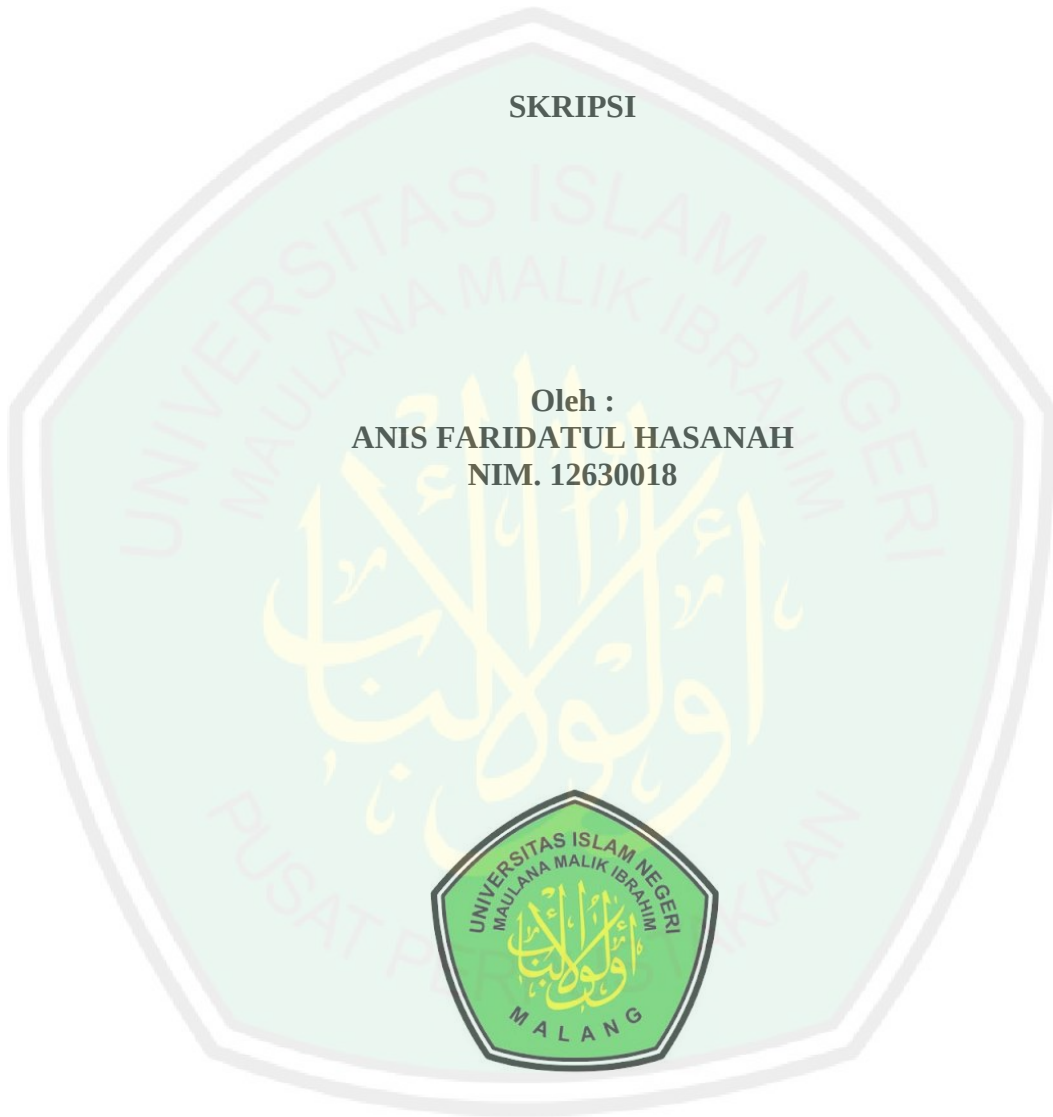


**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL SAMPING INDUSTRI
PENGALANGAN IKAN DENGAN VARIASI PENAMBAHAN
KATALIS KOH/ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

Oleh :
ANIS FARIDATUL HASANAH
NIM. 12630018



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

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL SAMPING INDUSTRI
PENGALANGAN IKAN DENGAN VARIASI PENAMBAHAN
KATALIS KOH/ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

Oleh :
ANIS FARIDATUL HASANAH
NIM. 12630018

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 SAMPING INDUSTRI
PENGALANGAN IKAN DENGAN VARIASI PENAMBAHAN
KATALIS KOH/ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

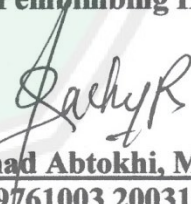
Oleh :
ANIS FARIDATUL HASANAH
NIM. 12630018

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal : 31 Oktober 2016

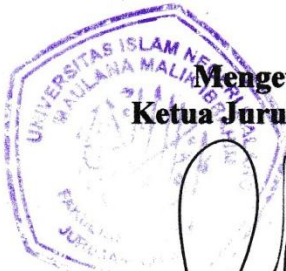
Pembimbing I


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

Pembimbing II


Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004


Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


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

**TRANSESTERIFIKASI MINYAK HASIL SAMPING INDUSTRI
PENGALANGAN IKAN DENGAN VARIASI PENAMBAHAN
KATALIS KOH/ZEOLIT ALAM**

SKRIPSI

Oleh :
ANIS FARIDATUL HASANAH
NIM. 12630018

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 31 Oktober 2016

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317	(.....)
Sekretaris Penguji	: Rachmawati Ningsih, M. Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Abtokhi, M.Pd NIP. 19761003 200312 1 004	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Anis Faridatul Hasanah

NIM : 12630018

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Transesterifikasi Minyak Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan dengan Variasi Penambahan Katalis KOH/Zeolit alam

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 31 Oktober 2016

Saya membuat pernyataan,



Anis Faridatul Hasanah
NIM. 12630018

KATA PENGANTAR

الرَّحِيمِ الرَّحْمَنِ اللَّهُ بِسْمِ

Segala puji bagi Allah SWT karena atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi dengan judul **“Transesterifikasi Minyak Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan dengan Variasi Penambahan Katalis KOH/Zeolit alam”**. Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi besar Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan bagi kita semua.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
2. Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
4. Rachmawati Ningsih, M.Si dan Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku pembimbing, serta Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku konsultan, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan
5. Seluruh Dosen Pengajar Kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis
6. Seluruh laboran dan staf administrasi kimia yang telah membantu dalam proses penelitian sampai penyusunan skripsi ini

7. Kedua orang tua, saudara-saudariku yang telah memberikan dukungan baik spiritual maupun materiil
8. Teman–teman mahasiswa angkatan 2012 yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam penyusunan skripsi, serta
9. Semua pihak yang telah membantu.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga skripsi ini bisa memberikan manfaat kepada para pembaca khususnya bagi penulis secara pribadi. *Amin Ya Rabbal Alamin.*

Malang, 31 Oktober 2016

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
 BAB I PENDAHULUAN.....	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 7
2.1 Minyak Limbah Ikan.....	7
2.1.1 Karakterisasi Minyak Limbah Ikan.....	7
2.1.2 Komposisi Asam Lemak pada Minyak Limbah Ikan	8
2.2 Metil Ester.....	9
2.3 Zeolit Alam Malang	10
2.3.1 Aktivasi Zeolit Alam.....	11
2.3.2 Karakterisasi Zeolit alam menggunakan <i>X-ray Diffraction (XRD)</i>	13
2.4 Pembuatan Metil Ester melalui reaksi Transesterifikasi.....	14
2.5 Analisis Metil Ester.....	18
2.5.1 GC-MS	18
2.5.2 Kadar Air	20
2.5.3 Angka Asam.....	21
2.5.4 Massa Jenis	21
2.5.5 Angka Iod.....	21
2.6 Potensi Hasil Laut dalam Perspektif Islam	22
 BAB III METODELOGI PENELITIAN	 24
3.1 Pelaksanaan Penelitian	24
3.2 Alat dan Bahan.....	24
3.2.1 Alat.....	24

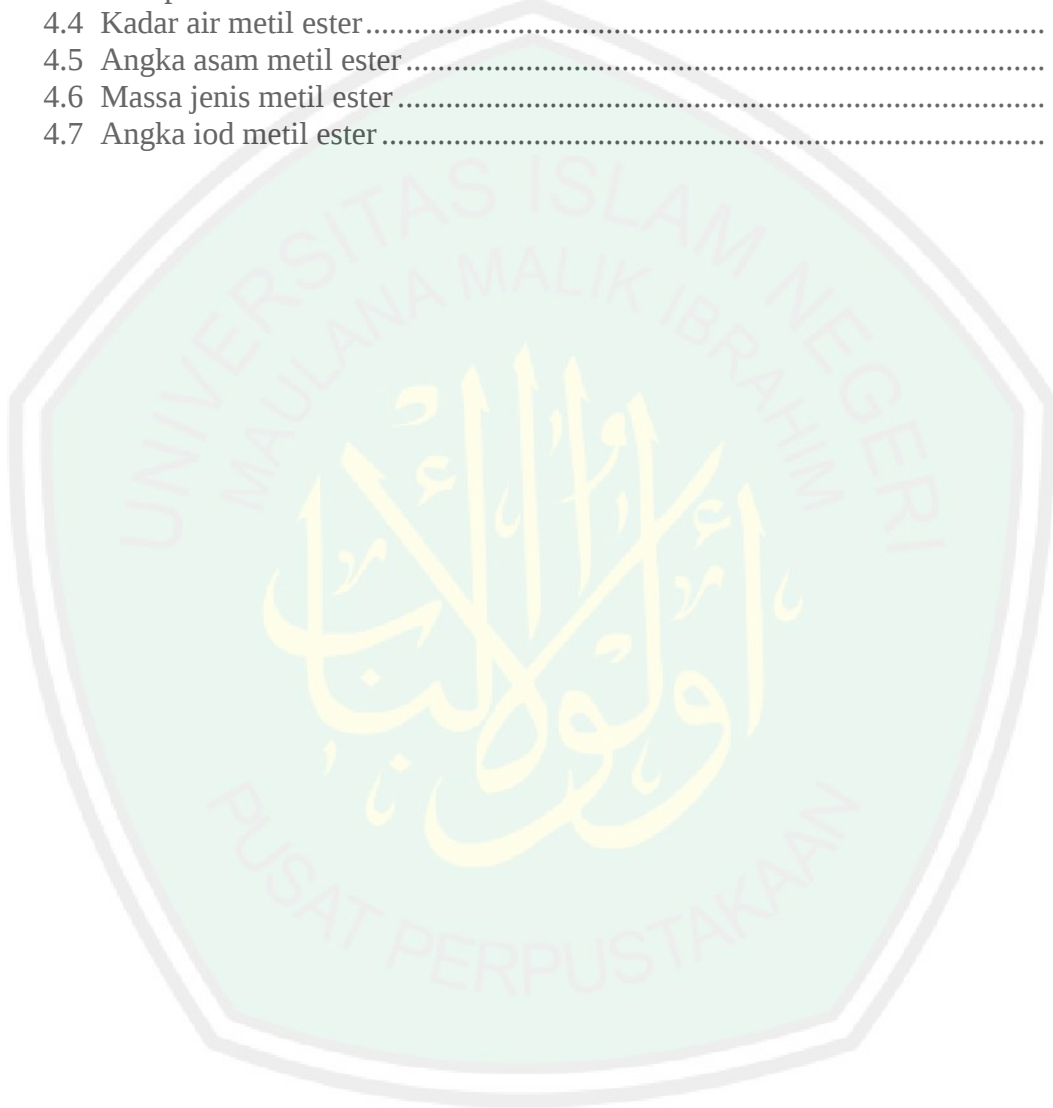
3.2.2 Bahan	24
3.3 Rancangan Penelitian	25
3.4 Tahapan Penelitian	25
3.5 Cara Kerja	26
3.5.1 Analisis Minyak Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan	26
3.5.1.1 Analisis Kadar Air	26
3.5.1.2 Analisis Asam Lemak Bebas	26
3.5.1.3 Analisis Angka Penyabunan	27
3.5.2 Preparasi Zeolit Alam	27
3.5.3 Aktivasi Zeolit Alam	27
3.5.4 Karakterisasi Zeolit menggunakan XRD	28
3.5.5 Pembuatan 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 Kadar Air	29
3.5.6.3 Analisis Angka Asam	30
3.5.6.4 Analisis Massa Jenis	30
3.5.6.5 Analisis Angka Iod	31
3.6 Analisis Data	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	32
4.1 Karakterisasi Minyak Limbah Ikan	32
4.1.1 Analisis Kadar Air	32
4.1.2 Analisis Asam Lemak Bebas	33
4.1.3 Analisis Angka Penyabunan	33
4.2 Preparasi Zeolit Alam Malang	35
4.3 Aktivasi Zeolit Alam	35
4.4 Pembuatan Metil Ester melalui reaksi Transesterifikasi	38
4.5 Analisis Metil Ester	42
2.5.1 Analisis GCMS	42
2.5.2 Analisis Kadar Air	51
2.5.3 Analisis Angka Asam	52
2.5.4 Analisis Massa Jenis	53
2.5.5 Analisis Angka Iod	53
2.6 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam	55
BAB V PENUTUP	58
4.1 Kesimpulan	58
4.1 Saran	58
DAFTAR PUSTAKA	60
LAMPIRAN	65

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur kerangka Zeolit	10
2.2 Difraktogram Zeolit alam Malang	13
2.3 Reaksi Transesterifikasi.....	15
2.4 Kromatogram GC metil ester.....	18
2.5 Spektra massa metil palmitat	19
2.6 Spektra massa metil oleat	20
4.1 Reaksi penyabunan minyak limbah ikan	34
4.2 Pergerakan HCl dalam struktur zeolit	36
4.3 Mekanisme impregnasi dengan KOH.....	36
4.4 Mekanisme pembentukan oksida K ₂ O.....	36
4.5 Difraktogram XRD	37
4.6 Mekanisme transesterifikasi Minyak Ikan.....	40
4.7 Hasil optimasi persentase katalis pada reaksi transesterifikasi.....	41
4.8 Kromatogram GC metil ester dari Minyak limbah Ikan.....	42
4.9 Spektra massa metil miristat	43
4.10 Penataan ulang <i>Mc Lafferty</i> metil miristat.....	44
4.11 Spektra massa metil palmitoleat	44
4.12 Resonansi metil palmitoleat puncak m/z 55	45
4.13 Spektra massa metil palmitat	45
4.14 Penataan ulang <i>Mc Lafferty</i> metil palmitat.....	46
4.15 Spektra massa metil linoleat	46
4.16 Resonansi metil linoleat puncak m/z 67	47
2.17 Spektra massa metil oleat	47
4.18 Resonansi metil oleat puncak m/z 55	48
4.19 Spektra massa metil stearat.....	48
4.20 Penataan ulang <i>Mc Lafferty</i> metil stearat.....	49
4.21 Spektra massa metil eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat	49
4.22 Senyawa puncak m/z 79 eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat	50
4.23 Reaksi Adisi Iod dengan metil ester	54

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Parameter Standar Nasional Biodiesel	9
4.1 Analisis minyak limbah ikan.....	32
4.2 Puncak 2 θ XRD zeolit alam dan KOH/zeolit alam.....	38
4.3 Komposisi Metil Ester hasil Transesterifikasi	51
4.4 Kadar air metil ester	51
4.5 Angka asam metil ester	52
4.6 Massa jenis metil ester	53
4.7 Angka iod metil ester	54



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Diagram kerja penelitian	64
Lampiran 2. Skema kerja	65
Lampiran 3. Pembuatan Larutan	71
Lampiran 4. Perhitungan	76
Lampiran 5. Difraktogram XRD KOH/zeolit alam	87
Lampiran 6. Kromatogram GC dan spektra massa metil ester	89
Lampiran 7. Fragmentasi metil ester	94
Lampiran 8. Dokumentasi	101



ABSTRAK

Hasanah, A.F. 2016. **Transesterifikasi Minyak Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan dengan Variasi Penambahan Katalis KOH/Zeolit alam**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Rachmawati Ningsih, M.Si, Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd, Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata kunci: minyak ikan, metil ester, transesterifikasi, zeolit alam Malang

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif pengganti solar yang dapat diperbaharui. Pemanfaatan minyak hasil samping industri pengalengan ikan sebagai bahan baku biodiesel dapat mengatasi masalah pembuangan limbah cair dan juga menurunkan harga jual biodiesel. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan transesterifikasi minyak ikan menggunakan katalis KOH/zeolit alam.

Pembuatan metil ester melalui transesterifikasi menggunakan katalis zeolit alam Malang yang diaktivasi menggunakan larutan HCl dan impregnasi dengan larutan basa KOH. Proses transesterifikasi dilakukan selama 3 jam pada suhu 60 °C menggunakan variasi penambahan katalis 5 %, 10 %, dan 15 % b/b total reaktan. Metil ester yang diperoleh dilakukan analisis kimia yang meliputi kadar air, angka asam, massa jenis, angka iod, dan GCMS untuk mengetahui komposisi metil ester hasil transesterifikasi.

Rendemen metil ester diperoleh sebesar 94,49% pada penambahan katalis 5 %, 87,04% pada penambahan katalis 10 %, dan 85,10% pada penambahan katalis 15 %. Biodiesel 5%, 10%, dan 15% berturut-turut memiliki kadar air sebesar 6,1 %, 4,8 %, dan 5,1 %; angka asam sebesar 0,86 mg KOH/g, 0,61 mg KOH/g, 0,79 mg KOH/g; massa jenis sebesar 0,878 gr/mL, 0,878 gr/mL, dan 0,869 gr/mL; dan angka iod sebesar 113,2 mg I₂/100 g; 126,1 mg I₂/100 g; dan 131,2 mg I₂/100 g. Analisis GCMS memperoleh 7 senyawa metil ester yang berpotensi sebagai biodiesel.

ABSTRACT

Hasanah, A. F. 2016. **Transesterification Fish Oil from Liquid Waste Fish Canning Industry with variation Addition of Catalyst KOH /Natural zeolite**. Supervisor I: Rachmawati Ning, M.Si, Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd, Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Keywords: fish oil, biodiesel, transesterification, natural zeolite Malang

Biodiesel is an alternative diesel fuel that can be renewed. Utilization of fish oil from liquid waste fish canning industry as material for biodiesel can reduce the problem of liquid waste disposal and lower the selling price of biodiesel. This study aims to do transesterification of fish oil use catalyst KOH/natural zeolite.

Production of methyl ester through transesterification using catalyst natural zeolite Malang which activated using HCl solution and impregnation use KOH solution. The transesterification process is done for 3 hours at temperatures 60 °C with at a 1:12 molar ratio of fish oil to methanol and a catalyst with variety of 5 %, 10 %, and 15 %. Transesterification's produk do chemical analysed was water content, acid number, density, iodine value, and GCMS to determine the composition of methyl esters.

The yield of methyl ester is 94.49 % on the addition of a catalyst 5 %, 87.04 % on the addition of a catalyst 10 %, and 85.10 % on the addition of a catalyst 15 %. Methyl ester 5 %, 10 % and 15 % had a water content were 6.1 %, 4.8 % and 5.1 %; the acid number were 0.86 mg KOH/g, 0.61 mg KOH/g, 0.79 mg KOH/g; the density were 0.878 g/mL, 0.878 g/mL, and 0.869 g/mL; and iodine value were 113.2 mg I₂/100 g; 126.1 mg I₂/100 g; and 131.2 mg I₂/100 g. GCMS analysis resulting 7 methyl esters.

