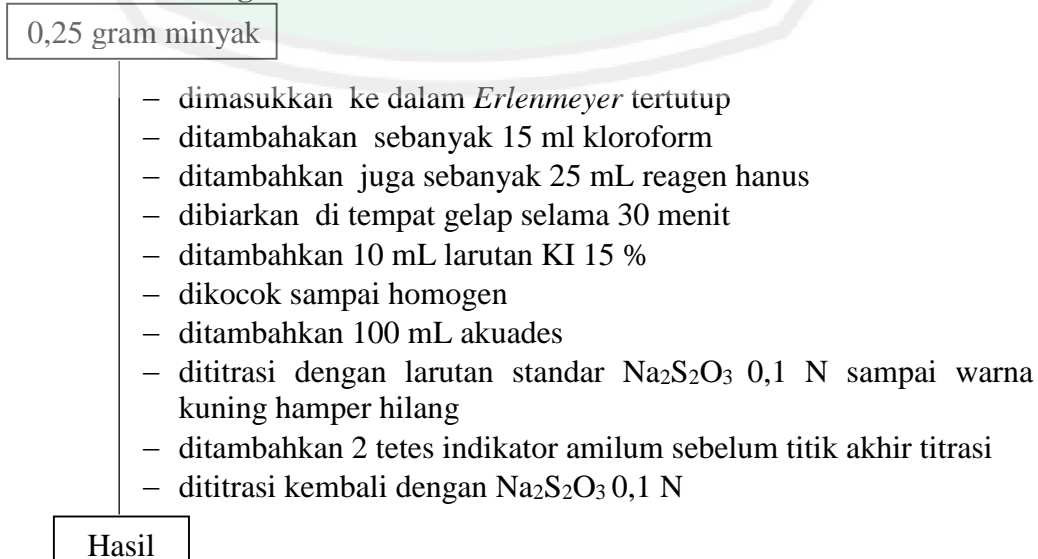
b. Uji Asam Lemak Bebas



c. Pembakuan Natrium tiosulfat



d. Penentuan Bilangan Iod



e. Penentuan Densitas

Piknometer

- dibersihkan dengan akuades
- dibersihkan dengan aseton
- dikeringkan dengan *hairdryer*
- ditimbang
- diisi dengan sampel
- dilap bagian luarnya hingga kering
- ditimbang

Hasil



Lampiran 3.**PEMBUATAN LARUTAN****1. Pembuatan NaOH 0,1 N**

$$N \text{ NaOH} = M \text{ NaOH} \times a$$

$$N \text{ NaOH} = \frac{\text{massa}/\text{mr NaOH}}{V} \times a$$

$$0,1 \text{ N} = \frac{\text{massa}/40 \text{ g/mol}}{0,1 \text{ L}} \times 1$$

$$\text{massa NaOH} = 0,4 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,4 gram NaOH dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

2. Pembuatan H₂C₂O₄ 0,1 N

$$N \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = M \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \times a$$

$$N \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{\text{massa}/\text{mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{V} \times a$$

$$0,1 \text{ N} = \frac{\text{massa}/126 \text{ g/mol}}{0,1 \text{ L}} \times 2$$

$$\text{massa NaOH} = 0,63 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,63 gram H₂C₂O₄ dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3. Pembuatan Na₂S₂O₃ 0,1 N

$$N \text{ Natrium tiosulfat} = \frac{\text{massa}}{BE} \times \frac{1000}{1000 \text{ mL}}$$

$$0,1 \text{ N} = \frac{\text{Massa}}{126 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} \times 1/\text{mL}$$

$$\text{massa Natrium tiosulfat} = 12,6 \text{ gram}$$

Cara pembuatan :

Ditimbang 12,6 gram Natrium tiosulfat dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL selanjutnya ditambahkan akuades hingga homogen dan dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL, ditandabatkan.

4. Pembuatan KOH 20 %

20 gram KOH = 100 mL akuades
 40 gram KOH = 200 mL akuades
 massa KOH = 40 gram

Cara pembuatan:

Ditimbang 40 gram KOH dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 200 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

5. Pembuatan HCl 0,5 M

$$M_{HCl} = \frac{\rho \times 10 \times \%}{Mr}$$

$$= \frac{1,19 \text{ g/ml} \times 10 \times 37}{36,5}$$

$$M_{HCl} = 12,06 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 \text{ HCl} = M_2 \times V_2 \text{ HCl}$$

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 \text{ HCl} = 10,4 \text{ mL}$$

Cara pembuatan:

Dipipet 10,4 mL HCl dan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

6. Pembuatan KI 15 % (w/v)

$$15 \% = \frac{15 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}$$

Cara pembuatan :

Ditimbang 15 gram Kalium iodida p.a dan larutkan dalam 100 mL akuades.

7. Indikator Amilum 1% (w/v)

$$1 \% = \frac{1 \text{ gram}}{100 \text{ mL}}$$

Cara pembuatan :

Ditimbang 1 gram amilum p.a dan larutkan dalam 100 mL akuades selanjutnya dididihkan selama 3 menit.

8. KOH-alkohol 0,5 N

$$N \text{ KOH} = \frac{\text{massa}/\text{mr KOH}}{V} \times a$$

$$0,5 = \frac{\text{massa}/56 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,25 \text{ L}} \times 1$$

$$\text{massa KOH} = 7 \text{ gram}$$

Cara pembuatan :

Ditimbang KOH sebanyak 7 gram dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, ditambahkan sedikit aquades selanjutnya dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL dan ditandabatkan dengan etanol 95 % sampai 250 mL.

Lampiran 4.**PERHITUNGAN****9. Jumlah reaktan yang digunakan**

BM minyak ikan = asam oleat + asam palmitat + asam miristat

$$= 296 \text{ g/mol} + 270 \text{ g/mol} + 242 \text{ g/mol}$$

$$= 808 \text{ g/mol}$$

ρ minyak ikan = 0,924 g/mL

BM methanol = 32 g/mol

ρ metanol = 0,790 g/mL

- Volume minyak = 100 mL

- massa minyak = $\rho \times \text{volume}$

$$\text{massa minyak} = 0,924 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 100 \text{ g}$$

$$\text{massa minyak} = 92,400 \text{ gram}$$

- mol minyak = massa minyak/BM minyak

$$\text{mol minyak} = \frac{92,400 \text{ g}}{808 \text{ g/mol}}$$

$$\text{mol minyak} = 0,114 \text{ mol}$$

Variasi Penambahan Metanol

- mol metanol = $\frac{9}{1} \times \text{mol minyak}$

$$\text{mol metanol} = \frac{9}{1} \times 0,114 \text{ mol}$$

$$\text{mol metanol} = 1,026 \text{ mol}$$

- massa metanol = BM \times mol

$$\text{massa metanol} = 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1,026 \text{ mol}$$

$$\text{massa metanol} = 32,832 \text{ gram}$$

- volume metanol = massa/ ρ

$$\text{volume metanol} = \frac{32,832 \text{ gram}}{0,790 \text{ g/mL}}$$

$$\text{volume metanol} = 41,560 \text{ mL}$$

- mol metanol = $\frac{12}{1} \times \text{mol minyak}$

$$\text{mol metanol} = \frac{12}{1} \times 0,114 \text{ mol}$$

$$\text{mol metanol} = 1,368 \text{ mol}$$

- massa metanol = BM \times mol

$$\text{massa metanol} = 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1,368 \text{ mol}$$

$$\text{massa metanol} = 43,776 \text{ gram}$$

- volume metanol = massa/ ρ

$$\text{volume metanol} = \frac{43,776 \text{ gram}}{0,790 \text{ g/mL}}$$

$$\text{volume metanol} = 55,413 \text{ mL}$$

- mol metanol = $\frac{15}{1} \times \text{mol minyak}$

$$\text{mol metanol} = \frac{15}{1} \times 0,114 \text{ mol}$$

$$\text{mol metanol} = 1,710 \text{ mol}$$

- massa metanol = BM \times mol

$$\text{massa metanol} = 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1,710 \text{ mol}$$

$$\text{massa metanol} = 54,720 \text{ gram}$$

- volume metanol = massa/ ρ

$$\text{volume metanol} = \frac{54,720 \text{ gram}}{0,790 \text{ g/mL}}$$

$$\text{volume metanol} = 69,266 \text{ mL}$$

- untuk perbandingan 1:9
- berat total reaktan = 92,400 gram + 32,832 gram
berat total reaktan = 125,232 gram
- untuk perbandingan 1:12
- berat total reaktan = 92,400 gram + 43,776 gram
berat total reaktan = 136,176 gram
- untuk perbandingan 1:15
- berat total reaktan = 92,400 gram + 54,720 gram
berat total reaktan = 147,120 gram