الملخص

الحسنة، أنيس فريدة. ٢٠١٦. الجزيئات التبادلي النفطية من الصناعة التعليب الأسماك مع إضافة المحفز KOH / الزيوليت العالمية. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: رحمواتي نينغسيه، الماجستير، المشرف الثاني: أحمدأبطخى، الماجستير، المستشارة: سوسي نور خليفة، الماجستير

كلمات الرئيسية: زيت السمك، وقود الديزل الحيوي، الجزيئات التبادلي، الزيوليت العالمية مالانج

وقود الديزل الحيوي هو وقود الديزل البديل الذي يمكن أن يجديدها. الاستفادة من المشتقات النفطية من صناعة تعليب الأسماك كمادة خام لإنتاج الديزل الحيوي يمكن التغلب على مشكلة التخلص من النفايات السائلة وأيضاً يخفض سعر البيع وقود الديزل الحيوي. وتهدف هذه الدراسة لأن تفعل الجزيئات التبادلي النفطية الأسماك باستخدام حفاز KOH / الزيوليت العالمية.

تصنيع الميثيل استرات عن طريق الأسترة باستخدام الحافز الزيوليت العالمى مالانج الذي تم تفعيلها من خلال التشريب مع محلول حمض الهيدروكلوريك HCl و KOH الحل قاعدة. نفذت عملية الجزيئات التبادلي خارج لمدة ٣ ساعات في درجة حرارة ٦٠ درجة مئوية باستخدام الاختلاف من إضافة عامل حفاز يعنى ٥٪، ١٠٪، و ١٥٪ ب/ب من إجمالي المواد المتفاعلة. الميثيل استر الحصول إجراء التحاليل الكيميائية التي تشمل الرطوبة، عدد الحمضية، والكثافة، وعدد من اليود، و GCMS لتحديد تكوين النتائج استر الميثيل من الجزيئات التبادلي.

العائد من الميثيل استر حصلت ٩٤.٤٩٪ على إضافة المحفز ٥٪، ٨٧.٠٤٪ على إضافة الحافز يعنى ١٠٪، و ٨٥، ١٠٪ في ١٥٪ من إضافة المحفز. وقود الديزل الحيوي يعنى ٥٪ و ١٠٪ و ١٥٪ على التوالي يكون محتوى الماء من ٦.١٪، ٤.٨٪ و ٥.١٪. عدد حمض يعنى ٠.٨٦ ميل غرام KOH / غرام، ٠.٦١ ميل غرام KOH / غرام، ٠.٧٩ ميل غرام KOH / غرام ؛ وكثافة ٠.٨٧٨ غرام / ملي لتر، ٠.٨٧٨ غرام / ملي لتر، و ٠.٨٦٩ غرام / ملي لتر. وعدد اليود يعنى ١١٣.٢ ملغرام ١٠٠/١٢ غرام؛ ١٢٦.١ ملغرام ١٠٠/١٢ غرام ؛ و ١٣١.٢ ملغرام ١٠٠/١٢ غرام. ربحت 7 من تحليل GCMS الميثيل استر التي تحتل وقود الديزل الحيوي.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan bahan bakar minyak (BBM) di Indonesia setiap tahunnya semakin meningkat, sehingga ketersediaan minyak bumi menjadi berkurang dan akhirnya akan habis. Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif pengganti solar yang dapat diperbaharui sehingga produksinya dapat dilakukan secara terus menerus. Keuntungan biodiesel dibandingkan bahan bakar fosil yaitu *biodegradable*, toksisitas rendah, tidak korosif, dan emisi hidrokarbon yang tak terbakar rendah (Mukhibin, 2010).

Biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran metil ester asam lemak dari minyak nabati/hewani. Komponen biodiesel yang lebih dikehendaki yaitu metil ester asam lemak jenuh karena memiliki angka setana tinggi seperti asam palmitat yang terdapat dalam minyak hasil samping industri pengalengan ikan Muncar Banyuwangi (Setiawati dan Edwar, 2012). Pembuatan metil ester dari minyak hasil samping industri pengalengan ikan merupakan cara yang efektif untuk menurunkan harga jual biodiesel. Selain itu, pemanfaatan minyak hasil samping industri pengalengan ikan juga mengatasi masalah pembuangan limbah minyak yang dapat mengganggu kesehatan masyarakat sebagaimana firman Allah dalam al-Quran surat ar Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي
عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

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

Menurut Shihab (2012), kata *zhahara alfasad* pada surat ar Ruum ayat 41 adalah kerusakan yang tampak oleh mata manusia di muka bumi. Kerusakan tersebut diakibatkan oleh perbuatan manusia dan Allah menampakkannya sebagai akibat dari perbuatan manusia itu sendiri. Oleh karena itu, manusia sebagai *khalifah* di bumi hendaknya dapat menjaga keindahan lingkungan dan meminimalisir kerusakan di bumi seperti halnya pemanfaatan minyak dari limbah cair industri pengalengan ikan sebagai bahan dasar pembuatan metil ester.

Pembuatan metil ester dapat dilakukan melalui reaksi esterifikasi maupun transesterifikasi. Namun pembuatan metil ester dari minyak hasil samping industri pengalengan ikan dilakukan melalui reaksi transesterifikasi karena memiliki kandungan asam lemak bebas kecil yaitu 1,45 % ($< 2,5$ %) (Prasetyo, 2012). Reaksi transesterifikasi dapat berjalan optimal jika menggunakan katalis basa yang umumnya merupakan katalis homogen. Ningtyas, dkk. (2013) melakukan penelitian pembuatan metil ester dari minyak tepung ikan sarden menggunakan katalis NaOH melalui tahap transesterifikasi. Proses transesterifikasi dilakukan selama 2 jam pada suhu 70 °C dengan perbandingan mol minyak dan metanol (1:6) dan variasi NaOH yang digunakan yaitu 0,5 %; 1,0 %; 1,5 %; dan 2,0 %. Rendemen metil ester tertinggi yang diperoleh yaitu 80,96% pada penggunaan katalis NaOH 1,5 %.

Penggunaan katalis basa homogen menghasilkan rendemen metil ester tinggi namun katalis homogen menyebabkan sulitnya proses pemisahan katalis dengan metil ester dan juga tidak bisa digunakan kembali (Kusuma dkk., 2013).

Katalis heterogen (zeolit alam) dapat digunakan sebagai alternatif lain untuk pembuatan metil ester. Daya kerja zeolit sebagai katalisator dapat diperbesar dengan mengaktifkan zeolit terlebih dahulu (Sutarti dan Rahmawati, 1994). Aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan perendaman HCl untuk menghilangkan kation alkali atau alkali tanah yang terdapat dalam rongga zeolit (Kartika dan Widyaningsih, 2012). Deliana dan Nirwana (2013) melakukan pembuatan metil ester dari minyak limbah ikan patin menggunakan katalis zeolit dengan perbandingan mol minyak ikan dan isobutanol 1:6. Proses pembuatan metil ester dilakukan selama 7 jam pada suhu 90 °C dan diperoleh metil ester sebesar 19,3 % pada penggunaan katalis zeolit 20 %.

Katalis basa heterogen dapat dibuat dengan memodifikasi zeolit alam melalui impregnasi larutan basa (NaOH/KOH) untuk menempelkan sisi aktif basa pada permukaan dan pori zeolit (Noiroj dkk., 2009). Serio dkk. (2008) melakukan penelitian pembuatan metil ester dari minyak nabati menggunakan katalis NaOH/zeolit alam 10 % melalui proses transesterifikasi. Perbandingan rasio minyak dan metanol yang digunakan yaitu 1:10. Proses transesterifikasi dilakukan selama 3 jam pada suhu 65 °C dan diperoleh metil ester sebesar 85 %. Arifin dan Latifah (2015) juga menggunakan NaOH/zeolit alam sebagai katalis dalam pembuatan metil ester. Perbandingan mol minyak goreng bekas dan metanol yang digunakan yaitu 1:12 dan katalis sebanyak 10 % b/b total reaktan. Pembuatan metil ester dilakukan selama 3 jam pada suhu 60 °C. Rendemen metil ester yang dihasilkan yaitu 94,48 %.

Peneliti lain, Kusuma dkk. (2013) melakukan pembuatan metil ester dari minyak kelapa sawit menggunakan katalis KOH/zeolit alam. Perbandingan mol

minyak dan metanol yang digunakan yaitu 1:7 dan katalis sebanyak 3 % dari berat minyak kelapa sawit. Transesterifikasi dilakukan selama 2 jam pada suhu 60 °C yang menghasilkan metil ester sebanyak 96,44 %. Zulfadli dkk. (2015) juga menggunakan KOH/zeolit alam sebagai katalis pembuatan metil ester dari minyak sawit *off grade* melalui reaksi transesterifikasi. Rendemen metil ester tertinggi yang diperoleh adalah sebanyak 95,84% dengan kondisi operasi suhu reaksi 60 °C selama 2 jam, rasio molar minyak dan ikan (1:8) serta konsentrasi katalis 7,36 %.

Berdasarkan penelitian-penelitian sebelumnya, pembuatan metil ester lebih optimal menggunakan katalis heterogen (zeolit alam) yang diimpregnasi dengan larutan basa (KOH) untuk reaksi transesterifikasi. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan transesterifikasi minyak hasil samping industri pengalengan ikan dengan variasi penambahan katalis KOH/zeolit alam. Variasi penambahan katalis sangat berpengaruh terhadap pembentukan metil ester. Transesterifikasi minyak ikan menjadi metil ester dapat diperoleh maksimal pada kondisi konsentrasi katalis yang optimum. Namun ketika konsentrasi katalis telah mencapai optimumnya, maka metil ester yang dihasilkan akan konstan atau cenderung menurun (Darsono dan Oktari, 2013).

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Berapa rendemen metil ester yang diperoleh dari transesterifikasi minyak hasil samping industri pengalengan ikan menggunakan variasi penambahan katalis KOH/zeolit alam?
2. Bagaimana karakteristik metil ester yang dihasilkan?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. Untuk mengetahui rendemen metil ester yang diperoleh dari transesterifikasi minyak hasil samping industri pengalengan ikan menggunakan variasi penambahan katalis KOH/zeolit alam.
2. Untuk mengetahui karakteristik metil ester yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. Minyak ikan yang digunakan berasal dari limbah cair industri pengalengan ikan kecamatan Muncar kabupaten Banyuwangi.
2. Katalis yang digunakan adalah zeolit alam Malang yang diimpregnasi dengan KOH.
3. Variasi penambahan KOH/zeolit alam yang digunakan yaitu 5 %, 10 %, 15 % b/b total reaktan.
4. Perbandingan mol minyak ikan dan metanol yaitu 1:12.
5. Produk yang dihasilkan dianalisis dengan GC-MS (*Gas Chromatography–Mass Spectrometry*).

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat pada penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Dapat memberi informasi mengenai pemanfaatan limbah cair industri pengalengan ikan sehingga limbah cair yang dihasilkan tidak langsung dibuang ke selokan, sungai, ataupun laut.
2. Dapat memberi informasi mengenai pemanfaatan minyak ikan hasil samping pengalengan ikan sebagai bahan dasar pembuatan metil ester.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minyak Limbah Ikan

Minyak limbah ikan diperoleh dari limbah cair industri pengalengan ikan di Muncar Banyuwangi. Limbah cair industri pengalengan ikan mengandung minyak cukup banyak, setiap satu ton limbah cair menghasilkan minyak ikan sebanyak 50 kg (Setiabudi, 1990). Secara fisik, warna minyak hasil samping pengalengan ikan yang masih baru akan berwarna jingga, namun setelah didiamkan dalam waktu tertentu warna minyak akan berubah menjadi kecoklatan dan keruh. Kerusakan minyak tersebut selain mengubah warna juga dapat meningkatkan kandungan asam lemak bebas dan bilangan peroksida, sehingga kurang baik jika dimanfaatkan sebagai bahan pangan (Dewi, 2013).

2.1.1 Karakterisasi Minyak Limbah Ikan

Minyak limbah ikan dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan metil ester, namun perlu dilakukan karakterisasi terlebih dahulu agar menghasilkan metil ester yang maksimal. Karakterisasi minyak limbah ikan meliputi kadar air, asam lemak bebas, dan angka penyabunan.

a) Kadar Air

Kadar air merupakan parameter penting dalam menentukan kualitas minyak sebagai bahan baku pembuatan metil ester. Kadar air tinggi dapat mempercepat terjadi hidrolisis pada minyak, sehingga kadar asam lemak akan meningkat (Ketaren, 2008). Menurut Aziz dkk. (2012), syarat kadar air pada

minyak yaitu 1 %, sedangkan kadar air minyak limbah ikan sebesar 0,93 % (Janah, 2012) sehingga tidak perlu dilakukan pengurangan kadar air.

b) Asam Lemak Bebas

Minyak ikan dengan kandungan asam lemak bebas tinggi maupun rendah dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan metil ester. Jika kandungan asam lemak bebas tinggi ($> 2,5$ %) maka dilakukan melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Namun jika kandungan asam lemak bebas rendah ($< 2,5$ %) maka dilakukan melalui reaksi transesterifikasi (Susila, 2009). Minyak limbah ikan mengandung asam lemak bebas rendah yaitu sebesar 1,45 % (Prasetyo, 2012), sehingga pembuatan metil ester dilakukan melalui reaksi transesterifikasi.

c) Angka Penyabunan

Minyak limbah ikan memiliki angka penyabunan sebesar 116 mg/g. Angka penyabunan tinggi tidak diinginkan (> 500) dikarenakan dapat menghambat pembentukan metil ester (Dyah, 2011). Reaksi penyabunan merupakan reaksi samping yang tidak dikehendaki dikarenakan dapat mengganggu proses pemisahan metil ester, sehingga memerlukan proses pemisahan berulang ulang.

2.1.2 Komposisi Asam Lemak pada Minyak Limbah Ikan

Minyak limbah ikan mengandung asam lemak jenuh dan asam lemak tak jenuh. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Hidayat (2012), minyak limbah ikan yang berasal dari limbah cair industri pengalengan ikan Muncar Banyuwangi memiliki kandungan asam lemak jenuh yang terdiri dari asam tetradekanoat, asam pentadekanoat, asam heksadekanoat, asam heptadekanoat, dan asam oktadekanoat, yang mana asam heksadekanoat merupakan komponen terbesar

yaitu 28,90 %. Minyak limbah ikan juga memiliki kandungan asam lemak tak jenuh yang terdiri dari asam 9-oktadekanoat, asam 9,12,15-oktadekatrienoat, asam 10-nonadekanoat, asam 5,8,11,14-eikosatetraenoat, asam 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat, dan asam 13-dokoseenoat. Asam lemak tak jenuh yang dominan yaitu asam 9-oktadekanoat dengan persentase sebesar 25,90 %.

2.2 Metil Ester

Metil ester dapat diproduksi melalui reaksi transesterifikasi minyak/lemak nabati atau hewani (Leung dkk., 2010). Metil ester dapat dijadikan sebagai bahan bakar alternatif pengganti solar karena sifat fisika-kimia ester memiliki kemiripan dengan sifat fisika-kimia solar (Mukhibin, 2010). Dibanding bahan bakar solar, metil ester memiliki beberapa keunggulan. Diantaranya yaitu bahan bakar yang dapat diperbaharui, memiliki angka setana lebih tinggi, toksisitas rendah, tidak korosif, gas buangan hasil pembakaran metil ester lebih ramah lingkungan karena hampir tidak mengandung SO_x, dan *biodegradabel* (mudah terurai oleh mikroorganisme) (Zulfadli dkk., 2015). Pembuatan metil ester diharapkan akan memiliki kesamaan standar nasional biodiesel. Adapun kriteria standar biodiesel ditunjukkan pada Tabel 2.1.

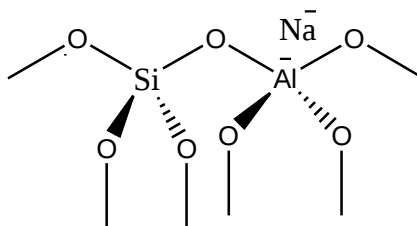
Tabel 2.1 Parameter Standar Nasional Indonesia biodiesel

Parameter	Satuan	Nilai
Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850-890
Air	% vol	maks 0,05
Angka asam	mg-KOH/g	maks 0,8
Angka iod	mg-I ₂ /100g	maks 115

Komponen biodiesel yang lebih dikehendaki yaitu metil ester asam lemak jenuh. Metil ester asam lemak tak jenuh memiliki angka setana yang lebih kecil dibanding metil ester asam lemak jenuh, hal ini dikarenakan meningkatnya jumlah ikatan rangkap metil ester asam lemak yang menyebabkan penurunan angka setana (Arita dkk., 2008). Adanya ikatan rangkap pada metil ester asam lemak dapat ditentukan dengan angka iod. Semakin tinggi angka iod yang terukur, maka semakin tinggi pula kandungan metil ester asam lemak tak jenuh (Apriani, 2008). Menurut Setyawardhani dkk. (2008) angka iod berbanding terbalik dengan angka setana yaitu semakin semakin tinggi angka iod yang terukur maka semakin kecil angka setana. Angka setana biodiesel yang diperbolehkan yaitu minimal 50 (SNI, 2006).

2.3. Zeolit Alam Malang

Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori. Zeolit terbentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom-atom oksigen, sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung rongga-rongga. Rongga zeolit terisi ion-ion logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Cheetam, 1992). Struktur kerangka zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.1 Struktur kerangka zeolit (Witanto dkk., 2010)

Zeolit alam adalah salah satu material yang banyak terdapat pada daerah pegunungan berapi yang berasal dari transformasi abu vulkanik. Zeolit alam memiliki begitu banyak kegunaan diantaranya dapat digunakan sebagai adsorben, dehidrasi, separator, penukar ion dan katalis. Zeolit alam salah satunya berada di daerah Malang selatan yang merupakan jenis mineral mordenit (MOR) yang memiliki rumus empiris $\text{Na}_8(\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}) \cdot 24\text{H}_2\text{O}$. Mordenit merupakan salah satu jenis zeolit alam yang dapat digunakan sebagai bahan pengemban karena berpori cukup besar ($\pm 7\text{\AA}$). Rongga dan saluran pada mordenit membuat molekul jenis ini mampu digunakan sebagai adsorben, penukar ion dan katalisator. Mordenit juga dikenal memiliki stabilitas termal yang tinggi, terbukti dari kemampuannya untuk mempertahankan struktur sampai temperatur 800–900 °C (Rianto dkk., 2012).

2.3.1 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan diantaranya mengandung banyak pengotor seperti Na, K, Ca, Mg dan Fe serta kristalinitasnya kurang baik. Keberadaan pengotor-pengotor tersebut dapat mengurangi aktivitas dari zeolit. Aktivitas zeolit dapat ditingkatkan, biasanya dilakukan aktivasi dan modifikasi terlebih dahulu (Lestari, 2010). Aktivasi zeolit dapat dilakukan secara fisika (kalsinasi) dan kimia (impregnasi) (Rosdiana, 2006). Terdapat beberapa tahapan aktivasi zeolit yaitu preparasi, impregnasi, dan kalsinasi.

a) Preparasi zeolit

Preparasi zeolit dapat dilakukan dengan merendam zeolit dengan aquades dan pemanasan. Pemanasan dapat menguapkan molekul air yang terperangkap terdapat pori-pori zeolit sehingga jumlah pori dan luas permukaan menjadi meningkat (Anggara dkk., 2013).