10. Penggunaan katalis zeolit

- Untuk perbandingan 1:9
- 10 % dari berat total reaktan = $0,100 \times 125,232 \text{ gram}$
= 12,523 gram
- Untuk perbandingan 1:12
- 10 % dari berat total reaktan = $0,100 \times 136,176 \text{ gram}$
= 13,618 gram
- Untuk perbandingan 1:15
- 10 % dari berat total reaktan = $0,100 \times 147,120 \text{ gram}$
= 14,712 gram

Lampiran 4.**PERHITUNGAN****11. Jumlah reaktan yang digunakan**

$$\begin{aligned} \text{BM minyak ikan} &= \text{asam oleat} + \text{asam palmitat} + \text{asam miristat} \\ &= 296 \text{ g/mol} + 270 \text{ g/mol} + 242 \text{ g/mol} \\ &= 808 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

$$\rho \text{ minyak ikan} = 0,924 \text{ g/mL}$$

$$\text{BM methanol} = 32 \text{ g/mol}$$

$$\rho \text{ metanol} = 0,790 \text{ g/mL}$$

- Volume minyak = 100 mL
- massa minyak = $\rho \times \text{volume}$

$$\text{massa minyak} = 0,924 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 100 \text{ g}$$

$$\text{massa minyak} = 92,400 \text{ gram}$$
- mol minyak = massa minyak/BM minyak

$$\text{mol minyak} = \frac{92,400 \text{ g}}{808 \text{ g/mol}}$$

$$\text{mol minyak} = 0,114 \text{ mol}$$

Variasi Penambahan Metanol

- mol metanol = $\frac{9}{1} \times \text{mol minyak}$

$$\text{mol metanol} = \frac{9}{1} \times 0,114 \text{ mol}$$

$$\text{mol metanol} = 1,026 \text{ mol}$$
- massa metanol = BM \times mol

$$\text{massa metanol} = 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1,026 \text{ mol}$$

$$\text{massa metanol} = 32,832 \text{ gram}$$

- volume metanol = massa/ ρ

$$\text{volume metanol} = \frac{32,832 \text{ gram}}{0,790 \text{ g/mL}}$$

$$\text{volume metanol} = 41,560 \text{ mL}$$

- mol metanol = $\frac{12}{1} \times \text{mol minyak}$

$$\text{mol metanol} = \frac{12}{1} \times 0,114 \text{ mol}$$

$$\text{mol metanol} = 1,368 \text{ mol}$$

- massa metanol = BM \times mol

$$\text{massa metanol} = 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1,368 \text{ mol}$$

$$\text{massa metanol} = 43,776 \text{ gram}$$

- volume metanol = massa/ ρ

$$\text{volume metanol} = \frac{43,776 \text{ gram}}{0,790 \text{ g/mL}}$$

$$\text{volume metanol} = 55,413 \text{ mL}$$

- mol metanol = $\frac{15}{1} \times \text{mol minyak}$

$$\text{mol metanol} = \frac{15}{1} \times 0,114 \text{ mol}$$

$$\text{mol metanol} = 1,710 \text{ mol}$$

- massa metanol = BM \times mol

$$\text{massa metanol} = 32 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 1,710 \text{ mol}$$

$$\text{massa metanol} = 54,720 \text{ gram}$$

- volume metanol = massa/ ρ

$$\text{volume metanol} = \frac{54,720 \text{ gram}}{0,790 \text{ g/mL}}$$

$$\text{volume metanol} = 69,266 \text{ mL}$$

- untuk perbandingan 1:9
- berat total reaktan = 92,400 gram + 32,832 gram
berat total reaktan = 125,232 gram
- untuk perbandingan 1:12
- berat total reaktan = 92,400 gram + 43,776 gram
berat total reaktan = 136,176 gram
- untuk perbandingan 1:15
- berat total reaktan = 92,400 gram + 54,720 gram
berat total reaktan = 147,120 gram

12. Penggunaan katalis zeolit

- Untuk perbandingan 1:9
- 10 % dari berat total reaktan = $0,100 \times 125,232 \text{ gram}$
= 12,523 gram
- Untuk perbandingan 1:12
- 10 % dari berat total reaktan = $0,100 \times 136,176 \text{ gram}$
= 13,618 gram
- Untuk perbandingan 1:15
- 10 % dari berat total reaktan = $0,100 \times 147,120 \text{ gram}$
= 14,712 gram

Karakteristik Minyak Hasil Pengolahan Limbah Pengalengan Ikan

1. Analisis Kadar Air

$$\text{kadar air}(\%) = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100 \%$$

No	Sebelum di oven (g)	Setelah di oven (g)	W ₁ (g)	W ₂ -W ₃ (g)	Kadar air (%)
1	34,1239	34,1111	5,000	0,0128	0,256
2	33,4178	33,4046	5,000	0,0132	0,264
3	35,5106	35,49,54	5,000	0,0152	0,304

2. Analisis Asam Lemak Bebas

$$FFA(\%) = \frac{V \times N \times BM}{\text{massa sampel (g)} \times 1000} \times 100$$

No	Berat sampel (g)	Vol titrasi (mL)	Asam lemak bebas (%)
1.	2,0173	0,75	0,666
2.	2,0187	0,70	0,621

3. Penentuan Densitas

Berat piknometer kosong = 23,2687 g

Berat piknometer+minyak= 46,0823 g

$$\text{Densitas} \left(\frac{\text{g}}{\text{mL}} \right) = \frac{46,0823 - 23,2687}{25 \text{ mL}} = 0,913 \text{ g/mL}$$

4. Analisis Penyabunan

$$\text{Bilangan Penyabunan (mg/gr)} = \frac{56,1 \times N \times (V_b - V_s)}{W}$$

No	Berat sampel (g)	Volume titrasi (mL)	A. Penyabunan (mg/g)
1.	2,0978	15,3	133,98
2.	2,0480	15,4	130,80

Perhitungan Rendemen Biodiesel

1. Perbandingan minyak : metanol (1:9)

Berat Minyak = 91,3 gram

Berat Metil Ester = 83,38 gram

$$\% \text{ Metil Ester} = \frac{83,38 \text{ gram}}{91,3 \text{ gram}} = 91 \%$$

2. Perbandingan minyak : metanol (1:12)

Berat Minyak = 91,3 gram

Berat Metil ester = 79,56 gram

$$\% \text{ Metil Ester} = \frac{79,56 \text{ gram}}{91,3 \text{ gram}} = 87,14 \%$$

3. Perbandingan minyak : metanol (1:15)

Berat Minyak = 91,3 gram

Berat Metil ester = 79,04 gram

$$\% \text{ Metil Ester} = \frac{79,04 \text{ gram}}{91,3 \text{ gram}} = 86,57 \%$$

Perhitungan Hasil Analisis Kualitas Biodiesel

1. Analisis Asam Lemak Bebas

$$\text{Angka Asam (mg KOH - g)} = \frac{V \times N \times 56,1}{\text{massa sampel (mg)}}$$

	Volume titrasi	Berat sampel	Angka Asam
1:9	0,25 mL	2,1599 g	0,045 mg KOH/g
	0,25 mL	2,0095 g	0,049 mg KOH/g
1:12	0,30 mL	2,2323 g	0,053 mg KOH/g
	0,30 mL	2,1039 g	0,056 mg KOH/g
1:15	0,20 mL	1,9906 g	0,039 mg KOH/g
	0,30 mL	2,0241 g	0,058 mg KOH/g

2. Analisis Kadar Air

$$\text{kadar air (\%)} = \frac{W_3 - W_2}{W_2 - W_1} \times 100 \%$$

	$W_3 - W_2$ (g)	$W_2 - W_1$ (g)	Kadar air (%)
1:9	0,169	5,0121	3,37
	0,171	5,0030	3,42
	0,185	5,0450	3,67
1:12	0,314	5,0291	6,24
	0,274	5,0370	5,44
	0,358	5,0177	7,13
1:15	0,222	5,0157	4,43
	0,231	5,0145	4,61
	0,246	5,0169	4,90

3. Analisis Penyabunan

$$\text{Bilangan Penyabunan (mg/g)} = \frac{56,1 \times N \times (V_b - V_s)}{W}$$