Zeolit alam mengandung banyak pengotor yang berupa kation logam. Pengotor dapat dihilangkan dengan cara merendam zeolit alam dengan HCl. Burris dan Juenger (2015) melakukan penghilangan pengotor zeolit alam menggunakan HCl 0,01 M; 0,5 M; dan 1 M. diperoleh hasil maksimal pada penggunaan HCl 0,5 M yang mana luas permukaan zeolit alam menjadi meningkat.

b) Impregnasi

Impregnasi merupakan salah satu metode untuk menempelkan sisi aktif pada permukaan dan pori zeolit (Utomo, 2011). Sisi aktif basa dapat dilakukan dengan cara perendaman zeolit menggunakan KOH. Perendaman dengan KOH menyebabkan tertempelnya K^+ pada permukaan dan pori zeolit. Intarapong dkk (2013) melakukan impregnasi KOH pada zeolit dengan variasi konsentrasi 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 b/b %. Ketika konsentrasi KOH meningkat, intensitas puncak difraktogram XRD semakin menurun. Pada analisis SEM, struktur permukaan zeolit termodifikasi KOH 20 % sama dengan struktur zeolit tanpa modifikasi. Namun penambahan KOH 30 %, struktur zeolit tidak terlihat dikarenakan kelebihan KOH yang dapat menutupi rongga dan permukaan zeolit.

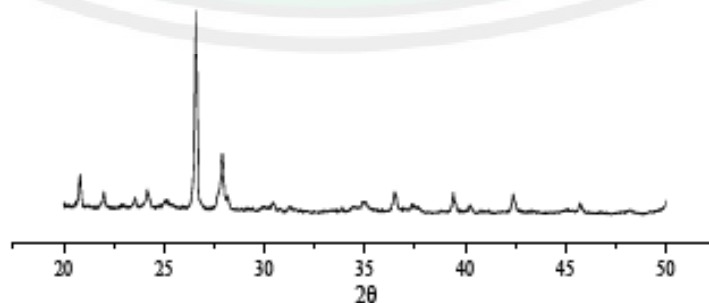
c) Kalsinasi

Kalsinasi merupakan aktivasi zeolit secara fisika yang dapat dilakukan dengan cara pemanasan zeolit pada suhu 450 °C selama 4 jam, dimana struktur zeolit tidak mengalami kerusakan. Proses kalsinasi menyebabkan K^+ yang menempel pada zeolit teroksidasi menjadi bentuk oksidanya yaitu K_2O . K_2O merupakan senyawa bersifat basa yang memiliki aktivitas katalitik tinggi dalam reaksi transesterifikasi (Kusuma dkk., 2013).

2.3.2 Karakterisasi Zeolit Alam menggunakan *X-ray Diffraction (XRD)*

XRD (X-ray diffraction) merupakan suatu instrumen yang dapat mengidentifikasi kristalinitas zeolit sebelum dan sesudah dilakukan modifikasi serta untuk mengetahui kemungkinan pembentukan fasa baru selama modifikasi (Kusuma dkk, 2013). Analisis difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X ($\lambda = 0,5-2,5 \text{ \AA}$) dengan pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Pengamburan sinar-X oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Indrawati, 2009).

Pola difraktogram yang dihasilkan berupa deretan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif bervariasi sepanjang nilai 2θ . Pola difraksi setiap padatan kristalin sangat khas, bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun. Dengan demikian, sangat kecil kemungkinan dihasilkan pola difraksi yang sama untuk suatu padatan kristalin yang berbeda (Beiser, 1992). Pola XRD untuk zeolit alam Malang sebelum dimodifikasi ditampilkan pada Gambar 2.5.



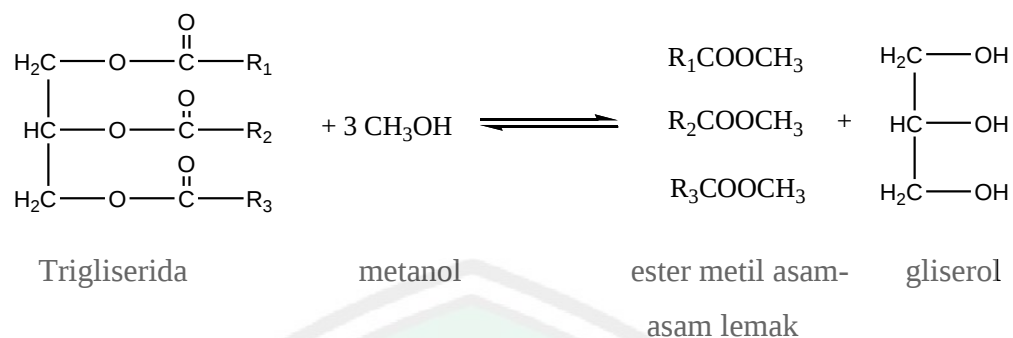
Gambar 2.2 Difraktogram zeolit alam Malang (Botianovi, 2012)

Difraktogram hasil karakterisasi zeolit alam Malang Gambar 2.5 menunjukkan puncak pada $2\theta = 20,81^\circ; 22,20^\circ; 23,56^\circ; 24,19^\circ; 25,62^\circ; 26,60^\circ; 27,90^\circ; 30,44^\circ; 31,27^\circ; 34,98^\circ; 36,50^\circ; 37,44^\circ; 39,41^\circ; 40,25^\circ; 42,40^\circ; 45,74^\circ; \text{ dan } 48,20^\circ$ (Botianovi, 2012). Pola XRD menunjukkan bahwa zeolit alam Malang tergolong jenis mordenit. Hal ini sesuai dengan difraktogram mordenit yang dilakukan Intarapong dkk (2013), yang menyatakan puncak khas untuk mordenit yaitu pada $2\theta = 22,30^\circ; 25,70^\circ; 26,30^\circ; \text{ dan } 27,50^\circ; 30,90^\circ$

Arifin dan latifah (2015) melakukan modifikasi terhadap zeolit alam. Zeolit alam sebanyak 200 g (100 *mesh*) direndam dalam larutan HF 1 %, dioven selama 2 jam pada suhu 120°C , dan dilakukan impregnasi dengan cara direndam dalam larutan NaOH 1 M selama 3 hari. Data XRD menunjukkan bahwa zeolit alam termodifikasi (ZAT) memiliki pola difraktogram yang sama dengan zeolit alam tanpa modifikasi (ZA) dan terjadi pergeseran sudut difraksi dan peningkatan intensitas. Peningkatan intensitas menunjukkan peningkatan kristalinitas struktur zeolit alam.

2.4 Pembuatan Metil Ester melalui Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi merupakan tahap konversi trigliserida (minyak ikan) menjadi metil ester dengan cara direaksikan dengan metanol dan juga penambahan katalis. Tahap ini akan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Reaksi transesterifikasi bersifat *reversible*, untuk memaksimalkan konversi maka kesetimbangan harus bergeser kearah produk. Salah satu cara untuk mencapai kondisi ini yaitu dengan penambahan reaktan metanol secara berlebih (Fessenden dan Fessenden, 1992). Reaksi transesterifikasi ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Reaksi transesterifikasi (Fessenden dan Fessenden, 1992)

Pembuatan metil ester melalui reaksi transesterifikasi diharapkan memperoleh produk metil ester dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi yang mempengaruhi perolehan metil ester melalui reaksi transesterifikasi yaitu meliputi pengaruh kadar air, kadar asam lemak bebas, perbandingan molar alkohol dengan minyak ikan, konsentrasi katalis, waktu, dan suhu.

a) Kadar air

Kadar air sangat berpengaruh pada pembuatan metil ester. Menurut Aziz dkk. (2012) syarat maksimal kadar air pada minyak ikan yaitu 1 %. Jika kadar air lebih dari 1 % maka perlu perlakuan lanjut untuk menghilangkan kadar airnya yaitu dengan cara penambahan natrium anhidrat.

b) Kadar asam lemak bebas

Minyak ikan yang akan ditransesterifikasi harus memiliki kadar asam lemak bebas rendah. Menurut Susila (2009) proses transesterifikasi dapat dilakukan jika minyak ikan yang digunakan memiliki kadar asam lemak bebas kurang dari 2,5 %. Jika kadar asam lemak bebasnya tinggi maka akan menyebabkan terbentuknya reaksi samping yaitu reaksi saponifikasi, sehingga rendemen metil ester akan berkurang dan kualitas metil ester yang diperoleh tidak memenuhi standar mutu.

c) Perbandingan mol metanol dengan minyak

Secara stoikiometri, 3 mol metanol dibutuhkan untuk memecah 1 mol trigliserida menghasilkan 3 mol metil ester dan 1 mol gliserol. Arifin dan Latifah (2015) menggunakan rasio mol minyak goreng bekas dan metanol sebesar 1:6, 1:8, 1:10, dan 1:12. Hasil optimasi rasio mol minyak goreng bekas dengan metanol menghasilkan konversi metil ester maksimal sebesar 96,95 % yang terjadi pada rasio 1:12. Semakin besar metanol yang digunakan akan memperoleh rendemen metil ester yang semakin besar pada suhu yang sama. Hal ini dikarenakan penggunaan metanol berlebih akan memperbesar terjadinya tumbukan antara metanol dengan trigliserida sehingga laju reaksi transesterifikasi semakin cepat (Dyah, 2011).

d) Konsentrasi katalis

Rendemen metil ester yang lebih besar akan didapatkan pada kondisi konsentrasi katalis yang optimum, namun ketika konsentrasi katalis telah mencapai kondisi optimumnya, maka rendemen biodiesel yang dihasilkan akan konstan atau cenderung menurun (Darsono dan Oktari, 2013). Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Arifin dan Latifah (2015). Konsentrasi katalis basa yang digunakan yaitu 2,5 %; 5 %; 7,5 %; dan 10 % b/b reaktan. Rendemen metil ester tertinggi yang diperoleh sebesar 94,48 % pada penggunaan katalis 10 %, rasio molar minyak dan metanol (1:12), dan suhu reaksi 60 °C. Penggunaan konsentrasi katalis 10 % merupakan konsentrasi optimum untuk menghasilkan metil ester yang maksimal.

e) Waktu

Reaksi transesterifikasi dilakukan dalam berbagai variasi waktu antara 1-4 jam. Waktu reaksi selama 1 jam bisa menghasilkan metil ester sebesar 77,59 %. Kemudian waktu reaksi dinaikkan menjadi 2 jam dan 3 jam dengan produk yang dihasilkan mengalami peningkatan, dimana waktu 3 jam menghasilkan produk sebesar 91,66 %. Namun setelah reaksi berlangsung selama 4 jam, metil ester yang dihasilkan mengalami penurunan menjadi 76,72 % (Wirasito dkk, 2014). Menurut Kusuma dkk. (2013), turunnya rendemen metil ester setelah 4 jam reaksi dikarenakan reaksi transesterifikasi merupakan reaksi *reversible* sehingga terjadi pergeseran kesetimbangan. Setelah 4 jam, terjadi pergeseran kesetimbangan ke arah reaktan sehingga produk yang telah terbentuk berubah kembali menjadi reaktan.

f) Suhu

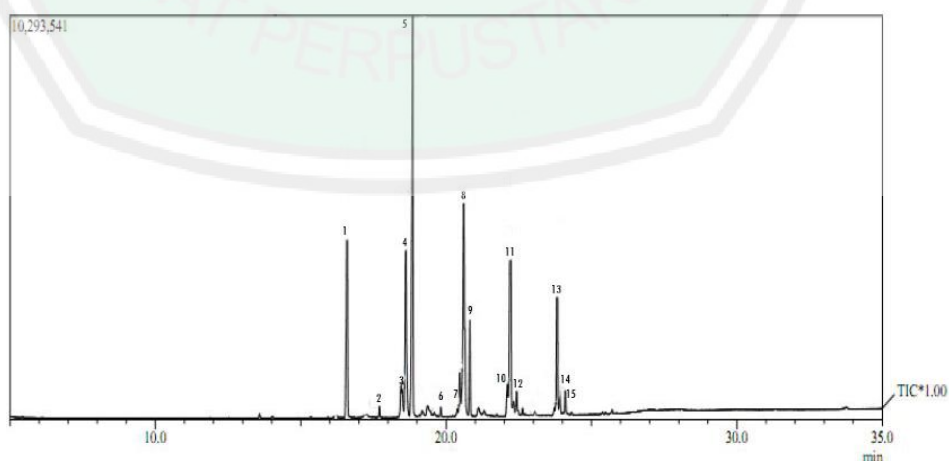
Reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada suhu 30-60 °C (titik didih metanol sekitar 64,5 °C). Semakin tinggi suhu, rendemen metil ester yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat. Untuk waktu 120 menit, pada suhu 70 °C diperoleh rendemen metil ester 82,25 %, sedangkan pada 60 °C yaitu 95,84 % dan pada 50 °C yaitu 80,12 % (Zulfadli dkk, 2015). Suhu reaksi memberikan pengaruh terhadap peningkatan rendemen metil ester. Rendemen metil ester terus meningkat seiring dengan meningkatnya suhu reaksi namun turun pada suhu 70 °C, hal ini diasumsikan metanol menguap sehingga jumlah metanol berkurang dan pembentukan metil ester kurang maksimal.

2.5 Analisis Metil Ester

Analisis metil ester pada penelitian ini meliputi analisis dengan GC-MS, kadar air, angka asam, massa jenis, dan angka iod.

2.5.1 GC-MS

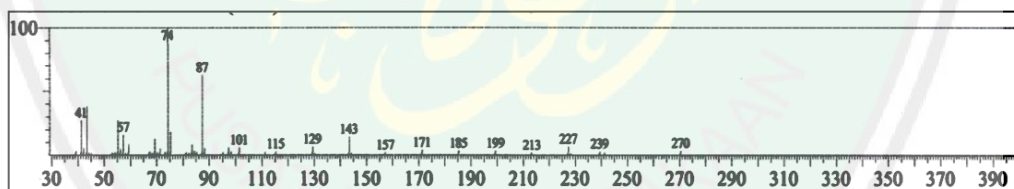
Metil ester yang diperoleh dianalisis menggunakan GC-MS (*Gas Chromatography–Mass Spectrometry*). GC-MS merupakan gabungan dari dua instrumen dengan dua fungsi yang berbeda, yaitu *gas chromatography* dan *mass spectrometry*. *Gas chromatography* berfungsi untuk memisahkan komponen-komponen senyawa dalam sampel berdasarkan titik didih dan interaksi yang terjadi antara senyawa dengan fase diam (Rohman dan Gandjar, 2007). Sedangkan *mass spectrometry* berfungsi sebagai detektor untuk menganalisis komponen-komponen yang berhasil dipisahkan pada kromatografi gas (Willard, 1988). Kromatogram GC menunjukkan beberapa puncak hasil pemisahan yang disertai dengan besarnya kelimpahan dari senyawa (% area). Kromatogram GC metil ester dari minyak limbah ikan ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Kromatogram GC Metil Ester (Hidayat, 2012)

Gambar 2.9 menunjukkan terdapat 15 puncak dengan area yang berbeda-beda, yang artinya terdapat 15 senyawa metil ester yang berpotensi sebagai biodiesel. Senyawa metil ester yang dominan yaitu metil palmitat dan metil oleat. Metil palmitat merupakan senyawa pada puncak 5 dengan waktu retensi 18,714. Sedangkan metil oleat merupakan senyawa pada puncak 8 dengan waktu retensi 20,480.

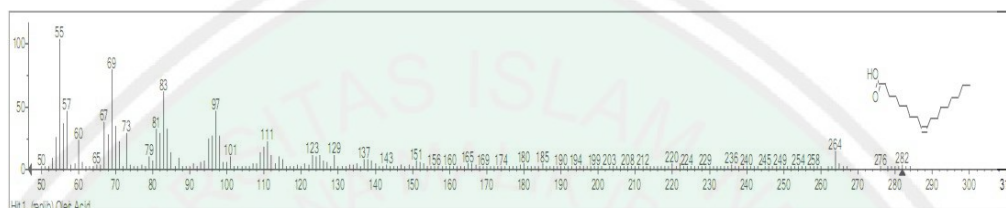
Senyawa metil ester yang telah dipisahkan dengan *gas chromatography* kemudian diidentifikasi menggunakan *mass spectrometry*. Spektra massa menunjukkan perbandingan antara massa fragmen (m/z) dengan kelimpahan relatif kation berdasarkan kestabilannya (Supratman, 2010). Spektra massa dari masing-masing senyawa dibandingkan dengan spektra massa senyawa pada *library* yang terdapat pada alat. Spektra massa senyawa metil palmitat ditampilkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Spektra massa Metil Palmitat (Gunawan dkk., 2014)

Spektra massa metil palmitat memiliki pola fregmentasi dengan m/z 43, 57, 74, 87, 101, 115, 129, 143, 171, 185, 199, 227, 239, dan 270 (Hidayat, 2012). Puncak dari ion molekul yaitu pada m/z 270 yang berasal dari $C_{17}H_{34}O_2^+$, sedangkan puncak dasar pada m/z 74 berasal dari $C_3H_6O_2^+$. Pecahan m/z 239 berasal dari $C_{16}H_{31}O^+$ yang dihasilkan oleh lepasnya gugus metoksi dari puncak ion molekul. Sedangkan pecahan dengan m/z 43 diperoleh dari lepasnya radikal

$C_{12}H_{24}COOCH_3$. Puncak-puncak pada m/z 87, 101, 115, 129, 143, 171, 185, 199, 227, dan 239 merupakan pola fragmentasi karena adanya pemecahan pada tiap ikatan C-C dan dikenal sebagai pola fragmentasi deret ion $C_nH_{2n-1}O_2^+$ (Gunawan dkk., 2014). Sedangkan spektra massa metil oleat ditampilkan pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Spektra massa Metil Oleat (Maulida dan Supartono, 2016)

Spektra massa metil oleat memiliki pola fragmentasi dengan m/z 55, 69, 79, 97, 124, 137, 166, 180, 193, 207, 222, 235, 246, 264, dan 296. 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 (Fatmawati, 2012).

2.5.2 Kadar Air

Kadar air yang terkandung dalam metil ester merupakan salah satu tolak ukur mutu biodiesel. Metil ester yang berpotensi sebagai biodiesel diperbolehkan mengandung air maksimal 0,05 %. Kadar air yang tinggi akan menyebabkan reaksi hidrolisis metil ester (saponifikasi) dan juga akan meningkatkan asam lemak bebas sehingga metil ester bersifat korosif (Prihandana dkk., 2006).

2.5.3 Angka Asam

Angka asam adalah jumlah milligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram minyak atau lemak. Metil ester yang berpotensi sebagai biodiesel diperbolehkan mengandung angka asam maksimal 0,8 mg KOH/g. Jika metil ester memiliki angka asam diatas 0,8 mg KOH/g maka metil ester bersifat korosif dan dapat menimbulkan jelaga atau kerak di injektor mesin diesel (Setiawati dan Edwar, 2012).

2.5.4 Massa Jenis

Massa jenis metil ester yang berpotensi sebagai biodiesel yang diperbolehkan yaitu maksimal 850-890 kg/m³. Jika massa jenis metil ester melebihi ketentuan sebaiknya tidak digunakan karena akan meningkatkan keausan mesin dan menyebabkan kerusakan mesin. Tingginya massa jenis biodiesel dapat disebabkan banyaknya zat-zat pengotor, seperti sabun dan gliserol hasil reaksi penyabunan, asam-asam lemak yang tidak terkonversi menjadi metil ester, air, ataupun sisa metanol yang terdapat dalam biodiesel (Setiawati dan Edwar, 2012).