	Berat Sampel (g)	Volume Titrasi (mL)	Angka penyabunan
1:9	2,3378	12,9	148,78 mg KOH-g
1:12	2,0241	10	211,71 mg KOH-g
1:15	2,2441	11,2	176,07 mg KOH-g

4. Angka Iod

$$\text{Bilangan Iod (g iod/100 g)} = \frac{(V_s - V_b) \times N \times 12,69}{w}$$

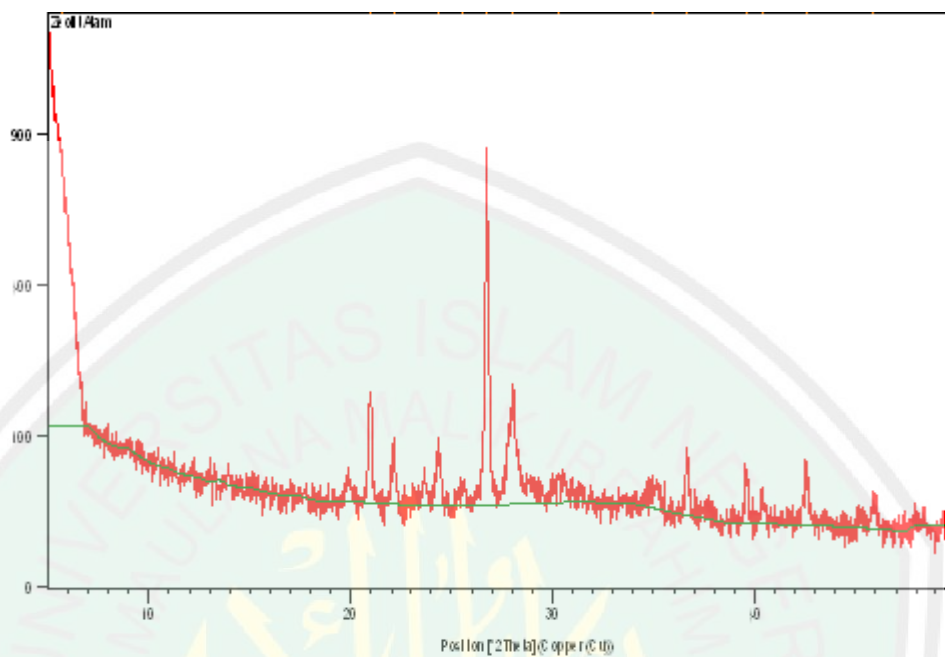
	Berat sampel (g)	Volume titrasi (mL)	Angka iod g iod/100 g
1:9	0,4750	18,50	112,89
	0,4745	18,30	113,54
1:12	0,4732	13,70	126,00
	0,4740	13,55	126,18
1:15	0,4730	16,40	118,92
	0,4727	16,25	119,39

5. Angka Setana

$$CN = 46,3 + \frac{5458}{SN} - 0,225 \times IV$$

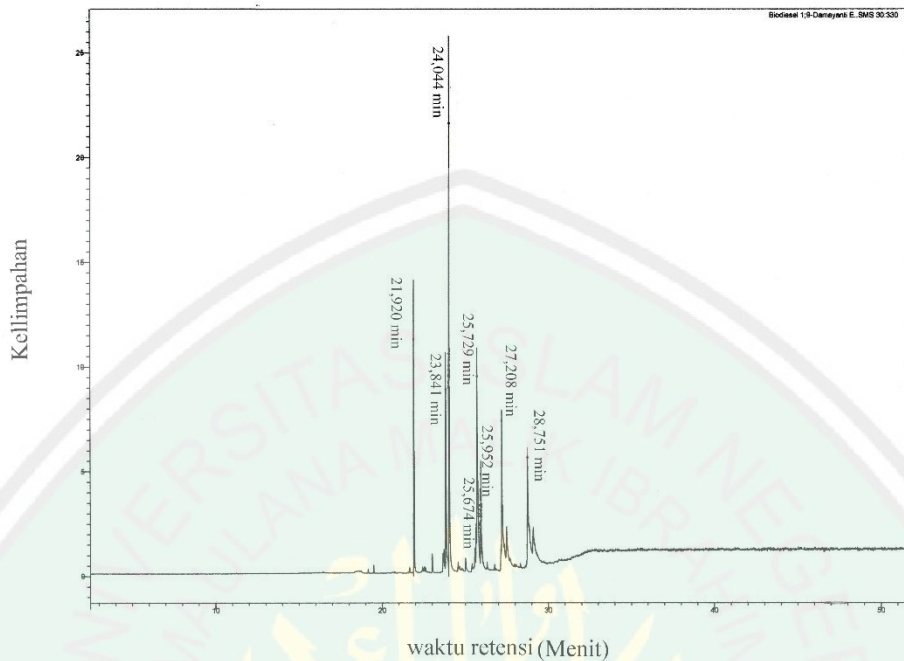
	Angka Penyabunan	Angka Iod	AngkaSetana
1:9	148,78 mg KOH-g	113,215 g/100g	54,12
1:12	211,71 mg KOH-g	126,09 g/100g	40
1:15	176,07 mg KOH-g	119,155 g/100g	47

Lampiran 5 Kromatogram XRD KOH/Zeolit alam

**Peak List**

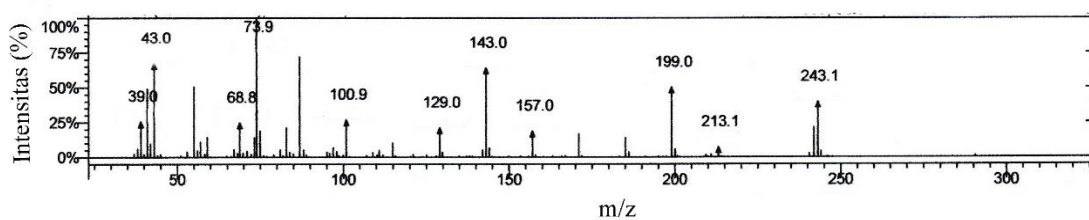
Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.7186	655.79	0.5510	15.45465	79.86
20.9675	127.85	0.0984	4.23693	15.57
22.1306	56.89	0.1968	4.01681	6.93
24.3393	46.30	0.2362	3.65708	5.64
25.5586	13.96	0.4723	3.48531	1.70
26.7502	821.18	0.1378	3.33270	100.00
28.0379	141.57	0.1181	3.18250	17.24
30.3279	16.62	0.6298	2.94721	2.02
34.9905	12.96	0.4723	2.56443	1.58
36.6505	64.64	0.1181	2.45200	7.87
39.5864	41.76	0.1574	2.27666	5.08
40.4193	17.62	0.2362	2.23165	2.15
42.5750	43.90	0.1574	2.12351	5.35
45.9220	19.99	0.2880	1.97459	2.43