2.5.5 Angka Iod

Angka iod menunjukkan jumlah ikatan rangkap yang terdapat dalam metil ester (Dewi dan Hidajati, 2012). Angka iod metil ester diatas 115 mg/100 g tidak diinginkan karena dapat menghasilkan metil ester dengan angka setana rendah. Angka setana merupakan kemampuan bahan bakar untuk menyala sendiri. Metil ester dengan angka setana rendah dapat menyebabkan kerusakan pada mesin (Setiawati dan Edwar, 2012).

2.6 Potensi Hasil Laut dalam Perspektif Islam

Laut merupakan salah satu bagian dari wilayah bumi. Allah SWT menganugerahkan laut yang kaya akan sumber daya alam laut untuk memenuhi kebutuhan hidup dan kesejahteraan manusia. Salah satu contoh kekayaan laut yaitu ikan sebagaimana firman Allah SWT dalam al-Quran surat an Nahl ayat 14:

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

Artinya: “Dan Dia-lah, 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”.

Dalam surat an Nahl ayat 14 terdapat kata kunci yang mengindikasikan salah satu ragam potensi kelautan, yaitu berupa perikanan yang dapat dieksplorasi dari laut dan dimanfaatkan. Menurut Zuhaili (1991), kata *lita'kuluu minhu lahman thariyyan* (agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar) pada surat an Nahl yaitu Allah SWT menundukkan laut agar manusia dapat memenuhi kebutuhan hidupnya dengan cara mengail dan menangkap ikan-ikan yang berada di dalam laut, dan Allah membolehkannya untuk dikonsumsi oleh manusia, baik dalam kondisi hidup maupun mati. Berkaitan dengan gambaran tentang daging segar (ikan), tersirat Kemahakuasaan Allah dalam mengeluarkan sesuatu yang lezat dari sesuatu yang asin, dan ikan-ikan tersebut segera diolah (dimasak), agar tidak menjadi rusak.

Hasil laut terutama ikan mempunyai peranan dan kedudukan yang sangat penting sebagai sumber gizi karena memiliki kandungan protein yang cukup tinggi. Muncar adalah salah satu kecamatan di kabupaten Banyuwangi yang mengelola ikan menjadi produk ikan kaleng siap saji. Industri pengolahan ikan tersebut menjadi andalan lapangan kerja masyarakat setempat sehingga dapat meningkatkan kesejahteraan masyarakat. Seiring dengan berkembangnya industri pengalengan ikan di Muncar, dihasilkan juga limbah cair yang cukup besar. Limbah cair tersebut mengandung minyak cukup banyak sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan metil ester berupa minyak ikan. Pemanfaatan limbah cair secara optimal yaitu tidak ada limbah cair yang terbuang ke lingkungan merupakan salah satu bentuk rasa bersyukur manusia.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April-Mei 2016 di Laboratorium Kimia Fisika, Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, dan Laboratorium Sentral Mineral & Material Maju FMIPA Universitas Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah cawan porselen, pipet volum (10 mL, 25 mL, dan 50 mL), pipet ukur 5 mL dan 10 mL, pipet tetes, labu ukur 100 mL dan 250 mL, corong pisah 250 mL, Erlenmeyer 100 mL, penyaring 250 *mesh*, corong gelas, gelas ukur, spatula, pengaduk gelas, gelas arloji, *beaker glass* 100 mL, seperangkat alat refluks, oven, labu leher tiga, piknometer, desikator, *magnetic stirrer*, termometer 100 °C, neraca analitik, *hot plate*, lemari asap, seperangkat alat titrasi, tanur, XRD (PanAnalytical E'xpert Pro) dan GC-MS (Varian CP 3800- Saturn 2200).

3.2.2 Bahan

Minyak hasil samping industri pengalengan ikan di Muncar Banyuwangi, Zeolit alam Malang, Aseton, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, KOH (Merck), HCl 37%, Na_2SO_4 , Etanol 96 %, Aquades, Metanol (Merck), Indikator PP, CHCl_3 , Reagen Hanus, KI, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, pH universal, dan Alumunium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat deskriptif kuantitatif yang terdiri dari satu variabel bebas, yaitu konsentrasi katalis KOH/zeolit alam. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut; Minyak ikan dicampur dengan metanol dengan perbandingan mol 1:12. Selanjutnya ditambahkan katalis KOH/zeolit alam menggunakan variasi 5 %, 10 % dan 15 % b/b dari total reaktan untuk proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi dilakukan selama 3 jam pada suhu 60 °C dan disertai pengadukan. Metil ester yang diperoleh dimurnikan dan dianalisis dengan instrumen GC-MS. Data yang diperoleh dilakukan pengolahan dengan membuat tabel dan grafik.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Analisis minyak hasil samping industri pengalengan ikan
2. Preparasi zeolit alam
3. Aktivasi zeolit alam
4. Karakterisasi zeolit menggunakan XRD
5. Pembuatan metil ester melalui reaksi transesterifikasi
6. Analisis metil ester
7. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Analisis Minyak Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan

3.5.1.1 Analisis Kadar Air

Cawan porselen kosong di oven selama 15 menit, lalu didinginkan di dalam desikator. Sebanyak 5 gram minyak (W_1) dimasukkan kedalam cawan porselen dan ditimbang (W_2), dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 °C. Selanjutnya cawan porselen berisi sampel didinginkan dalam desikator dan ditimbang (W_3) hingga konstan (Aziz dkk, 2012).

$$Kadar\ Air\ (\% b/b) = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

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

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 (SNI, 2012).

$$ALB\ (\% b/b) = \frac{V\ KOH \times N\ KOH \times BM}{massa\ sampel\ (g) \times 1000} \times 100$$

Keterangan:

ALB : Asam lemak bebas

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

3.5.1.3 Analisis Angka Penyabunan

Sebanyak 2 gram minyak ikan dimasukkan dalam Erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 0,5 N KOH alkoholis sebanyak 25 mL. Selanjutnya ditutup dengan alumunium foil dan didihkan dengan hati-hati (dengan penangas air) selama 30 menit. Setelah dingin ditambah 3 tetes indikator fenolftalein dan dititrasi dengan HCl 0,5 N sampai tidak berwarna. Dilakukan langkah yang sama terhadap blanko (Al-Harbawy dan Al-Mallah, 2014).

$$\text{Angka Penyabunan (mg/g)} = \frac{V \text{ titrasi (blanko - sampel)} \times N \text{ HCl} \times BM \text{ KOH}}{\text{massa sampel (g)}}$$

3.5.2 Preparasi Zeolit Alam

Serbuk zeolit alam sebanyak 250 gram diayak dengan ukuran 250 *mesh* dan direndam dalam 500 mL aquades sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam pada suhu kamar ($\pm 25^\circ\text{C}$) (Trisunaryanti dkk., 2005). Disaring dan endapan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 4 jam (Botianovi, 2012).

3.5.3 Aktivasi Zeolit Alam

Zeolit hasil preparasi sebanyak 200 gram direndam dalam larutan HCl 6 M sebanyak 400 mL selama 4 jam. Campuran kemudian disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral. Dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 4 jam (Botianovi, 2012). Selanjutnya di impregnasi dengan larutan KOH. Zeolit alam direndam dengan 80 gram KOH dalam 200 mL aquades selama 24 jam. Zeolit yang tertahan di kertas saring kemudian dikeringkan dalam oven bersuhu 110°C selama 24 jam untuk menghilangkan kandungan air (Intarapong dkk.,

2013). Setelah 24 jam, dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam (Arifin dan Latifah, 2015).

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 (λ = 1.5406 Å) pada 40 kV dan 30 mA, 2θ 5-50 ° dan kecepatan scan 0,02 °/detik (Erlina dkk., 2013).

3.5.5 Pembuatan Metil Ester melalui Reaksi Transesterifikasi

Proses transesterifikasi dilakukan dalam labu leher tiga berkapasitas 500 ml dengan mencampurkan minyak ikan dan metanol dengan menggunakan katalis KOH/zeolit alam. Perbandingan mol minyak ikan dan metanol yang digunakan yaitu 1:12. Penambahan katalis KOH/zeolit alam menggunakan variasi 5 %, 10 % dan 15 % b/b dari total reaktan. Katalis KOH/zeolit alam dilarutkan terlebih dahulu dalam metanol dan dilanjutkan dengan penambahan minyak. Proses transesterifikasi dilakukan selama 3 jam pada suhu 60 °C dan disertai pengadukan. Setelah proses selesai, katalis dipisahkan terlebih dahulu. Lalu campuran metil ester dan gliserol didiamkan dalam corong pisah selama 24 jam. Setelah terpisah, diambil lapisan atas (metil ester) dan dimurnikan dengan aquades panas sebanyak 10 % dari volume minyak dan didiamkan dalam corong pisah. Setelah 1 jam, lapisan atas diambil dan ditambah 1 % b/b Na₂SO₄ anhidrat (Arifin dan Latifah, 2015).

$$\text{Rendemen metil ester (\% b/b)} = \frac{\text{massa metil ester}}{\text{massa minyak ikan}} \times 100$$

3.5.6 Analisis Metil Ester

3.5.6.1 Analisis dengan GC-MS

Analisis metil ester menggunakan GC-MS. Metil ester sebanyak 2 μL diinjeksikan ke dalam alat GC-MS yang telah dikondisikan sebagai berikut (Hidayat, 2012):

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

3.5.6.2 Analisis Kadar Air

Cawan porselen kosong di oven selama 15 menit, lalu didinginkan di dalam desikator. Sebanyak 5 gram metil ester (W_1) dimasukkan kedalam cawan porselen dan ditimbang (W_2), dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 °C. Selanjutnya cawan porselen berisi sampel didinginkan dalam desikator dan ditimbang (W_3) hingga konstan (Aziz dkk, 2012).

$$\text{Kadar Air (\% b/b)} = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

Keterangan:

W_1 : berat sampel (g)

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

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

3.5.6.3 Analisis Angka Asam

Sebanyak 2 gram metil ester 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 (SNI, 2012).

$$\text{Angka Asam (mg/g)} = \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM}{\text{massa sampel (g)}}$$

Keterangan:

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

3.5.6.4 Analisis Massa Jenis

Piknometer dibilas dengan aquades, lalu dengan aseton, dan dikeringkan dengan *hairdryer*. Ditimbang piknometer (W_1). Piknometer diisi dengan metil ester, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang (W_2) (Aziz dkk, 2012).

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

Keterangan :

W_1 : massa piknometer (g)

W_2 : massa piknometer + sampel (g)

V : volume sampel (mL)

3.5.6.6 Analisis Angka Iod

Sebanyak 0,5 g metil ester dimasukan dalam Erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 10 mL kloroform dan 5 mL reagen Hanus. Dibiarkan di ruang gelap selama 30 menit sambil sekali-kali dikocok. Kemudian ditambahkan 10 mL KI 15% dan akuades 100 mL yang telah dipanaskan. Setelah itu dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai warna kuning muda. Ditambahkan 3 tetes indikator amilum 1%. Titrasi dilanjutkan hingga terjadi perubahan warna biru menjadi tidak berwarna (Fauziah, 2013).

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{V \text{ titrasi (blanko - sampel)} \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,69}{\text{massa sampel (g)}}$$

3.7 Analisis Data

Data yang diperoleh pada penelitian ini yaitu persentase metil ester hasil transesterifikasi. Data yang diperoleh disajikan berupa tabel dan grafik hubungan antara hasil percobaan dengan variabel (variasi konsentrasi katalis). Langkah berikutnya adalah mencari kondisi yang optimum dari variabel tersebut.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Analisis Minyak Limbah Ikan

Minyak limbah ikan yang digunakan pada penelitian ini yaitu dari limbah cair industri pengalengan ikan Muncar Banyuwangi. Secara fisik, minyak hasil samping pengalengan ikan berwarna kuning kecoklatan dan berbau amis. Hasil analisis minyak limbah ikan ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Analisis minyak limbah ikan

Analisis	Nilai	Standar
Kadar Air	0,261 %	1 %
Kadar asam lemak bebas	0,627 %	< 2,5 %
Angka penyabunan	133,9 mg KOH/g	< 500 mg KOH/g

4.1.1 Analisis Kadar Air

Kadar air merupakan parameter penting dalam menentukan kualitas minyak sebagai bahan baku pembuatan metil ester. Adanya kandungan air dalam minyak limbah ikan dapat mempercepat terjadinya hidrolisis pada minyak sehingga kadar asam lemak bebas akan meningkat. Jika kadar asam lemak bebas dalam minyak tinggi maka akan berpengaruh terhadap metode pembuatan metil ester. Menurut Aziz dkk (2012), Syarat maksimal kadar air pada minyak yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan metil ester yaitu 1 %. Jika kadar air lebih dari 1 % maka perlu adanya perlakuan lebih lanjut untuk mengurangi kadar air yang terkandung dalam minyak. Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh kadar air minyak limbah ikan sebesar 0,261 %. Kadar air minyak limbah ikan tidak perlu dikurangi karena kurang dari 1 %.

4.1.2 Analisis Asam Lemak Bebas

Kandungan asam lemak bebas dalam minyak limbah ikan sangat berpengaruh terhadap metode pembuatan metil ester. Jika kandungan asam lemak bebas tinggi ($> 2,5 \%$) maka dilakukan melalui reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Namun jika kandungan asam lemak bebas rendah ($< 2,5 \%$) maka dilakukan melalui reaksi transesterifikasi (Susila, 2009). Penentuan asam lemak bebas minyak limbah ikan menggunakan metode titrasi asam basa dengan menggunakan indikator phenolphthalein (PP). Pemilihan indikator untuk titrasi asam basa yaitu memilih indikator yang memiliki kisaran atau mendekati pH titik ekuivalen titrasi. Penggunaan indikator pp sangat tepat karena memiliki rentang pH sekitar pH titik ekuivalen titrasi. Pada saat titik ekuivalen dinyatakan bahwa jumlah asam lemak bebas setara dengan jumlah KOH, sehingga penentuan asam lemak bebas dapat ditentukan dengan melihat jumlah KOH yang dibutuhkan ketika titrasi.

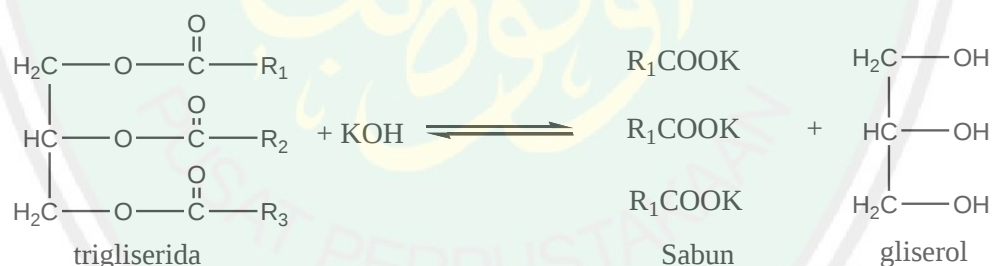
Hasil analisis angka asam lemak bebas minyak limbah ikan diperoleh sebesar 0,627 mg KOH/g. Kandungan asam lemak bebas minyak limbah ikan dibawah 2,5 %, sehingga pembuatan metil ester melalui tahap transesterifikasi. Menurut Prasetyo (2012) pembuatan metil ester dari minyak dengan kandungan asam lemak bebas tinggi melalui tahap transesterifikasi dapat meningkatkan terjadinya reaksi penyabunan sehingga metil ester tidak memenuhi standar.

4.1.3 Analisis Angka Penyabunan

Angka penyabunan merupakan reaksi samping dari reaksi transesterifikasi. Angka penyabunan sangat berpengaruh terhadap jumlah katalis basa yang akan ditambahkan ketika proses pembuatan metil ester. Angka penyabunan tinggi tidak

diinginkan karena dapat mengurangi rendemen metil ester. Jika angka penyabunan tinggi maka trigliserida (minyak) banyak yang bereaksi dengan KOH (katalis dalam pembuatan metil ester) sehingga mengurangi jumlah trigliserida dan pembentukan metil ester juga akan berkurang. Jika angka penyabunan tinggi ($> 500 \text{ mg-KOH/g}$) maka penambahan katalis basa seminimal mungkin ketika tahap pembuatan metil ester melalui reaksi transesterifikasi.

Penentuan angka penyabunan minyak limbah ikan menggunakan metode titrimetri. Minyak limbah ikan disabunkan dengan larutan KOH berlebih. KOH akan bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga molekul KOH bereaksi dengan satu molekul minyak ikan. KOH yang tersisa dapat ditentukan dengan titrasi dengan menggunakan asam klorida, sehingga jumlah KOH yang bereaksi dapat diketahui. Reaksi penyabunan minyak limbah ikan dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Reaksi penyabunan minyak limbah ikan (Astutik, 2012)

Hasil penelitian diperoleh angka penyabunan minyak limbah ikan diperoleh sebesar $133,9 \text{ mg-KOH/g}$. Menurut Dyah (2011), angka penyabunan $< 500 \text{ mg-KOH/g}$ tidak terlalu mempengaruhi rendemen metil ester. Minyak limbah ikan yang digunakan pada penelitian ini dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan metil ester karena memiliki angka penyabunan rendah ($< 500 \text{ mg-KOH/g}$).

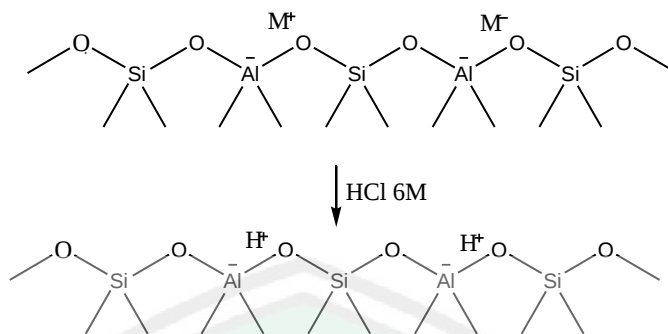
4.2 Preparasi Zeolit Alam Malang

Zeolit alam yang digunakan berasal dari Malang yang merupakan zeolit alam jenis mordenit. Zeolit alam Malang memiliki warna abu-abu kehijauan. Zeolit alam mengandung pengotor seperti pasir dan debu yang dihilangkan melalui pencucian dengan aquades. Molekul air yang terperangkap dipori-pori zeolit diuapkan untuk meningkatkan jumlah pori. Permukaan zeolit alam juga diperluas dengan cara penghalusan dan pengayakan. Jika permukaan zeolit semakin meningkat maka larutan KOH lebih optimal kontak ke pori zeolit.

4.3 Aktivasi Zeolit Alam

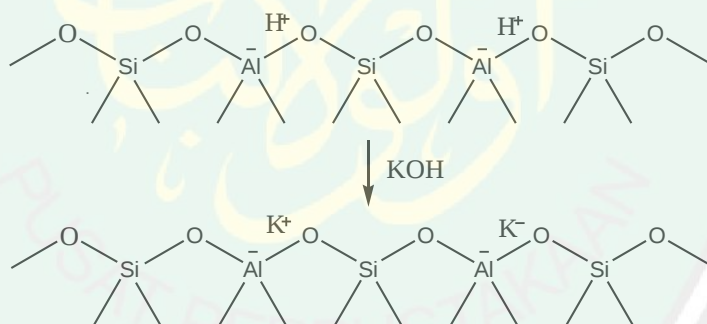
Fungsi zeolit lebih optimal jika dilakukan aktivasi terlebih dahulu. Aktivasi zeolit dilakukan dengan perendaman menggunakan larutan HCl untuk menghilangkan pengotor zeolit berupa kation logam yang tidak hilang selama proses pencucian dengan aquades. Ion Cl^- dalam zeolit dihilangkan dengan pencucian menggunakan aquades hingga netral.

Adapun model sederhana mekanisme pertukaran ion logam dengan HCl pada zeolit alam secara skematis ditampilkan pada Gambar 4.2 yang menggambarkan bahwa ion-ion H^+ dari larutan HCl menggantikan posisi logam-logam alkali dan alkali tanah pada permukaan zeolit alam. Pertukaran ini berlangsung secara bertahap dan sebanding dengan banyaknya kation yang tersedia, sehingga semakin besar konsentrasi larutan HCl yang digunakan dalam aktivasi semakin banyak pula kation-kation logam alkali pada zeolit yang diganti oleh ion hidrogen.



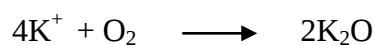
Gambar 4.2 Pergerakan HCl dalam struktur zeolit

Proses impregnasi zeolit alam menggunakan larutan KOH yang dimaksudkan untuk menempelkan sisi aktif basa pada permukaan dan pori zeolit. Mekanisme umum pertukaran ion hidrogen dengan KOH pada zeolit alam ditampilkan pada Gambar 4.3 yang menggambarkan bahwa ion-ion K⁺ dari larutan KOH menggantikan posisi ion hidrogen pada permukaan zeolit alam.

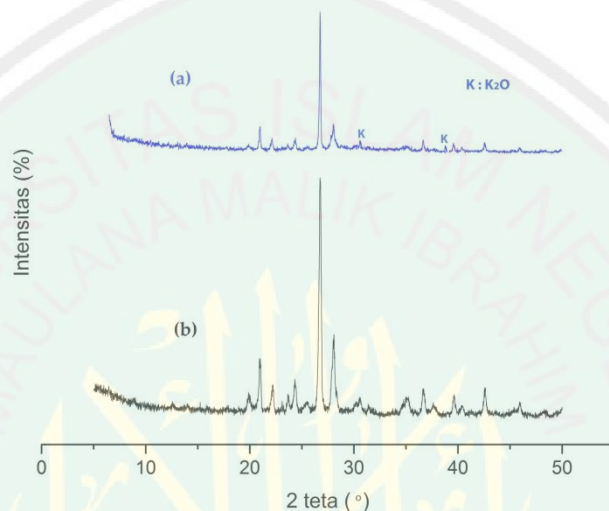


Gambar 4.3 Mekanisme impregnasi dengan KOH

Kalsinasi zeolit berfungsi untuk menguapkan sisa air dan menghilangkan zat organik yang masih terdapat dipori zeolit. Proses kalsinasi menyebabkan K⁺ yang menempel pada zeolit teroksidasi menjadi bentuk oksidanya yaitu K₂O. Reaksi terbentuknya K₂O ditampilkan pada Gambar 4.4.

Gambar 4.4 Mekanisme pembentukan oksida K₂O

Hasil penelitian Difraktogram XRD zeolit alam dan KOH/zeolit alam ditampilkan pada Gambar 4.5. Pola difraktogram XRD untuk KOH/zeolit alam Malang puncak pada $2\theta = 20,97^\circ; 22,13^\circ; 24,34^\circ; 25,56^\circ; 26,75^\circ; 28,04^\circ; 30,33^\circ; 34,99^\circ; 36,65^\circ; 39,59^\circ; 40,42^\circ; 42,58^\circ; \text{ dan } 45,92^\circ$.



Gambar 4.5 Difraktogram XRD (a) KOH/zeolit alam (b) zeolit alam

Puncak 2θ zeolit alam dan KOH/zeolit alam ditampilkan pada Tabel 4.2. Zeolit alam memiliki puncak 2θ yang sama dengan KOH/zeolit alam dan terjadi penurunan intensitas. Hal ini menunjukkan bahwa proses impregnasi menggunakan KOH tidak merubah struktur zeolit alam secara signifikan. Penurunan intensitas menunjukkan bahwa terdapat KOH dalam pori ataupun permukaan zeolit sehingga kristalinitas zeolit alam menurun.

Tabel 4.2 juga menunjukkan bahwa KOH/zeolit alam Malang menunjukkan munculnya fasa K_2O pada $2\theta = 31^\circ$ dan 39° . Hasil ini sesuai dengan hasil analisa XRD katalis zeolit NaY/KOH yang dilaporkan oleh Noiroj dkk (2009). Menurut Noiroj dkk (2009), K_2O memiliki aktivitas katalitik yang tinggi. Terbentuknya K_2O merupakan indikasi bahwa KOH yang terdapat pada pori dan

permukaan zeolit berubah menjadi K_2O selama proses kalsinasi seperti yang terlihat pada pola XRD.

Tabel 4.2 Puncak 2θ XRD zeolit alam dan KOH/zeolit alam

Zeolit alam		KOH/Zeolit alam	
2θ ($^\circ$)	Intensitas (%)	2θ ($^\circ$)	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	26,7502	100
28,0787	34,04	28,0379	17,24
30,5967	7,04	30,3279	2,02
-	-	31,0100	4,18
35,249	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

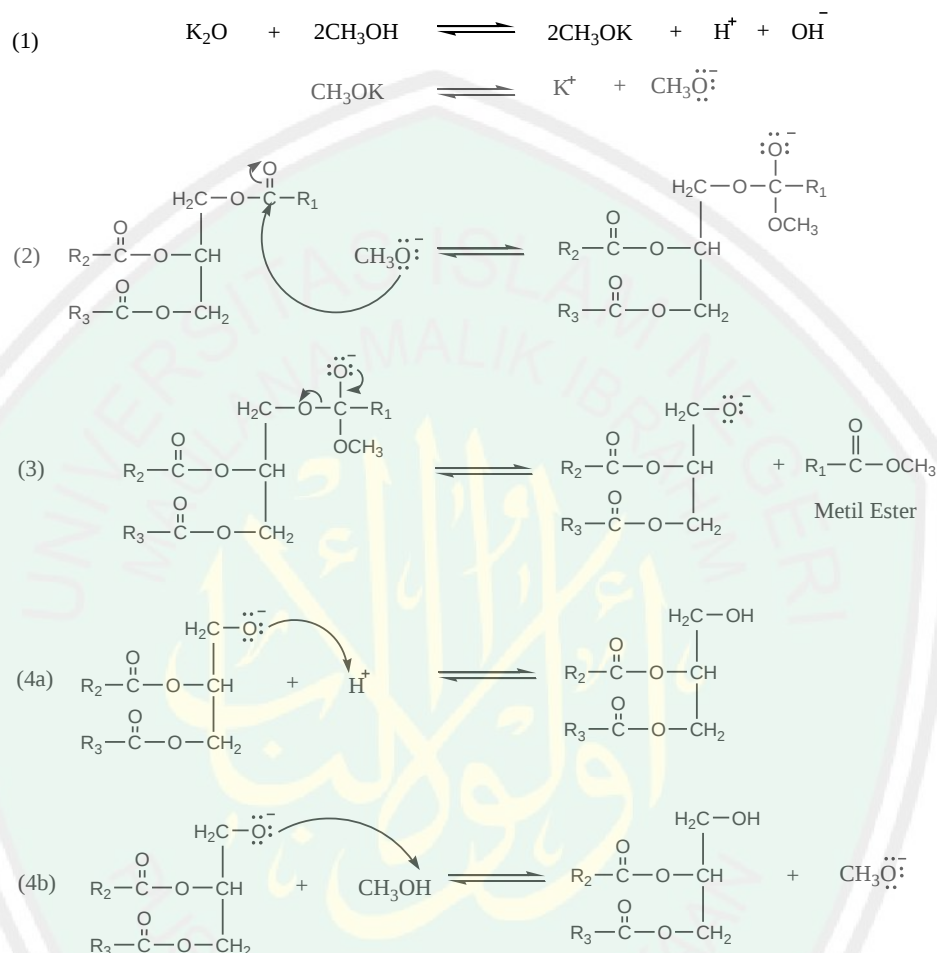
4.4 Pembuatan Metil Ester melalui Transesterifikasi

Transesterifikasi merupakan tahap konversi trigliserida (minyak ikan) menjadi metil ester melalui reaksi dengan cara direaksikan dengan metanol. Pembuatan metil ester menggunakan suhu dibawah titik didih metanol yaitu 60 $^\circ C$. Hal ini untuk meminimalisir penguapan metanol. Jumlah metanol yang ditambahkan sangat berpengaruh terhadap rendemen metil ester. Semakin banyak metanol yang menguap maka metil ester yang diperoleh akan semakin berkurang. Pada penelitian ini menggunakan perbandingan mol minyak limbah ikan dan metanol sebesar 1:12. Penambahan metanol dilakukan berlebih untuk menggeser

reaksi transesterifikasi kearah produk sehingga dihasilkan metil ester yang optimum. Metil ester yang optimum juga dapat diperoleh dengan penambahan katalis. Katalis yang digunakan pada penelitian ini yaitu katalis basa heterogen yaitu KOH/zeolit alam Malang. Penggunaan katalis heterogen karena mudah dipisahkan dari metil ester. Katalis KOH/zeolit alam Malang memiliki sisi aktif berupa K_2O yang dapat menaikkan nukleofilitas metanol dengan membentuk ion metoksida. Sisi aktif katalis yang berupa K_2O terletak pada permukaan dan pori zeolit, sehingga diasumsikan reaksi transesterifikasi terjadi di permukaan dan pori zeolit. Reaksi transesterifikasi dapat terjadi dalam pori zeolit jika ukuran molekul reaktan lebih kecil dari pori zeolit ($7\text{\AA}$). Pada penelitian ini menggunakan reaktan berupa trigliserida (minyak limbah ikan) yang merupakan molekul besar sehingga diasumsikan reaksi transesterifikasi terjadi dipermukaan katalis KOH/zeolit alam.

Ketika katalis KOH/zeolit alam dilarutkan kedalam metanol akan terjadi proses adsorpsi. Metanol teradsorp dipermukaan katalis KOH/zeolit alam dan bereaksi dengan sisi aktif katalis yaitu K_2O membentuk ion metoksida. Minyak limbah ikan juga teradsorp dipermukaan katalis dan terjadi reaksi transesterifikasi seperti pada Gambar 4.6. Ion metoksida yang terbentuk akan menyerang gugus C karbonil pada molekul trigliserida membentuk zat antara tetrahedral. Penataan ulang zat antara tetrahedral menghasilkan satu molekul metil ester dan ion digliserida. Ion digliserida yang terbentuk bereaksi dengan H^+ dari produk hasil reaksi situs aktif katalis heterogen basa (K_2O) dengan metanol dan terbentuklah molekul digliserida. Ion digliserida juga dapat bereaksi dengan metanol menghasilkan molekul digliserida dan ion metoksida. Mekanisme transesterifikasi dari molekul trigliserida berlanjut hingga terbentuk gliserol dan 3 molekul metil

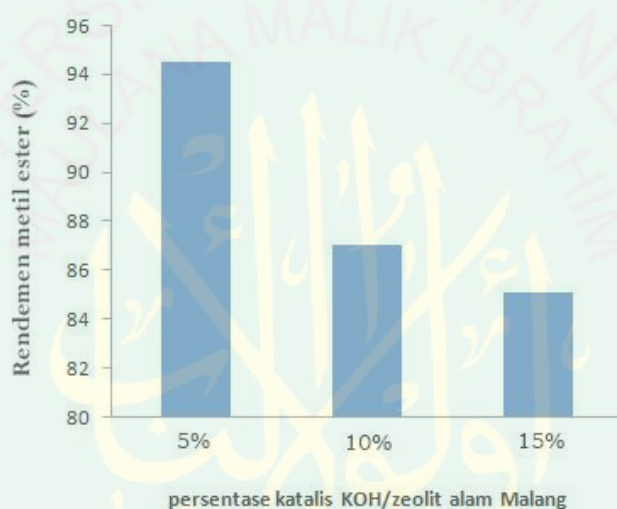
ester. Produk yang terbentuk dipermukaan katalis KOH/zeolit alam selanjutnya akan terdesorb dari permukaan katalis.



Gambar 4.6 Mekanisme transesterifikasi minyak ikan (Kusuma dkk., 2013)

Metil ester yang dihasilkan masih bercampur dengan reaktan yang tidak ikut bereaksi, air, sabun, dan gliserol. Pada corong pisah terbentuk 3 lapisan, lapisan atas merupakan metil ester, lapisan tengah (campuran gliserol dan air), dan lapisan bawah (katalis). Metil ester yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan sedangkan gliserol berwarna coklat kehitaman. Lapisan atas (metil ester) dimungkinkan masih bercampur dengan sisa metanol dan sisa produk samping sehingga dilakukan pemurnian menggunakan aquades panas. Proses pemurnian

produk metil ester terlihat 2 lapisan yang terbentuk yaitu metil ester berada di atas sedangkan pengotor beserta air berada di bagian bawah. Adanya air dalam biodiesel dikurangi dengan penambahan Na_2SO_4 anhidrat. Rendemen metil ester yang diperoleh ditampilkan pada Gambar 4.7. Rendemen metil ester tertinggi yang diperoleh yaitu sebesar 94,49% yang terjadi pada pemakaian konsentrasi katalis KOH/zeolit alam sebesar 5% terhadap berat total minyak dan metanol.



Gambar 4.7 Hasil optimasi persentase katalis pada reaksi transesterifikasi

Rendemen metil ester mengalami penurunan seiring dengan peningkatan konsentrasi katalis KOH/zeolit alam. Hal ini berkaitan dengan jumlah ion metoksida yang terdapat dalam campuran minyak, metanol, dan katalis. Pada penambahan katalis 5%, dimungkinkan semua katalis basa heterogen habis bereaksi dengan metanol sedangkan pada penambahan katalis 10% dan 15% dimungkinkan terdapat sisa katalis basa heterogen yang tidak bereaksi dengan metanol. Adanya sisa katalis dapat menyebabkan terjadinya reaksi samping yaitu saponifikasi. Hal ini yang menyebabkan pada penambahan katalis 10% dan 15% terjadi penurunan rendemen metil ester. Pada penelitian ini kemungkinan

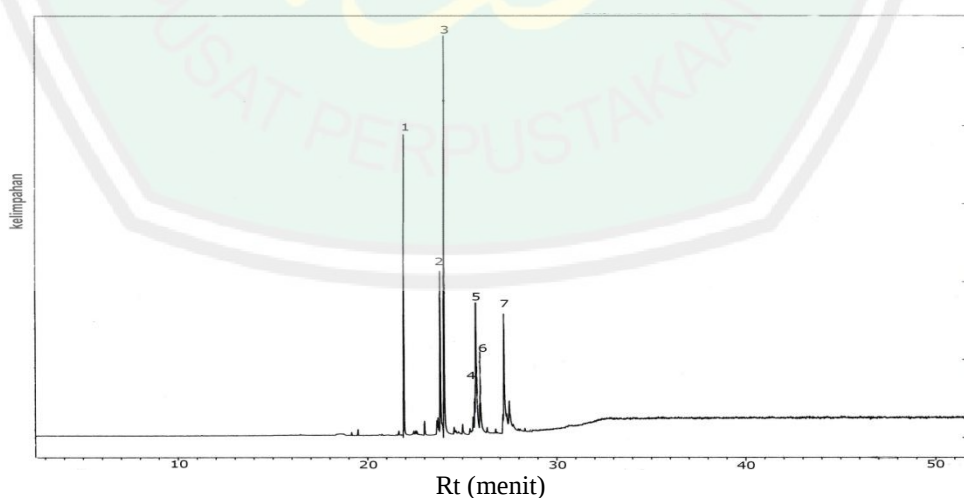
konsentrasi optimum dapat terjadi pada saat konsentrasi katalis KOH/zeolit alam 5% atau konsentrasi dibawah 5%.

4.5 Analisis Metil Ester

Analisis metil ester pada penelitian ini meliputi analisis dengan GC-MS, kadar air, angka asam, massa jenis, dan angka iod.

4.5.1 Analisis GC-MS

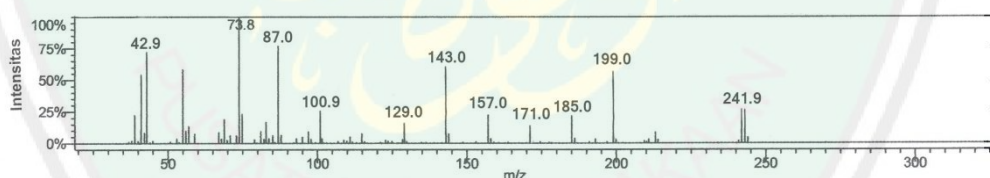
Metil ester yang diperoleh dianalisis menggunakan GC sehingga diketahui komponen metil ester yang terbentuk. Metil ester yang memiliki titik didih rendah dan lebih terdistribusi pada fase gerak akan keluar terlebih dahulu dari kolom sehingga memiliki *retention time* lebih kecil. Data yang diperoleh yaitu berupa kromatogram GC yang menunjukkan beberapa puncak hasil pemisahan yang disertai besarnya kelimpahan dari senyawa (% area). Kromatogram GC metil ester dari minyak limbah ikan ditampilkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Kromatogram GC Metil Ester dari minyak limbah ikan

Hasil kromatogram GC metil ester dari minyak limbah ikan menunjukkan terdapat 7 puncak yang artinya terdapat 7 senyawa metil ester yang berpotensi sebagai biodiesel dengan % area yang berbeda-beda. Senyawa metil ester yang telah dipisahkan dengan GC kemudian diidentifikasi menggunakan MS. MS berfungsi sebagai detektor untuk menganalisis komponen-komponen yang berhasil dipisahkan GC. Spektra yang diperoleh menunjukkan perbandingan antara massa fragmen (m/z) dengan kelimpahan relatif kation berdasarkan kestabilannya. Spektra massa dari masing-masing senyawa dibandingkan dengan spektra massa yang terdapat dalam Library MAINLIB.

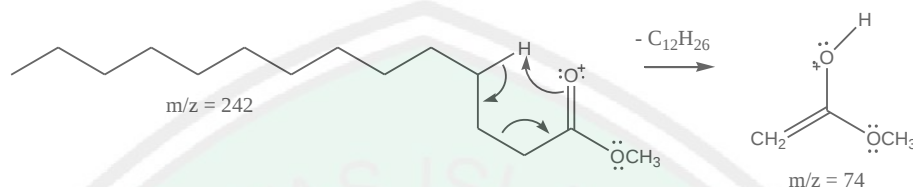
Puncak pertama dengan waktu retensi 21,918 diduga senyawa metil miristat. Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.9. Spektra massa metil miristat memiliki pola fragmentasi dengan m/z 74, 87, 101, 129, 143, 157, 171, 185, 199, dan 242.