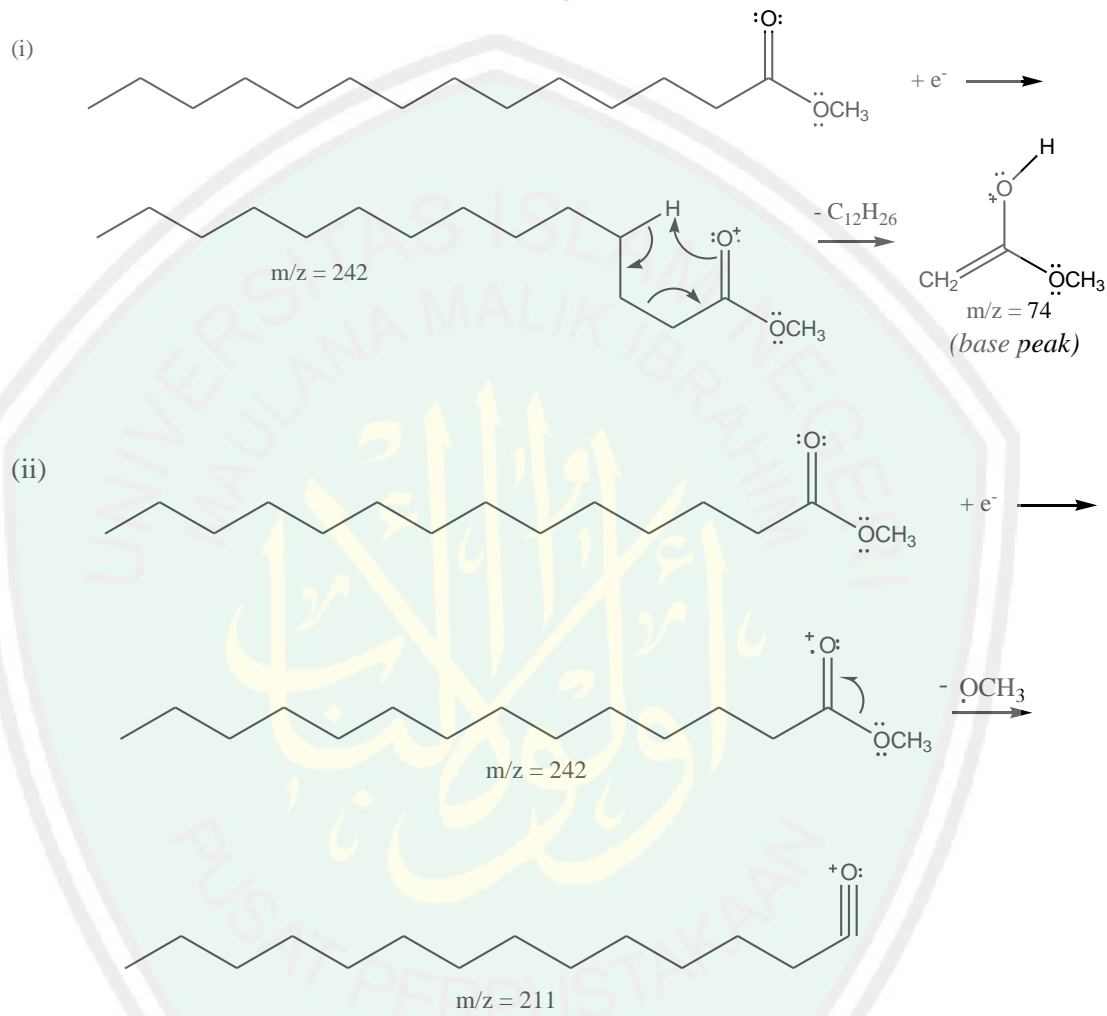
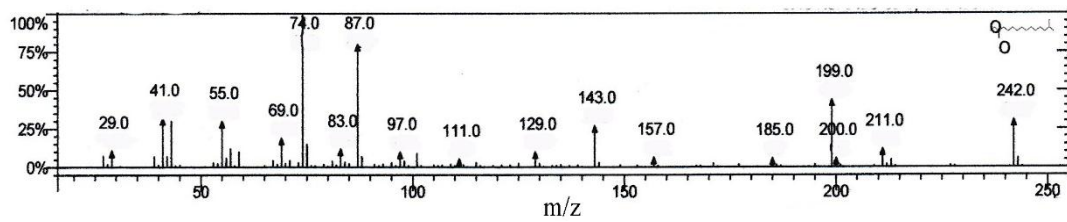
Lampiran 6 Kromatogram KGMS

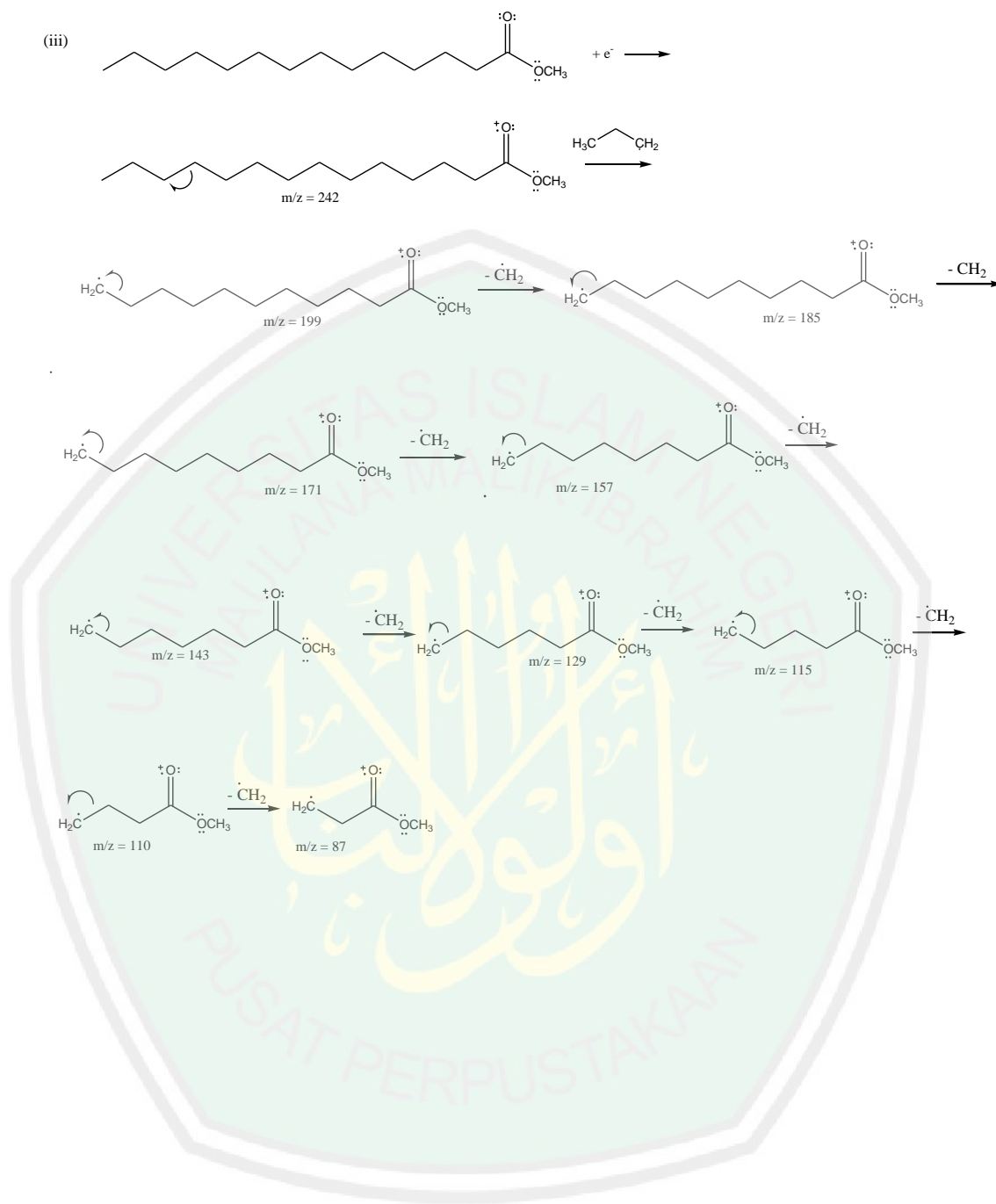


NO	RT	AREA
1.	21,920	2450000
2.	23,841	1407031
3.	24,044	4249189
4.	25,674	362453
5.	25,729	1147585
6.	25,952	1334581
7.	27,208	2096942
8.	28,751	1381638

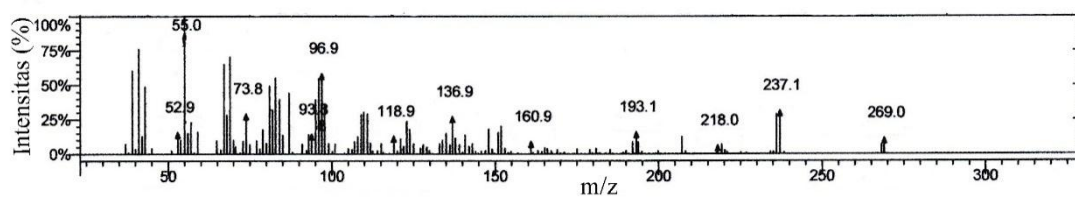
Spektra MS (Rt=21,920) dan Standar Metil Miristat

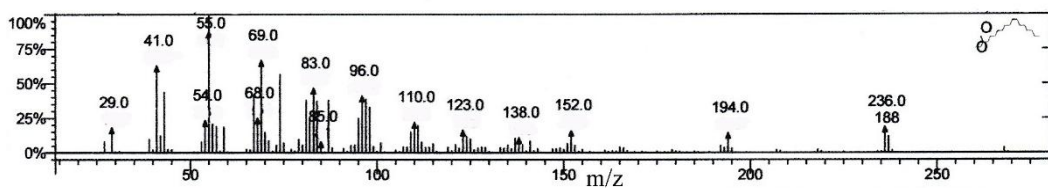




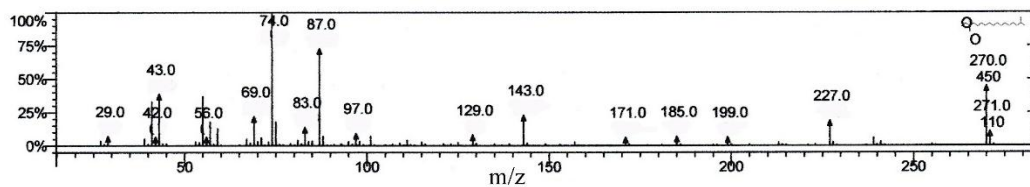
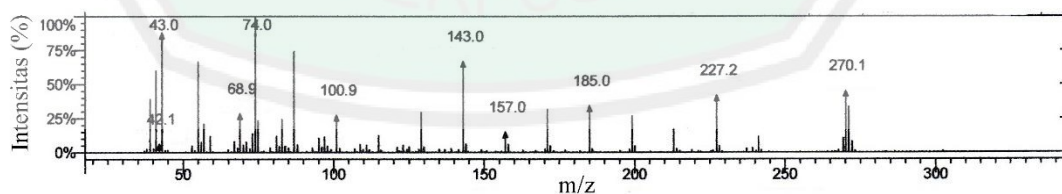


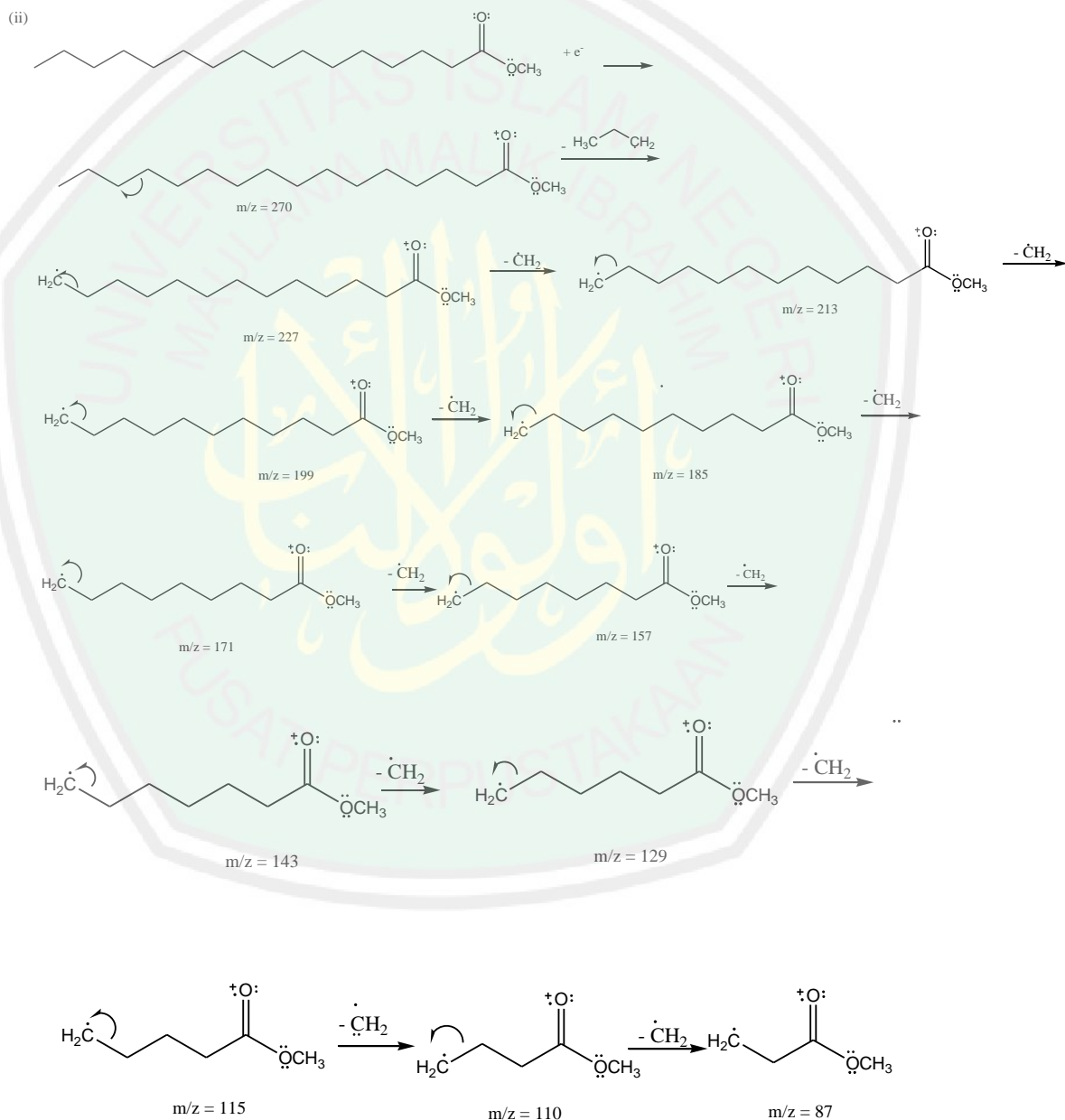
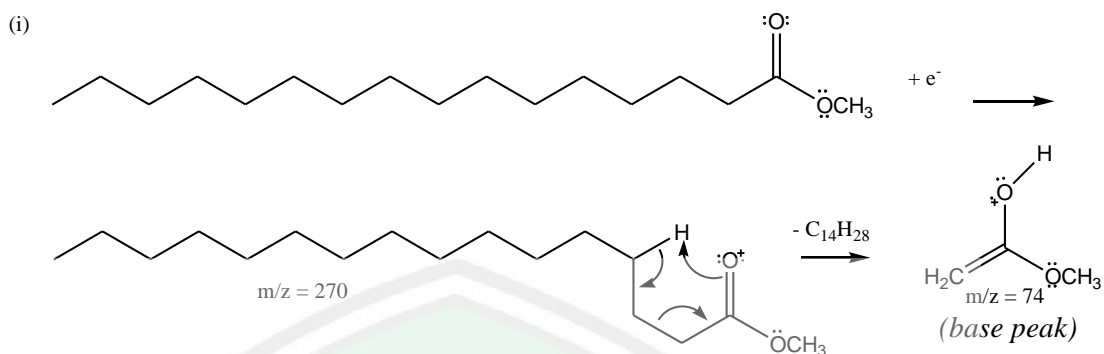
Spektra MS (Rt=23,839) dan Standar Metil Palmitoleat