Gambar 4.9 Spektra massa Metil Miristat

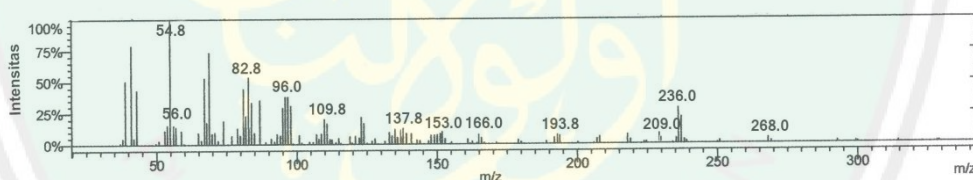
Puncak dari ion molekul yaitu pada m/z 242 yang berasal dari $C_{15}H_{30}O_2^+$. Puncak dengan m/z 211 diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($.OCH_3$). Puncak dengan m/z 199 diperoleh melalui lepasnya $.C_3H_7$ dari ion molekuler, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya radikal metilen ($.CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan m/z 185, 171, 157, 143, 129, 101, dan 87. Sedangkan puncak dengan $m/z = 74$ merupakan puncak dasar (*base peak*) yang diperoleh melalui

lepasnya molekul tetradekena ($-C_{12}H_{26}$) dari puncak ion molekuler. Puncak dasar tersebut dihasilkan dari pemecahan β yang stabil karena adanya penataan ulang *Mc Lafferty*.



Gambar 4.10 Penataan ulang *Mc Lafferty* Metil Miristat

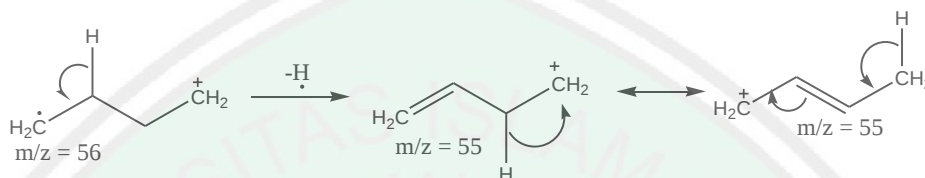
Puncak ke-2 dengan waktu retensi 23,835 diduga senyawa metil palmitoleat. Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.11. Spektra massa metil palmitoleat memiliki pola fragmentasi dengan m/z 55, 56, 82, 96, 111, 139, 153, 167, 195, 209, 237, 265, dan 268.



Gambar 4.11 Spektra massa Metil Palmitoleat

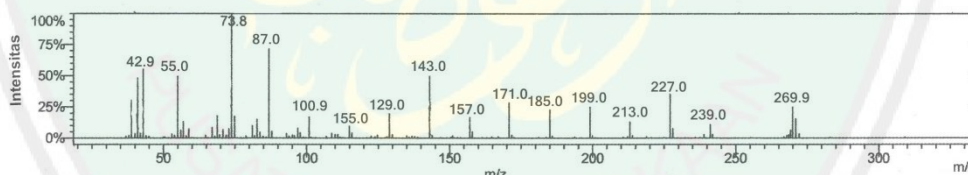
Puncak ion molekuler terdapat pada $m/z = 268$ yang berasal dari $C_{17}H_{32}O_2^+$. Puncak dengan $m/z = 237$ diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($-.OCH_3$) dari puncak ion molekuler. Puncak dengan $m/z = 209$ diperoleh melalui lepasnya gugus ($-CO$) dari puncak $m/z = 237$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya gugus metilen ($-CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 209$, 195, 167, 153, 139, 111. Puncak $m/z = 96$ diperoleh melalui lepasnya $.CH_3$ dari puncak $m/z = 111$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya radikal metilen ($-.CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 82$. Puncak dengan $m/z = 56$ diperoleh

melalui lepasnya molekul etuna ($-C_2H_2$) dari puncak $m/z = 82$. Sedangkan puncak dengan $m/z = 55$ diperoleh melalui lepasnya radikal hidrogen ($-H$) dari puncak $m/z = 56$. Puncak dengan $m/z = 55$ merupakan puncak dasar (*base peak*) dari senyawa metil oleat yang relatif stabil karena adanya resonansi.



Gambar 4.12 Resonansi Metil Palmitoleat puncak m/z 55

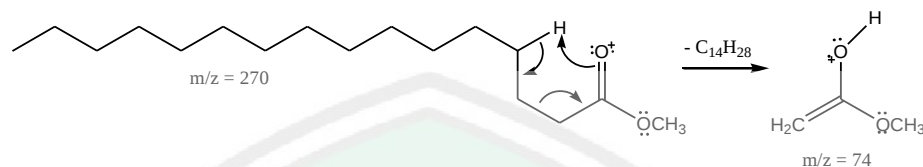
Puncak ke-3 dengan waktu retensi 24,035 diduga senyawa metil palmitat. Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.13. Spektra massa metil palmitat memiliki pola fragmentasi dengan m/z 74, 87, 101, 115, 129, 143, 157, 171, 185, 199, 213, 227, 239, dan 270.



Gambar 4.13 Spektra massa Metil Palmitat

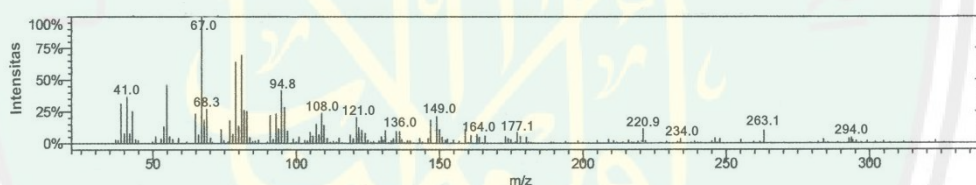
Puncak ion molekuler terdapat pada m/z 207 yang berasal dari $C_{17}H_{34}O_2^+$. Puncak dengan m/z 239 diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($.OCH_3$). Puncak dengan m/z 227 diperoleh melalui lepasnya $.C_3H_7$ dari ion molekuler, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya radikal metilen ($.CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan m/z 213, 199, 185, 171, 157, 143, 129, 115, 101, 87. Sedangkan puncak dengan $m/z = 74$ merupakan puncak dasar (*base peak*) yang diperoleh melalui lepasnya molekul tetradekena ($-C_{14}H_{28}$) dari puncak ion molekuler.

Puncak dasar tersebut dihasilkan dari pemecahan β yang stabil karena adanya penataan ulang *Mc Lafferty*.



Gambar 4.14 Penataan ulang *Mc Lafferty* Metil Palmitat

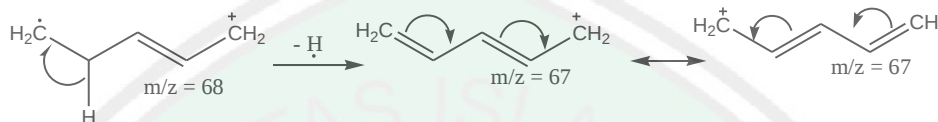
Puncak ke-4 dengan waktu retensi 25,661 diduga senyawa metil linoleat. Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.15. Spektra massa metil linoleat memiliki pola fragmentasi dengan $m/z = 67, 68, 94, 108, 122, 136, 150, 165, 179, 221, 235, 263$, dan 294 .



Gambar 4.15 Spektra massa Metil Linoleat

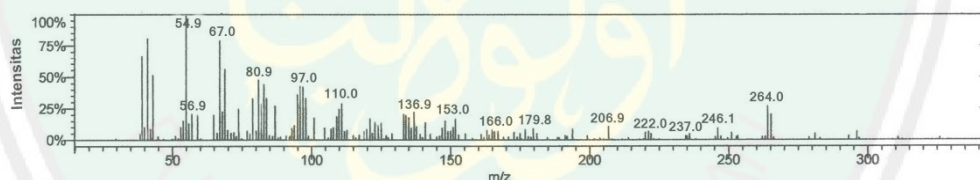
Puncak ion molekuler terdapat pada $m/z = 294$ yang berasal dari $C_{19}H_{34}O_2^+$. Puncak dengan $m/z = 263$ diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($-.OCH_3$) dari puncak ion molekuler. Puncak dengan $m/z = 235$ diperoleh melalui lepasnya gugus ($-CO$) dari puncak $m/z = 263$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya gugus metilen ($-CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 221, 179, 165$. Puncak $m/z = 150$ diperoleh melalui lepasnya $.CH_3$ dari puncak $m/z = 165$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya radikal metilen ($-CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 136, 122, 108, 94$. Puncak dengan $m/z = 68$ diperoleh melalui lepasnya molekul etuna ($-C_2H_2$) dari puncak $m/z = 94$.

Sedangkan puncak dengan $m/z = 67$ diperoleh melalui lepasnya radikal hidrogen ($\cdot\text{H}$) dari puncak $m/z = 68$. Puncak dengan $m/z = 67$ merupakan puncak dasar (*base peak*) dari senyawa metil linoleat yang relatif stabil karena adanya resonansi.



Gambar 4.16 Resonansi Metil Linoleat puncak m/z 67

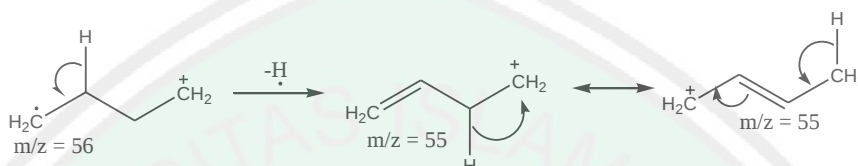
Puncak ke-5 dengan waktu retensi 25,761 diduga senyawa metil Z-9-oktadekanoat (metil oleat). Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.17. Spektra massa metil oleat memiliki pola fragmentasi dengan $m/z = 55, 56, 82, 96, 110, 139, 153, 167, 181, 209, 223, 237, 265$, dan 296.



Gambar 4.17 Spektra massa Metil Oleat

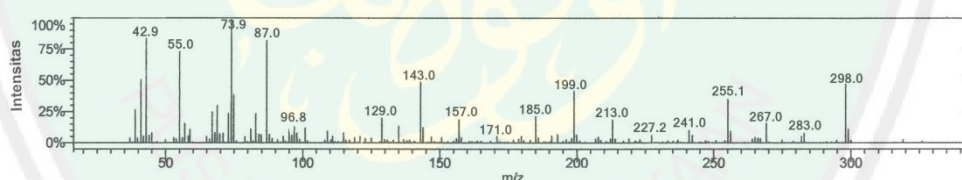
Puncak ion molekuler terdapat pada $m/z = 296$ yang berasal dari $\text{C}_{19}\text{H}_{36}\text{O}_2^+$. Puncak dengan $m/z = 265$ diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($\cdot\text{OCH}_3$) dari puncak ion molekuler. Puncak dengan $m/z = 237$ diperoleh melalui lepasnya gugus ($-\text{CO}$) dari puncak $m/z = 265$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya gugus metilen ($-\text{CH}_2$) untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 223, 209, 181, 167, 153, 139$. Puncak $m/z = 124$ diperoleh melalui lepasnya $\cdot\text{CH}_3$ dari puncak $m/z = 139$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya radikal metilen ($\cdot\text{CH}_2$) untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 110, 96, 82$. Puncak dengan $m/z = 56$

diperoleh melalui lepasnya molekul etuna ($-C_2H_2$) dari puncak $m/z = 82$. Sedangkan puncak dengan $m/z = 55$ diperoleh melalui lepasnya radikal hidrogen ($-H$) dari puncak $m/z = 56$. Puncak dengan $m/z = 55$ merupakan puncak dasar (*base peak*) dari senyawa metil oleat yang relatif stabil karena adanya resonansi.



Gambar 4.18 Resonansi Metil Oleat puncak m/z 55

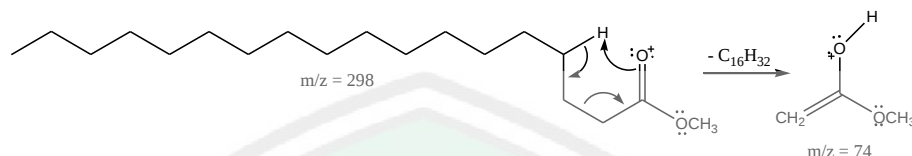
Puncak ke-6 dengan waktu retensi 25,951 diduga senyawa metil oktadekanoat (metil stearat). Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.19. Spektra massa metil stearat memiliki pola fragmentasi dengan m/z 74, 87, 129, 143, 157, 171, 185, 199, 213, 241, 256, 267, dan 298.



Gambar 4.19 Spektra massa Metil Stearat

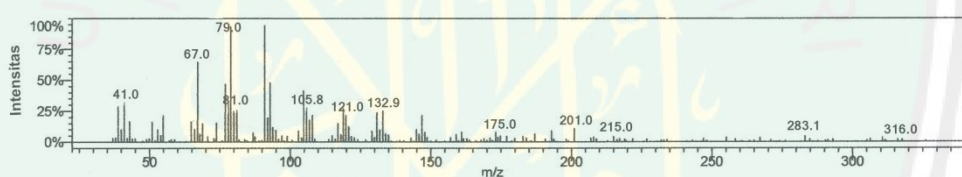
Puncak ion molekuler terdapat pada m/z 298 yang berasal dari $C_{19}H_{38}O_2^+$. Puncak dengan m/z 267 diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($.OCH_3$). Puncak dengan m/z 256 diperoleh melalui lepasnya $.C_3H_7$ dari ion molekuler, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya radikal metilen ($.CH_2$) untuk menghasilkan puncak dengan m/z 241, 213, 199, 185, 171, 157, 143, 129, dan 87. Sedangkan puncak dengan $m/z = 74$ merupakan puncak dasar (*base peak*) yang diperoleh melalui lepasnya molekul tetradekena ($-C_{16}H_{32}$) dari puncak ion molekuler.

Puncak dasar tersebut dihasilkan dari pemecahan β yang stabil karena adanya penataan ulang *Mc Lafferty*.



Gambar 4.20 Penataan ulang *Mc Lafferty* Metil Stearat

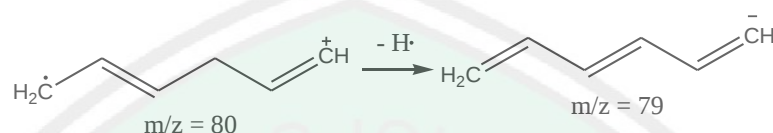
Puncak ke-6 dengan waktu retensi 27,187 diduga senyawa metil eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat. Spektra massa senyawa puncak pertama ditampilkan pada Gambar 4.21. Spektra massa metil stearat memiliki pola fragmentasi dengan m/z 79, 81, 107, 121, 135, 175, 201, 216, 157, 285, dan 316.



Gambar 4.21 Spektra massa Metil Eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat

Puncak ion molekuler terdapat pada $m/z = 316$ yang berasal dari $C_{21}H_{32}O_2^+$. Puncak dengan $m/z = 285$ diperoleh melalui lepasnya radikal metoksi ($-.OCH_3$) dari puncak ion molekuler. Puncak dengan $m/z = 257$ diperoleh melalui lepasnya gugus ($-CO$) dari puncak $m/z = 285$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya gugus C_3H_6 untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 216$, lepasnya gugus CH_3 untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 201$, lepasnya gugus $CH=CH$ untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 175$, lepasnya gugus C_3H_4 untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 135$. Puncak dengan $m/z = 121$ diperoleh melalui lepasnya gugus CH_2 dari puncak $m/z = 135$, kemudian dilanjutkan dengan lepasnya gugus lepasnya radikal metilen ($.CH_2$) untuk menghasilkan puncak

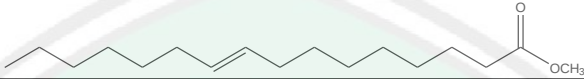
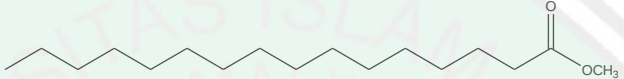
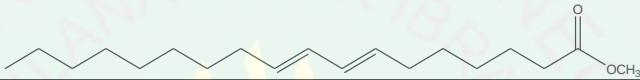
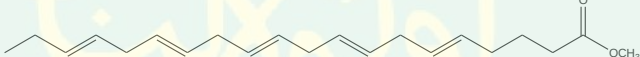
dengan $m/z = 106$, lepasnya gugus $\text{CH}=\text{CH}$ untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 80$, dan lepasnya H . untuk menghasilkan puncak dengan $m/z = 79$. Puncak dengan $m/z = 79$ merupakan puncak dasar (*base peak*) yang relatif stabil karena merupakan senyawa yang memiliki ikatan rangkap terkonjugasi.



Gambar 4.22 Senyawa puncak m/z 79 Metil Eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat

Berdasarkan kromatogram GC dan spektra massa dapat diketahui senyawa metil ester yang terbentuk. Senyawa metil ester yang dominan yaitu metil palmitat dengan waktu retensi 24,035 menit (puncak ke-3). Komposisi metil ester yang terbentuk ditampilkan pada Tabel 4.3 yang menunjukkan bahwa hasil transesterifikasi minyak limbah ikan terdapat 8 senyawa metil ester yang terpisah. Persentase dari masing-masing metil ester diperoleh dari perbandingan luas area masing-masing puncak metil ester dengan luas area total. Nilai R_t (*Retention time*) metil ester dipengaruhi jumlah atom karbon. Semakin panjang rantai karbon suatu metil ester maka kepolarannya akan menurun sehingga nilai R_t dari senyawa metil ester lebih besar karena lebih terdistribusi pada fase diam.

Tabel 4.3 Komposisi Metil Ester hasil transesterifikasi

No	Waktu retensi (menit)	Metil ester	% Area relatif
1	21,918	Metil Tetradekanoat (metil miristat) (15:0) 	27,89
2	23,835	Metil Z-9-Heksadekaenoat (metil palmitoleat) (17:1) 	12,64
3	24,035	Metil Heksadekanoat (metil palmitat) (17:0) 	40,19
4	25,661	Metil 7,10-Oktadekadienoat (metil linoleat) (19:2) 	1,29
5	25,761	Metil Z-9-Oktadekaenoat (metil oleat) (19:1) 	8,97
6	25,951	Metil Oktadekanoat (metil stearat) (19:0) 	1,38
7	27,187	Metil 5,8,11,14,17-eikosapentaenoat (21:5) 	7,64

4.5.2 Analisis Kadar Air

Kandungan air metil ester diharapkan dalam jumlah minimal dan bahkan tidak terdeteksi karena dapat mengganggu optimasi pembakaran bahan bakar pada mesin, serta menjadi media yang baik untuk pertumbuhan mikroorganisme. Kualitas biodiesel yang baik mengindikasikan sedikitnya kandungan air yaitu kurang dari 0,05%. Hasil analisis kadar air metil ester ditampilkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Kadar air Metil Ester

No	Metil ester	Kadar air
1	5 %	6,10 %
2	10 %	4,80 %
3	15 %	5,10 %

Tabel 4.4 menunjukkan bahwa kadar air metil ester 5 %, 10 %, dan 15 % tidak memenuhi standar SNI. Hal ini dimungkinkan karena proses pencucian dan proses pemisahan kurang maksimal. Kandungan air yang tinggi menyebabkan mesin sulit dinyalakan karena menghambat pengiriman bahan bakar ke piston.

4.5.3 Analisis Angka Asam

Bilangan asam dinyatakan dalam mg KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam-asam lemak dalam 1 gram metil ester. Nilai angka asam merupakan salah satu indikator mutu pada metil ester. Nilai angka asam metil ester yang tinggi menunjukkan terjadinya kerusakan atau penurunan mutu metil ester akibat terjadinya hidrolisis. Berdasarkan SNI (2006), angka asam biodiesel yang diperbolehkan maksimal 0,8 mg KOH/g. Hasil analisis angka asam metil ester ditampilkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Angka asam Metil Ester

No	Metil ester	Angka asam
1	5 %	0,86 mg KOH/g
2	10 %	0,61 mg KOH/g
3	15 %	0,79 mg KOH/g

Metil ester 5 % belum memenuhi standar SNI dikarenakan memiliki angka asam diatas 0,8 mg KOH/g. Tingginya angka asam metil ester 5 % disebabkan terjadinya hidrolisis karena kandungan air metil ester 5 % paling tinggi diantara metil ester yang lain. Setiawati dan Edwar (2012) menyatakan bahwa jika biodiesel memiliki angka asam diatas 0,8 mg KOH/g maka biodiesel bersifat korosif dan dapat menimbulkan jelaga atau kerak di injektor mesin diesel.

4.5.4 Analisis Massa Jenis

Biodiesel memiliki massa jenis yang lebih tinggi dari bahan bakar fosil. Jika biodiesel mengandung banyak trigliserida, maka massa jenisnya akan tinggi. Nilai massa jenis biodiesel berdasarkan Standar Nasional yaitu antara 0,850–0,890 gr/mL (SNI, 2006). Hasil analisis massa jenis metil ester ditampilkan pada Tabel 4.6.

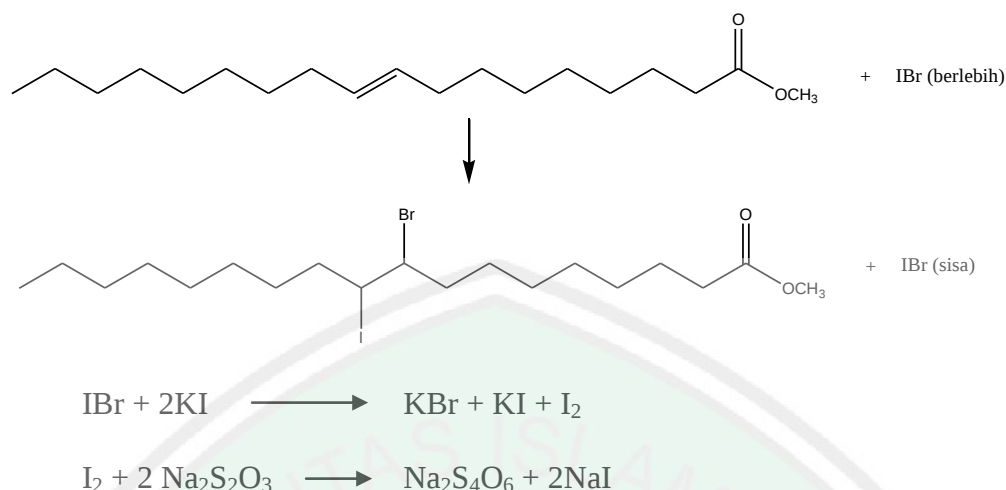
Tabel 4.6 Massa jenis Metil Ester

No	Metil ester	Massa jenis
1	5 %	0,878 gr/mL
2	10 %	0,878 gr/mL
3	15 %	0,869 gr/mL

Berdasarkan Tabel 4.6, semua produk metil ester memenuhi syarat tersebut. Setiawati dan Edwar (2012), jika massa jenis biodiesel melebihi ketentuan sebaiknya tidak digunakan karena akan meningkatkan keausan mesin dan menyebabkan kerusakan mesin.

4.5.5 Angka Iod

Angka iod menunjukkan jumlah ikatan rangkap yang terdapat dalam biodiesel. Angka iod tinggi tidak diinginkan karena dapat menurunkan nilai setana biodiesel. Penentuan angka iod metil ester menggunakan reagen Hanus (iodium monobromida). Reaksi yang terjadi ditampilkan pada Gambar 4.23. Adanya IBr akan mengadisi ikatan rangkap yang terdapat pada metil ester. Iodium monobromida yang tidak bereaksi dengan ikatan rangkap akan bereaksi dengan KI 15% dan akan membebaskan iodin. Iodin yang dibebaskan ditentukan dengan cara dititrasi menggunakan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1 N.



Gambar 4.23 Reaksi adisi iod dengan Metil Ester (Dewi, 2013)

Berdasarkan SNI (2006), angka iod biodiesel yang diperbolehkan maksimal 115 mg $\text{I}_2/100$ g. Hasil analisis angka iod metil ester ditampilkan pada Tabel 4.7. Angka iod metil ester 10 %, dan 15 % tidak memenuhi standar yang ditetapkan SNI. Hal ini dipengaruhi konsentrasi katalis KOH/Zeolit alam.

Tabel 4.7 Angka iod Metil Ester

No	Metil ester	Angka Iod
1	5 %	113,2 mg $\text{I}_2/100$ g
2	10 %	126,1 mg $\text{I}_2/100$ g
3	15 %	131,2 mg $\text{I}_2/100$ g

Komponen biodiesel yang lebih dikehendaki yaitu metil ester asam lemak jenuh. Metil ester 5 % lebih dikehendaki dibandingkan metil ester 10 % dan 15 % karena memiliki angka iod yang memenuhi standar nasional. Metil ester dengan angka iod kecil (<115 mg $\text{I}_2/100$ g) diasumsikan mengandung metil ester asam lemak tak jenuh rendah sehingga dapat meningkatkan nilai setana metil ester. Namun metil ester dengan kandungan angka iod tinggi (>115 mg $\text{I}_2/100$ g) akan

mengakibatkan pembentukan deposit di lubang saluran *injector nozzle* dan cincin piston.

4.6 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Kebutuhan bahan bakar minyak (BBM) di Indonesia setiap tahunnya semakin meningkat seiring bertambahnya jumlah mesin dan jumlah kendaraan yang menggunakan bahan bakar tersebut. Hal ini dapat mengakibatkan persediaan bahan bakar minyak semakin menipis dan akhirnya akan habis. Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif pengganti solar yang dapat diperbaharui sehingga produksinya dapat dilakukan secara terus menerus. Biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran metil ester asam lemak yang dapat dibuat dari minyak ikan. Di Indonesia ikan merupakan salah satu sumber daya laut yang sangat melimpah. Muncar adalah salah satu kecamatan di kabupaten Banyuwangi yang mengelola ikan menjadi produk ikan kaleng siap saji. Seiring dengan berkembangnya industri pengalengan ikan di Muncar, dihasilkan juga limbah cair yang cukup besar. Limbah cair tersebut mengandung minyak cukup banyak sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel berupa minyak ikan.

Pembuatan metil ester dari minyak limbah ikan melalui reaksi transesterifikasi dengan variasi penambahan katalis KOH/zeolit alam yaitu 5 %, 10 %, dan 15%. Metil ester dari minyak limbah ikan sangat berpotensi karena jumlah minyak limbah ikan melimpah dan juga menghasilkan biodiesel yang tinggi. Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh metil ester 5 %, 10 %, dan 15 % berturut-turut 94,49 %; 87,04 %; dan 85,10 %. Hasil yang telah diperoleh sudah diperhitungkan oleh Allah Swt. Pembuatan metil ester akan menghasilkan

rendemen yang optimal dengan penambahan reaktan (metanol dan trigliserida) dan juga katalis dengan ukuran yang sesuai. Sebagaimana firman Allah SWT dalam al-Quran surat al Qamar ayat 49:

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ ﴿٤٩﴾

Artinya: “*Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran*”.

Ayat tersebut menerangkan bahwa semua makhluk yang ada dimuka bumi adalah ciptaan Tuhan. Allah menciptakan segala sesuatunya dengan telah mempertimbangkan dan menyesuaikan dengan bentuk dan fungsinya masing-masing. Seperti halnya Ikan yang bukan hanya sebagai sumber gizi karena memiliki kandungan protein yang cukup tinggi, namun ikan juga mengandung minyak yang dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan metil ester.

Seiring pemanfaatan minyak limbah ikan sebagai bahan baku pembuatan metil ester, produk samping dari pembuatan metil ester akan bermasalah karena tidak diinginkan keberadaannya. Sebagai umat muslim, harus mempertimbangkan kelestarian dan jangan sampai menimbulkan dampak negatif bagi lingkungan maupun makhluk di bumi. Allah berfirman dalam surat Al-anbiya ayat 107:

وَمَا أَرْسَلْنَاكَ إِلَّا رَحْمَةً لِّلْعَالَمِينَ ﴿١٠٧﴾

Artinya: “*Dan Tiadalah Kami mengutus kamu, melainkan untuk (menjadi) rahmat bagi semesta alam*”.

Menurut Ibnu Katsir ayat tersebut menjelaskan Allah telah memberitahukan bahwa sesungguhnya Allah telah menjadikan Muhammad sebagai rahmat untuk

seluruh alam. Yakni Allah telah memgutusnya untuk menjadi rahmat bagi mereka semuanya. Barang siapa menerima rahmat ini dan mensyukuri nikmat ini, maka akan merasakan bahagia di dunia dan di akhirat. Rahmat ini meliputi seluruhnya termasuk alam. Islam mengajarkan untuk mencintai alam dan menjaganya, serta melarang berbuat berbagai kerusakan di muka bumi. Maka dari itu Allah menciptakan manusia sebagai khalifah di muka bumi dan itu semua adalah bentuk dalam rangka beribadah kepada Allah.





BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Rendemen metil ester pada penambahan katalis KOH/zeolit alam 5 %, 10 %, dan 15 % berturut-turut yaitu 94,49 %; 87,04 %; dan 85,10 %.
2. Analisis GCMS memperoleh 7 senyawa metil ester yaitu metil miristat 27,89 %; metil palmitoleat 12,64 %; metil palmitat 40,19 %; metil linoleat 1,29 %; metil oleat 8,97 %; metil stearat 1,38 %; metil eikosapentaenoat 7,64 %. Metil ester dengan konsentrasi katalis KOH/zeolit alam 5 %, 10 %, dan 15 % memiliki kadar air sebesar 6,1 %; 4,8 %; dan 5,1 %; angka asam sebesar 0,86 mg-KOH/g; 0,61 mg KOH/g; 0,79 mg KOH/g; 0,42 mgKOH/g; massa jenis sebesar 0,878 g/mL; 0,878 gr/mL; dan 0,869 gr/mL dan angka iod sebesar 113,2 mg I₂/100 g; 126,1 mg I₂/100 g; dan 131,2 mg I₂/100 g.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian dari percobaan yang telah dilakukan, saran yang dapat diberikan yaitu:

1. Perlu dilakukan variasi penambahan konsentrasi KOH/zeolit alam dibawah 5 % atau rentang 5 %- 10 %.
2. Kadar air metil ester yang relatif tinggi dapat diminimalisir dengan pemisahan ulang serta metode penentuan kadar air dilakukan sesuai metode SNI.

3. Perlu dilakukan pengujian parameter kimia seperti gliserol bebas, gliserol total, kadar ester alkil, dll. Perlu dilakukan pengujian juga terhadap parameter fisik seperti titik nyala, angka setana, dan titik kabut dari metil ester.



DAFTAR PUSTAKA

- AL-Harbawy, A. W., and AL-Mallah, M. K. 2014. Production and Characterization of Biodiesel from seed oil of Castor (*Ricinus communis* L.) plants. *International Journal of Science and Technology*, 3(9): 508-513.
- Anggara, P. A., Wahyuni, S., dan Prasetya, A. T. 2013. Optimalisasi Zeolit Alam Wonosari dengan Proses Aktivasi secara Fisis dan Kimia. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 2(1): 73-77.
- Apriani, R. 2008. Studi Ekstraksi dan Penentuan Sifat Fisiko-Kimia serta Komposisi Asam Lemak Penyusun Trigliserida dari Minyak Biji Pepaya (*Carica papaya*). *Skripsi*. Depok: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.
- Arifin dan Latifah. 2015. Sintesis Biodisel dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Zeolit Alam Termodifikasi. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(2): 138-143.
- Arita, S., Dara, M. B., dan Irawan J. 2008. Pembuatan Metil Ester Asam Lemak dari CPO *Off Grade* dengan metode Esterifikasi-Transesterifikasi. *Jurnal Teknik Kimia*, 2(15): 34-43.
- Astutik, S. 2012. Pengaruh Variasi Bahan Pemucat terhadap Karakteristik Fisika, Kimia, dan Komposisi Minyak Ikan Hasil Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Aziz, I., Nurbayti, S., dan Rahman, A. 2012. Uji Karakteristik Biodiesel yang dihasilkan dari Minyak Goreng Bekas menggunakan Katalis Zeolit Alam (H-Zeolit) dan KOH. *Valensi*, 2(5): 541-547.
- Beiser, A. 1992. *Concepts of Modern Physics*. 3rd Edition. Penerjemah: Liong T.H. Jakarta: Erlangga.
- Botianovi, A. 2012. Modifikasi Zeolit Alam Malang dari mikropori ke Mesopori dengan Penambahan Surfaktan CTaBr (*Cetyltrimethylammoniumbromide*). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fsaintek Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Burris, L. E., and Juenger, M. C. G. 2015. The Effect Acid Treatment on the Reactivity of Natural Zeolites used as Supplementary Comenititious Materials. *Cement and Concrete Research*, 1-9.
- Cheetam, D. A. 1992. *Solid State Compound*. New York: Oxford university press.

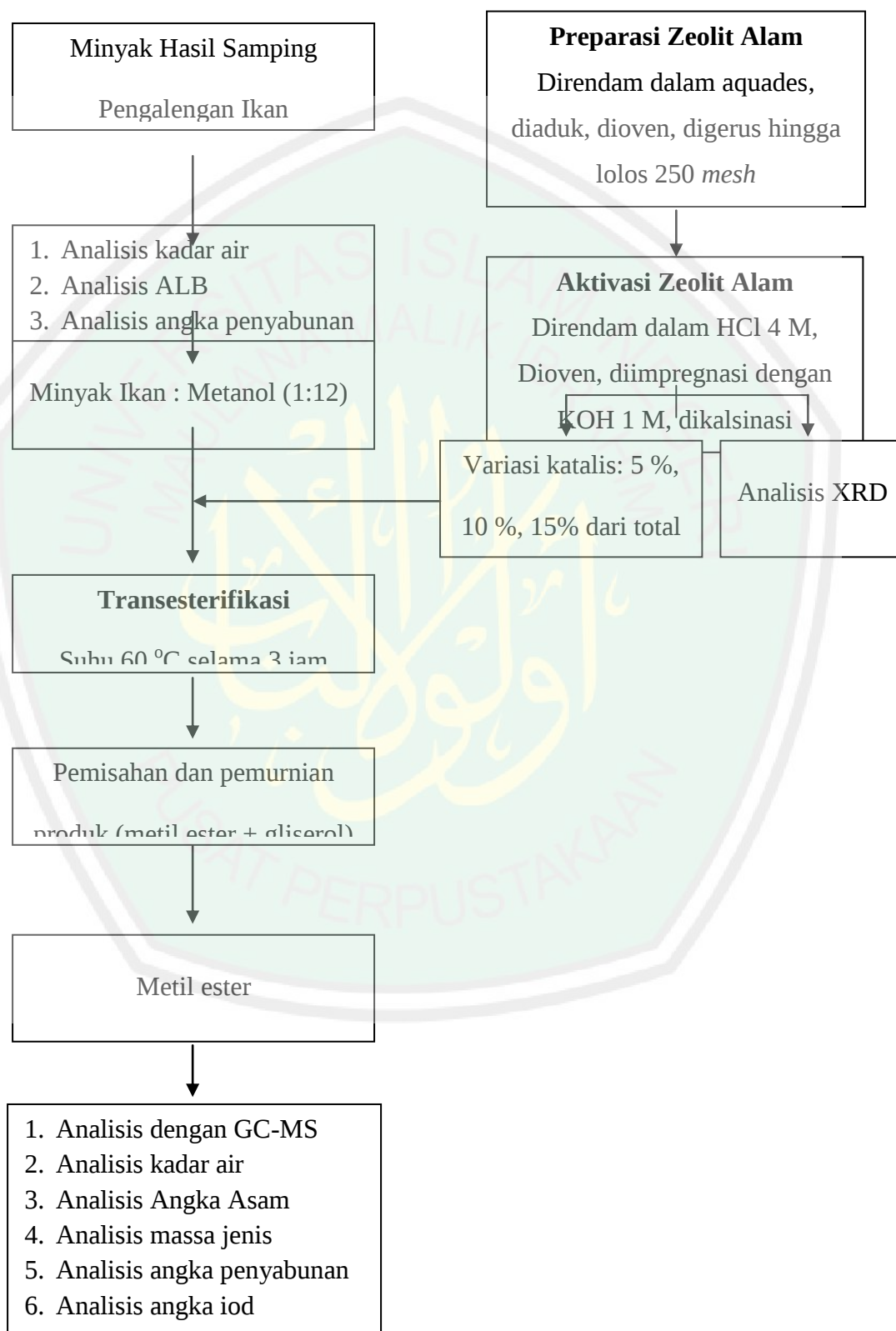
- Darnoko, D. M., and Cheryan. 2000. Kinetics of palm oil transesterification in a batch reactor. *Journal Am. Oil Chem*, 77:1263-1267.
- Darsono, W., dan Oktari, Y. S. 2013. Proses Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Metanol dengan Esterifikasi *In Situ*. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, 2(2): 33-39.
- Dewi, M. T. I., dan Hidajati, N. 2012. Peningkatan Mutu Minyak Goreng Curah menggunakan Adsorben Bentonit Teraktivasi. *Journal of Chemistry*, 1(2): 47-53.
- 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.
- Dyah, S. 2011. Produksi Biodiesel dari Mikroalga *Chlorella Sp* dengan Metode Esterifikasi *In-Situ*. *Tesis*. Semarang: Program Pasca Sarjana Universitas Diponegoro.
- Erlina, N. O., Amalia, S., dan Khalifah, S. N. 2013. Preparasi, Modifikasi, dan Karakterisasi Katalis Bifungsional Sn-H-Zeolit Alam Malang. *Alchemy*, 2(3): 154-161.
- Fatmawati, I. 2012. Pengaruh *Degumming*, Netralisasi, dan *Bleaching* dengan Karbon Aktif biji Kelor (*Moringa oleoifera*. Lamk) teraktivasi NaCl terhadap Komposisi Asam Lemak Omega-3, Omega-6 dan Omega-9 Minyak Ikan Hasil Samping Pengalengan Ikan. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fsaintek Universitas Islam Negeri Malang.
- Fauziyah, A. W. 2013. Karakterisasi dan Penentuan Komposisi Asam Lemak dari Pemurnian Limbah Pengalengan Ikan dengan Variasi Waktu Simpan Limbah dan Suhu pada *Degumming*. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.
- Fessenden, R. J. dan Fessenden, J. S. 1992. *Kimia Organik edisi ketiga*. Jakarta: Erlangga.
- Gunawan, E. R., Wulandari, S. A., Yuanita, E., dan Suhendra, D. 2014. Sintesis Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk (*Ceibapentandra*) melalui Proses Transesterifikasi Kimiawi dan Fragmentasi Ion Metil Ester. *Alchemy*, 10(2): 104-115.
- Hidayat, A. 2012. Pengaruh Pengaruh *Degumming*, *Refining*, dan *Bleaching* menggunakan Karbon Aktif Polong buah Kelor (*Moringa oleoifera*. Lamk) terhadap Komposisi Asam-asam Omega-6 dan Omega-9 Minyak Ikan Hasil Samping Pengalengan Ikan. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fsaintek Universitas Islam Negeri Malang.