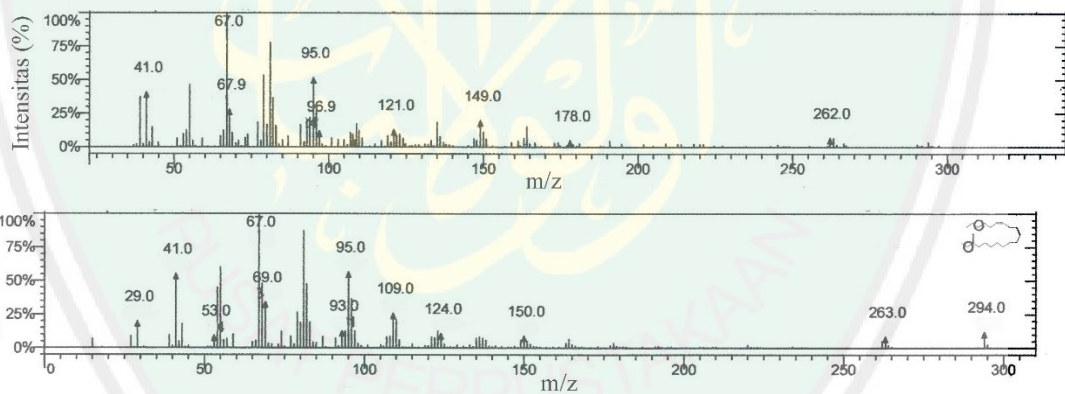


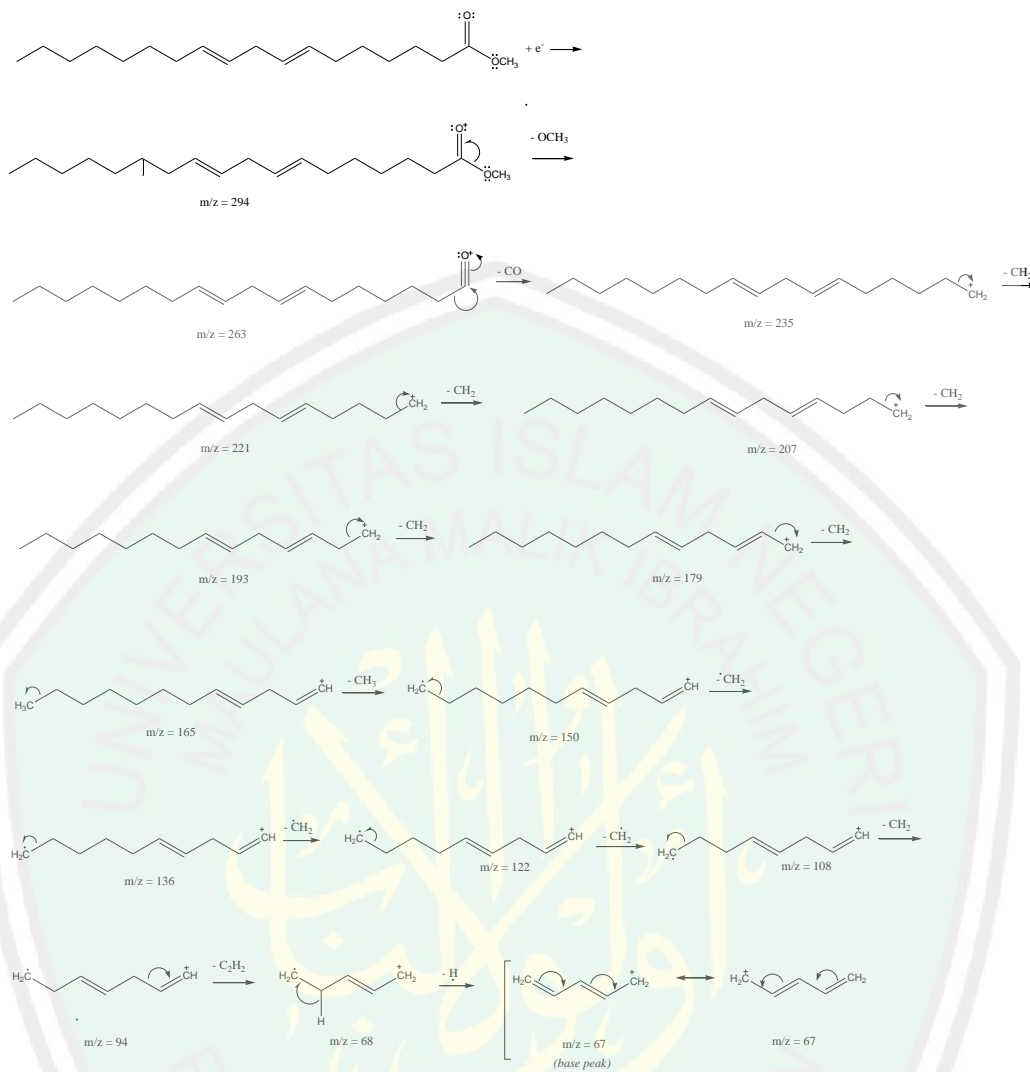
Spektra MS (Rt=24,050) dan Standar Metil Palmitat



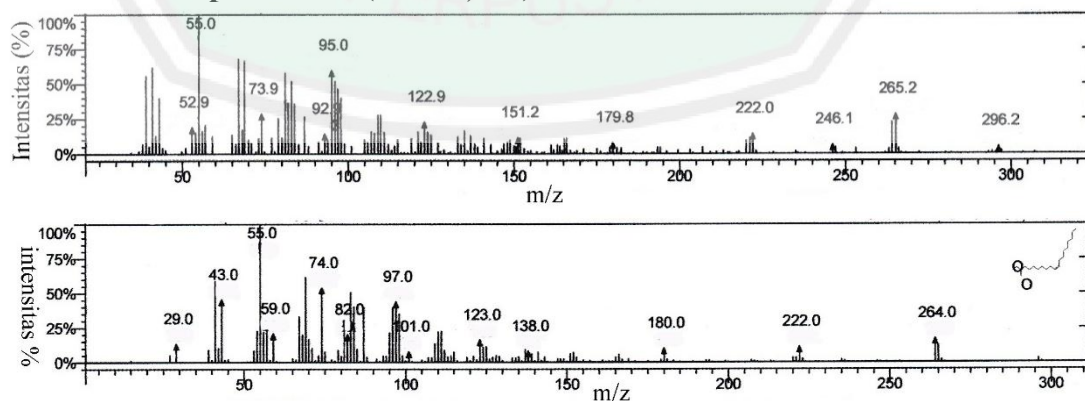


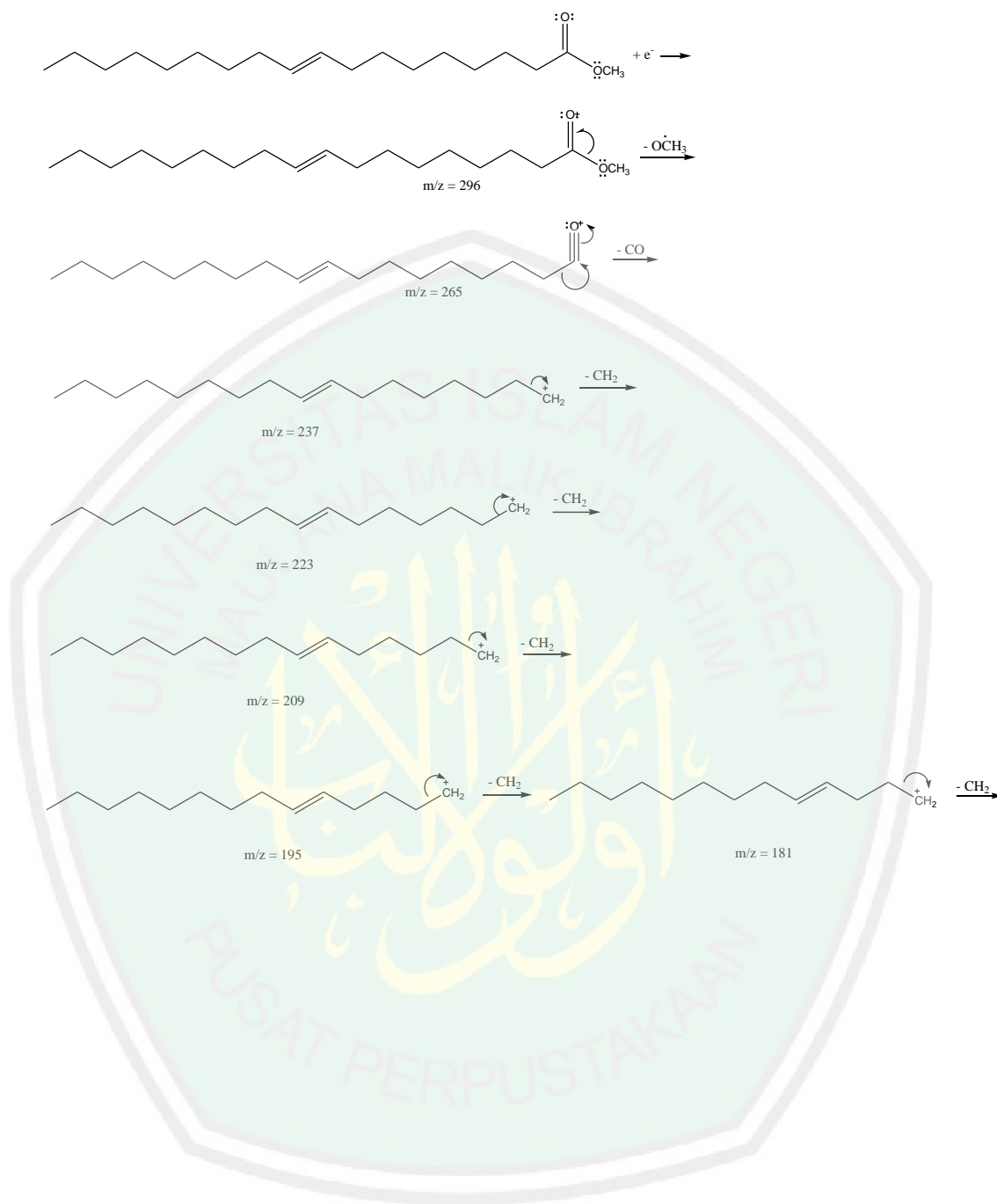
Spektra MS (Rt= 25,673) dan Standar Metil Linoleat

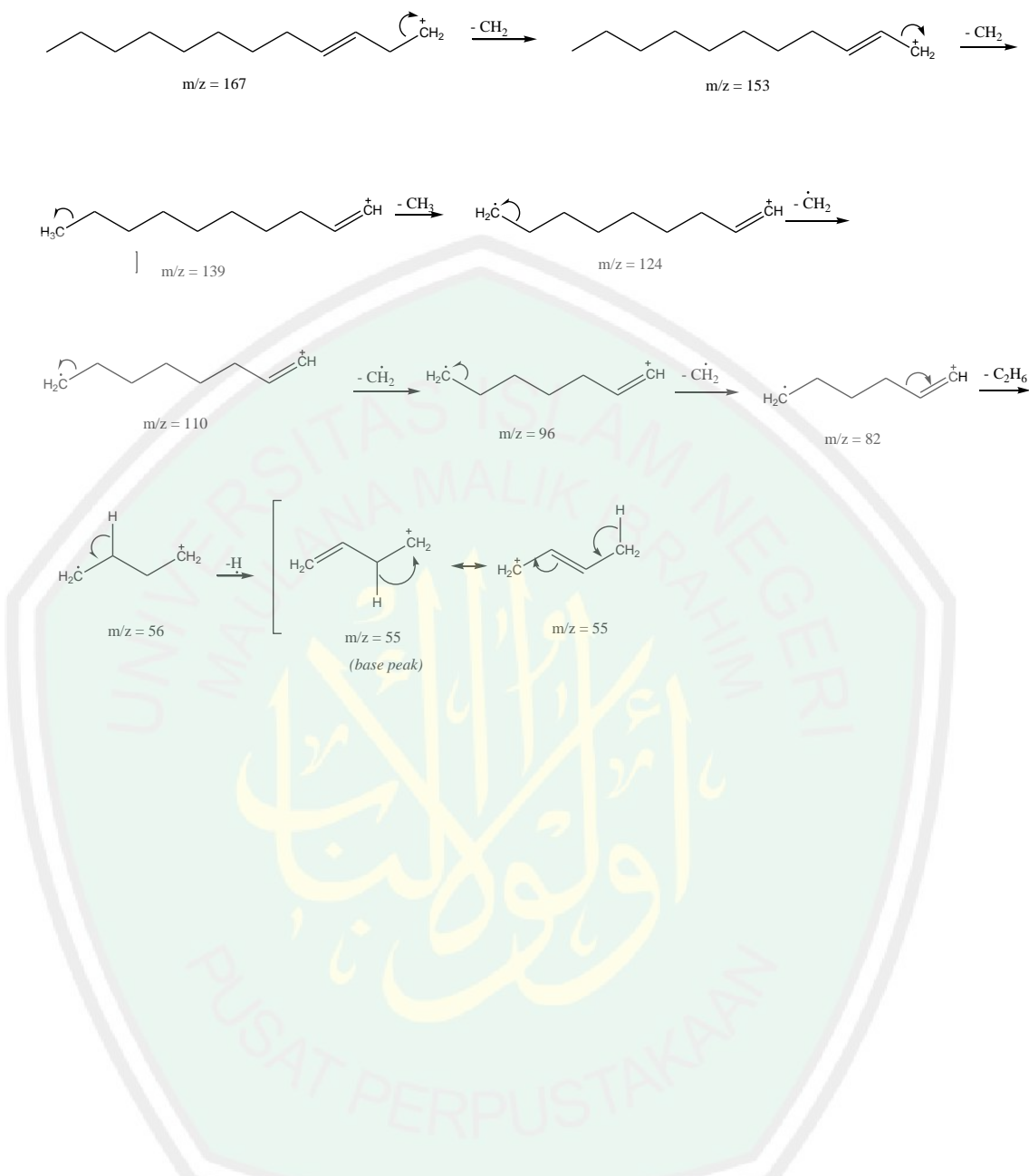




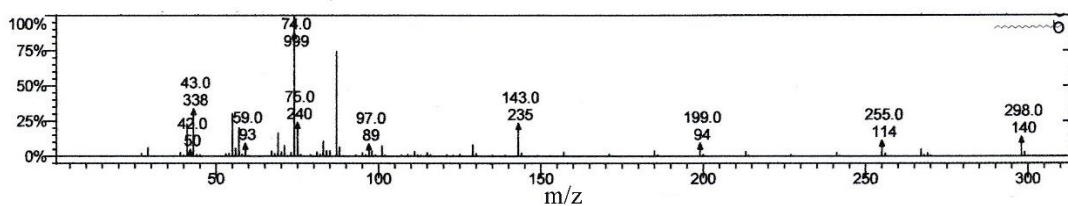
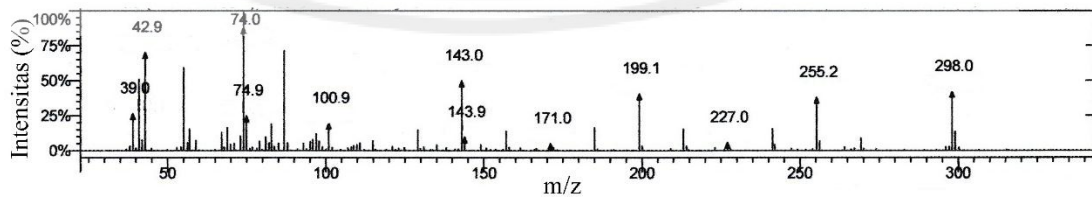
Spektra MS (Rt= 25,725) dan Standar Metil Oleat

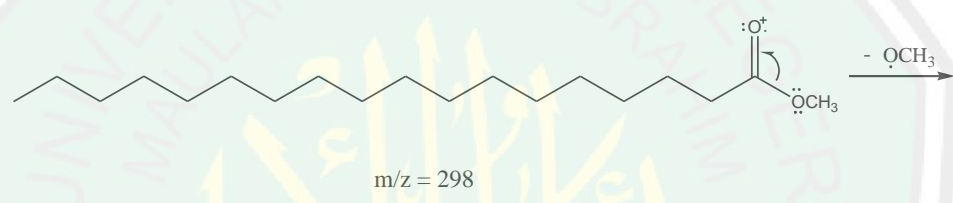
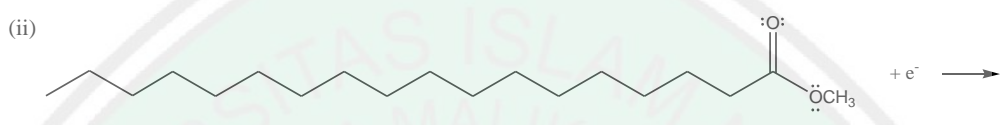
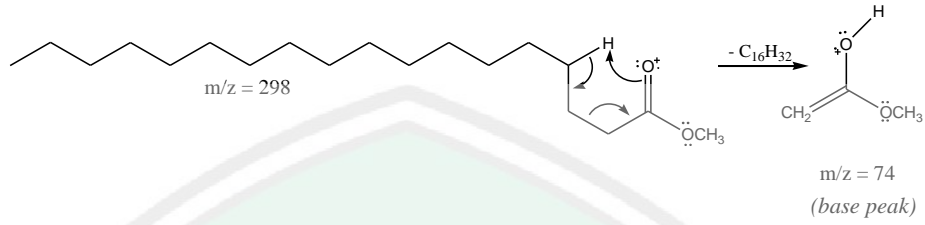
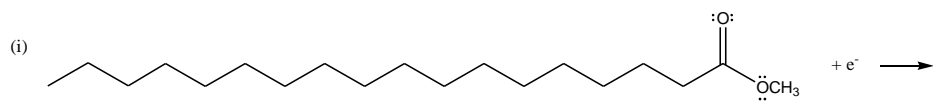


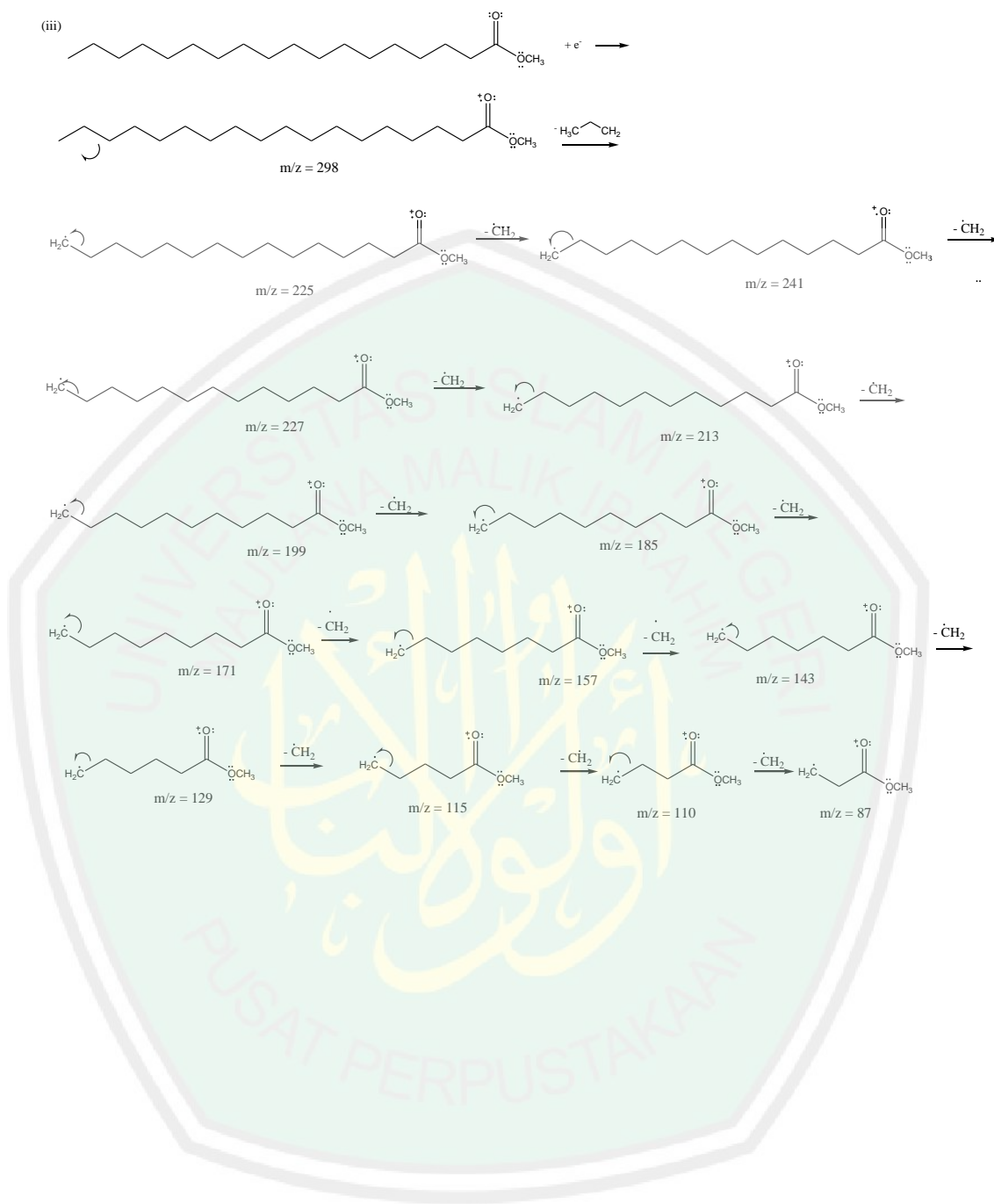




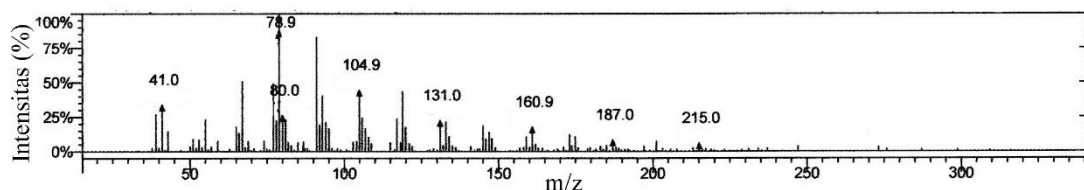
Spektra MS (Rt=25,951) dan Standar Metil Stearat

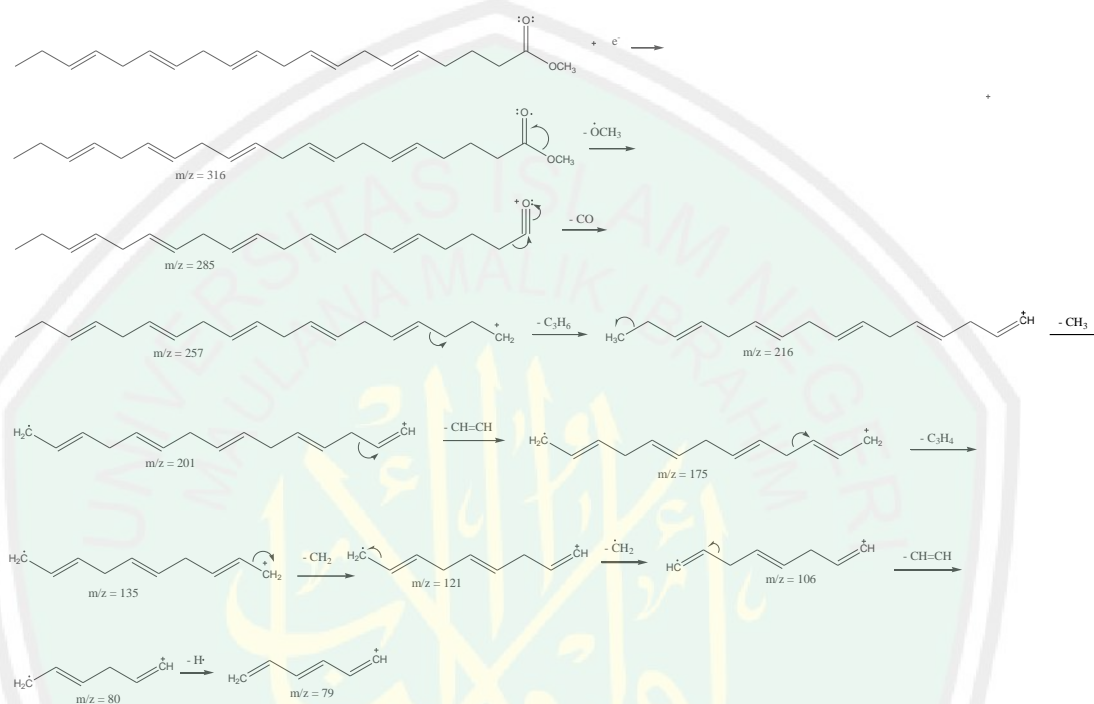
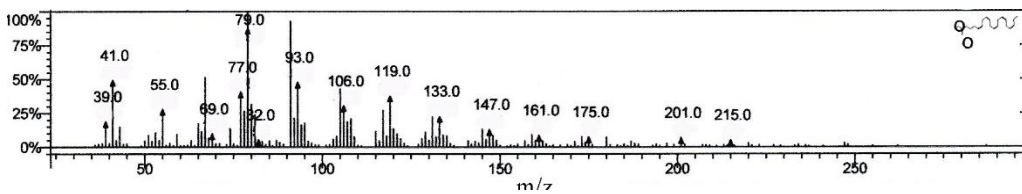




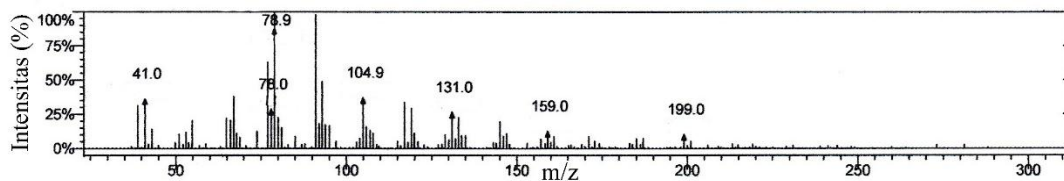


Lampiran 14 Spektra MS (Rt=27,241) dan Standar Metil Eikosapentaenoat





Spektra MS (Rt=28,752) dan Standar Metil Dokoheksaenoat



Lampiran 7

DOKUMENTASI



Gambar 1 Perendaman dengan HCl



Gambar 2 Pencucian zeolit



Gambar 3 Perendaman



Gambar 4 Proses reaksi



Gambar 5 Produk reaksi



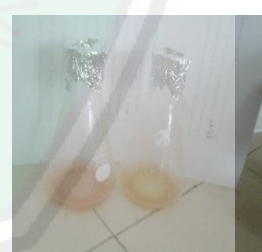
Gambar 6 Pencucian



Gambar 7 Metil ester



Gambar 8 titrasi ALB me



Gambar 9 Titrasi Minyak