- Indrawati, L. 2009. Aktivasi Abu Layang Batubara dan Aplikasinya pada Proses Adsorpsi Ion Logam Cr dalam Limbah Elektroplating. *Tugas Akhir II*. Surabaya: Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang.
- Intarapong, P., Langtharata, S., Phanthonga, P., Leungnaruemitchaia, A., and Jai-Inc, S. 2013. Activity and Basic Properties of KOH/mordenite for Transesterification of Palm Oil. *Journal of Energy Chemistry*, 22: 690–700.
- Janah, U. N. 2012. Peningkatan Kualitas Minyak Ikan Hasil Samping Industri Pengalengan Ikan menggunakan Karbon Aktif Polong buah Kelor (*Moringa oleoifera*.Lamk). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Malang.
- Kartika, D., dan Widyaningsih, S. 2012. Konsentrasi Katalis dan Suhu pada Reaksi Esterifikasi menggunakan Zeolit Alam Aktif (ZAH) dalam Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Natur Indonesia*. 14(3): 219-116.
- Katsir, Ibnu. 2000. Tafsir Ibnu Katsir. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Ketaren, S. 2008. Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan. Bogor: ITB.
- Kusuma, R. I., Hadinoto, J. P., Ayucitra, A., and Ismadji, S. 2013. Natural zeolite from Pacitan Indonesia, as catalyst support for transesterification of palm oil. *Applied Clay Science*, 74: 121-126.
- Lestari, D. Y. 2010. Kajian modifikasi dan karakterisasi zeolit alam dari berbagai Negara. Didalam: Seminar nasional Kimia dan Pendidikan Kimia. *Proseding Seminar nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010*; Yogyakarta 30 Oktober 2010. Yogyakarta: Jurusan Pendidikan Kimia UNY.
- Leung, D. Y., Wu, X., and Leung, M. K. H. 2010. A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Applies energy*. 4(87): 1083-1095.
- Maulida, R., dan Supartono. 2016. Biodiesel Minyak Biji Pepaya (*Carica papaya L.*) Melalui Proses Transesterifikasi Kulit Telur. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 5 (1): 42-45.
- Mukhibin. 2010. *Mengubah Minak Jelantah menjadi Solar*. Yogyakarta: Pustaka Solomon.
- Ningtyas, D. H., Budhiyanti, S. A., dan Sahubawa, L. 2013. Pengaruh Katalis Basa (NaOH) pada Reaksi Transesterifikasi terhadap Kualitas Biofuel dari Minyak Tepung Ikan Sarden. *Jurnal TeknoSains*, 2(2): 103-114.

- Nirwana. 2013. Karakterisasi *Fatty Acid Alkyl Ester* dari Minyak Limbah Ikan Patin dengan Isooktanol. *Jurnal Teknobiologi*, VI (2): 83 – 89.
- Noiroj, K., Intarapong, P., Leungnaruemitchai, A., and Jai-In S. 2009. A comparative study of KOH/Al₂O₃ and KOH/NaY catalysts for biodiesel production via transesterification from palm oil. *Journal Renewable Energy*, 34: 1145-1150.
- 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*. Jurusan Kimia Fsaintek Universitas Islam Negeri Malang.
- Prihandana, R., Hendroko, R., dan Nuramin, M. 2006. *Menghasilkan Biodiesel Murah (mengatasi Polusi dan Kelangkaan BBM)*. Jakarta: Agromedia Pustaka.
- Rianto, L. B., Amalia, S., dan Khalifah, S. N. 2012. Pengaruh Impregnasi Logam Titanium pada Zeolit Alam Malang Terhadap Luas Permukaan Zeolit. *Alchemy*, 2(1): 58-67.
- Rohman, A., dan Gandjar, I. G. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Belajar.
- Rosdiana, T. 2006. *Pencirian dan Uji Aktivasi Katalitik zeolit Alam Teraktivasi*. Bogor: ITB.
- Serio, M. D., Tesser, R., Pengmei, L., and Santacesaria, E. 2008. Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production. *Journal Energy & Fuel*, 22: 207-217.
- Setiabudi, E. 1990. Pengaruh Waktu Penyimpanan dan Jenis Filter pada Jumlah Asam Lemak Omega-3 Limbah Hasil Pengalengan dan Penepungan Ikan Lemuru. *Tesis*. Bogor: Program Pasca Sarjana ITB.
- Setiawati, E., dan Edwar, F. 2012. Teknologi Pengolahan Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Teknik Mikrofiltrasi dan Transesterifikasi sebagai Alternatif Bahan Bakar Mesin Diesel. *Jurnal Riset Industri*, 6(2): 117-127.
- Setyawardhani, D. A., Martutik, dan Wahyuni. 2008. Pengaruh Rasio Metanol/Minyak terhadap Parameter Kecepatan Reaksi Metanolisis Minyak Jelantah dan Angka Setana Biodiesel. *Ekulilibrium*, 7(1): 23-27.
- Shihab, Q. 2012. *Tafsir Al-Mishbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- Standar Nasional Indonesia. 2006. *Standar Baku Mutu Biodiesel*. Jakarta: BSN
- Standar Nasional Indonesia. 2012. *Minyak Goreng Sawit*. Jakarta: BSN.

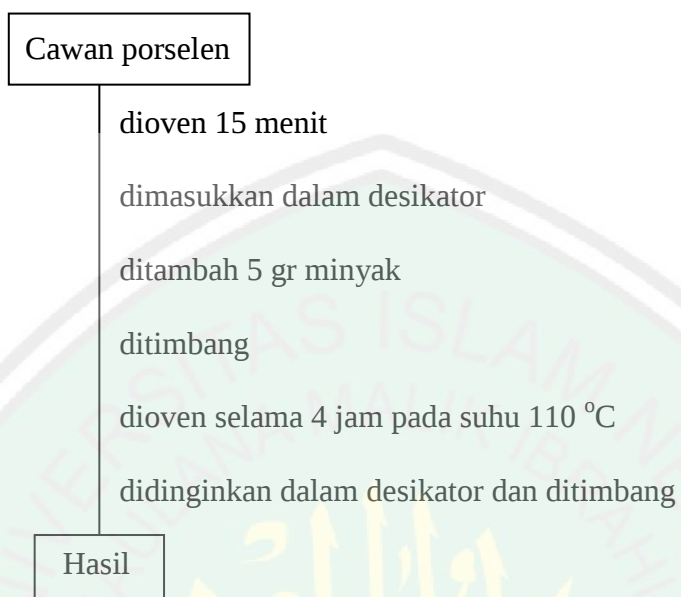
- Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Molekul Organik*. Bandung: Widya Padjajaran.
- Susila, I. W. 2009. Pengembangan Proses Produksi Biji Karet Metode Non-katalis “*Superheated Methanol*” pada Tekanan Atmosfer. *Jurnal Teknik Mesin*, 11(2): 115-124.
- Sutarti, M., dan Rahmawati, M. 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat dokumen LIPI.
- Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi, modifikasi dan karaterisasi 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: Program Studi Teknik Kimia Fakultas Teknik UI.
- Willard, H. 1988. *Instrumental Method of Analysis*. Belmont: Wadworth.
- Wirasito, Usman, T., dan Harlia. 2014. Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas dengan menggunakan Katalis Zeolit Termodifikasi Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). *JKK*, 3(1): 32-36.
- Witanto, E., Trisunaryanti, W., dan Triyanto. 2010. Preparasi dan Karakterisasi Katalis Ni-Mo/Zeolit Alam Aktif. Makalah disajikan dalam *Seminar Nasional VI SDM Teknologi Nuklir*. Yogyakarta: Fakultas Saintek UIN SUKA. 18 November.
- Zuhaili, W. 1991. *Al-Tafsir Al-Munir Fi Al-'Aqidah Wa Al-Syri'ah Wa Al-Manhaj*, Juz 13. Damaskus: Darul- Fikri.
- 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*, 2(1): 1-10.

Lampiran 1. Diagram Kerja Penelitian

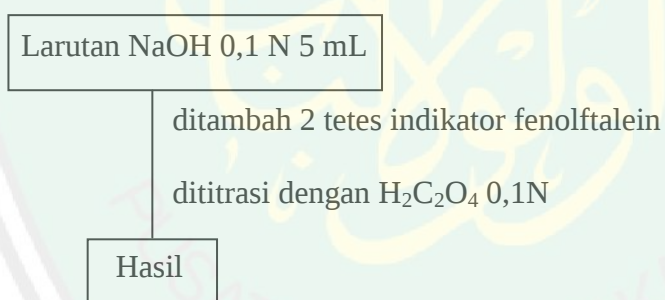


Lampiran 2. Skema Kerja

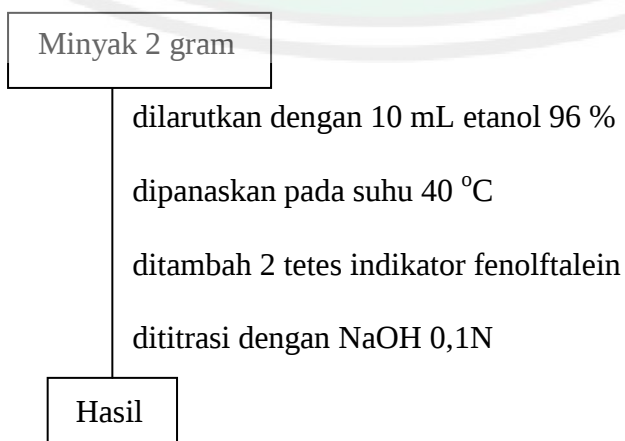
1. Analisis kadar air minyak ikan



2. Pembakuan NaOH 0,1 N



3. Analisis asam lemak bebas minyak ikan



4. Analisis angka penyabunan minyak ikan

2 gr minyak ikan

dimasukan dalam Erlenmeyer 250 mL

ditambahkan 0,5 N KOH alkoholis sebanyak 25 mL

ditutup dengan alumunium foil

dididihkan dengan hati-hati (dengan penangas air) selama 30 menit

ditambah 3 tetes indikator fenolftalein

dititrasi dengan HCl 0,5 N sampai tidak berwarna

Hasil

5. Preparasi zeolit alam

Zeolit alam 250 gram

digerus sampai halus hingga lolos dalam penyaring 250 mesh

direndam dalam aquades 250 mL

diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam suhu kamar

disaring

dioven endapan yang diperoleh selama 4 jam pada suhu 120 °C

Hasil

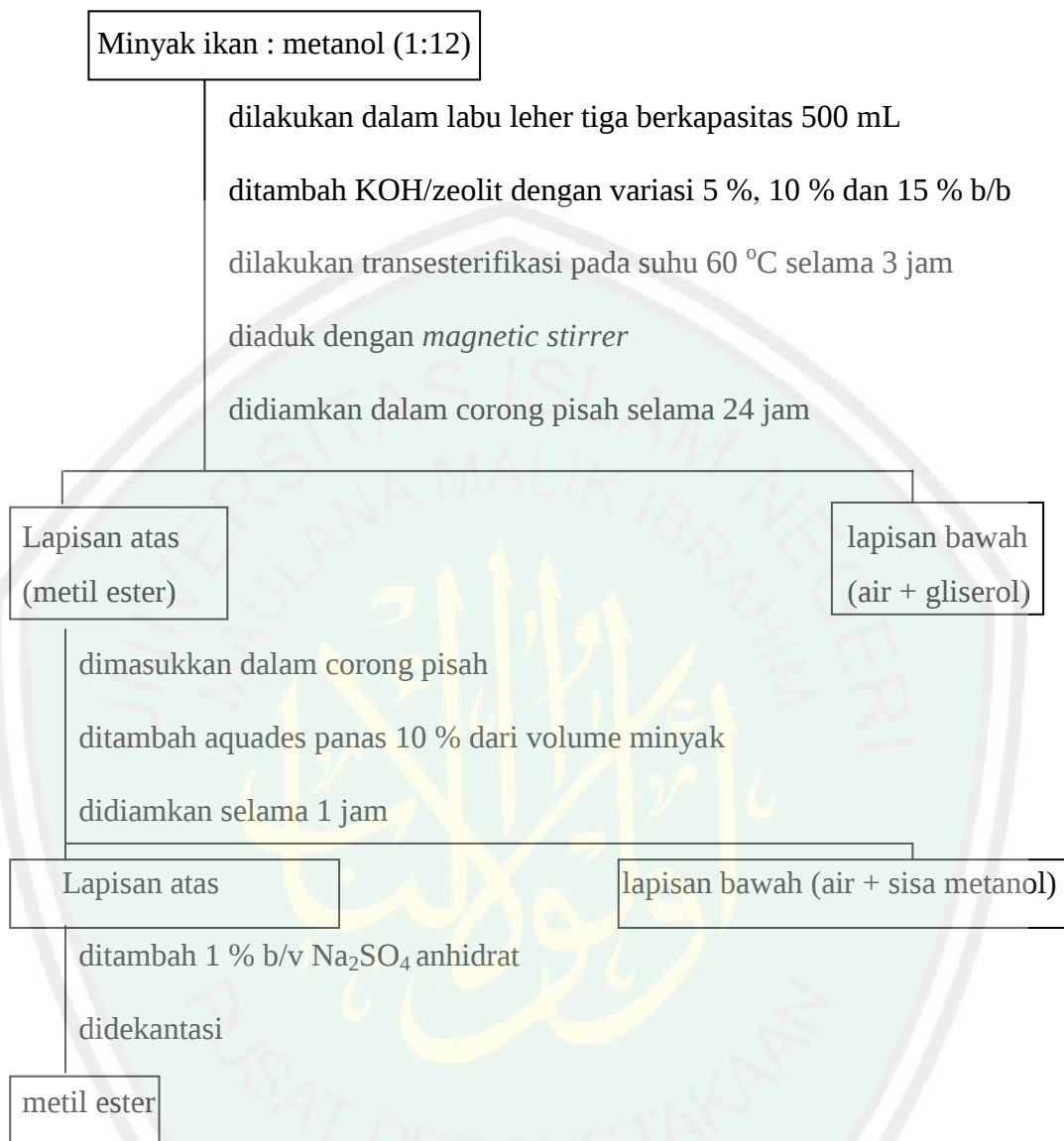
6. Aktivasi zeolit

Zeolit hasil preparasi

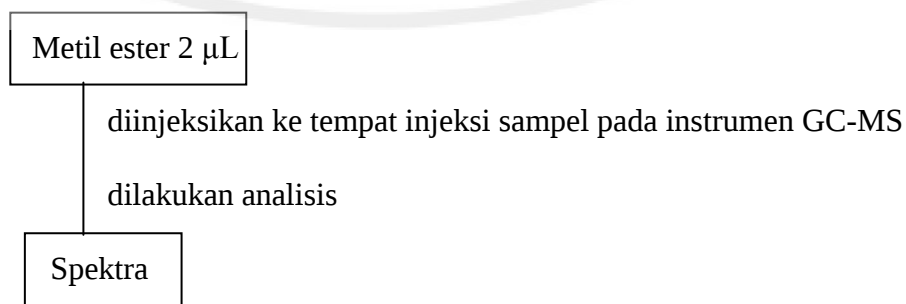
direndam dalam 400 mL larutan HCl 6 M selama 4 jam
disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral
dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 120 °C
direndam dengan 80 gram KOH dalam 200 mL aquades selama 24 jam
dipisahkan zeolit dari larutan KOH
dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 110 °C
dikalsinasi selama 4 jam pada suhu 450 °C
dikarakterisasi dengan XRD

Hasil

7. Pembuatan metil ester melalui reaksi transesterifikasi



8. Analisis metil ester dengan GC-MS



9. Analisis kadar air metil ester

Cawan porselen

dioven 15 menit

dimasukkan dalam desikator

ditambah 5 gr metil ester

ditimbang

dioven selama 4 jam pada suhu 110 °C

didinginkan dalam desikator dan ditimbang

Hasil

10. Analisis angka asam metil ester

Metil ester 2 gram

dilarutkan dengan 10 mL etanol 96 %

dipanaskan pada suhu 40 °C

ditambah 2 tetes indikator fenolftalein

dititrasi dengan NaOH 0,1N

Hasil

11. Analisis massa jenis metil ester

Piknometer

dibilas dengan aquades

dibilas dengan aseton

dikeringkan dengan *hairdryer*

ditimbang

ditambah metil ester

dilap bagian luar piknometer hingga kering

ditimbang

Hasil

12. Analisis angka iod

0,5 g metil ester

dimasukan dalam Erlenmeyer 250 mL

ditambahkan 10 mL kloroform dan 5 mL reagem Hanus

dibiarkan di ruang gelap selama 30 menit sambil sekali-kali

dikocok

ditambahkan 10 mL KI 15% dan akuades 100 mL yang telah

dipanaskan

dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N sampai warna kuning muda

ditambahkan 3 tetes indikator amilum 1%

dititrasi kembali hingga terjadi perubahan warna biru menjadi

tidak berwarna

Hasil

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan NaOH 0,1 N

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

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

$$0,1 \text{ N} = \frac{\text{massa}/40 \text{ gr/mol}}{0,5 \text{ L}} \times 1$$

$$\text{massa NaOH} = 2 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 2 gram NaOH dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

2. Pembuatan H₂C₂O₄ 0,1 N

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

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

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

$$\text{massa H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 0,63 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,63 gram H₂C₂O₄.2H₂O 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 0,5 N KOH alkoholis

$$M \text{ KOH} = \frac{\text{massa}/\text{mr KOH}}{V}$$

$$0,5 \text{ M} = \frac{\text{massa}/56 \text{ gr/mol}}{0,25 \text{ L}}$$

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

Cara pembuatan:

Ditimbang 7 gram KOH dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades 10 ml dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL. Ditambah etanol 96 % sampai tanda batas dan dihomogenkan.

4. Pembuatan KOH 1 M

$$M \text{ KOH} = \frac{\text{massa}/\text{mr KOH}}{V}$$

$$1 \text{ M} = \frac{\text{massa}/56 \text{ gr/mol}}{0,25 \text{ L}}$$

$$\text{massa KOH} = 14 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 14 gram KOH dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

5. Pembuatan AgNO_3 0,1 M

$$M \text{ AgNO}_3 = \frac{\text{massa}/\text{mr KOH}}{V}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{massa}/169,8 \text{ gr/mol}}{0,025 \text{ L}}$$

$$\text{massa AgNO}_3 = 0,42 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,42 gram AgNO_3 dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 50 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

6. Pembuatan HCl 0,5 M

HCl 37 % $\rightarrow$ 37 gram HCl dan 100 gram larutan

$$V \text{ larutan} = \frac{\text{massa}}{\rho}$$

$$V \text{ larutan} = \frac{100 \text{ gr}}{1,19 \text{ gr/mL}}$$

$$V \text{ larutan} = 84,034 \text{ mL} = 0,084 \text{ L}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{\text{mol}}{V_{\text{lar}}}$$

$$M \text{ HCl} = \frac{\frac{37 \text{ gr}}{36,5 \text{ gr/mol}}}{0,084 \text{ L}}$$

$$M \text{ HCl} = 12,068 \text{ M}$$

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

$$12,068 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 \text{ HCl} = 10,36 \text{ mL}$$

Cara pembuatan:

Dipipet 10,36 mL HCl dan dimasukkan kedalam labu ukur 250 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

7. Pembuatan KI 15%

Cara pembuatan:

Ditimbang 15 gram KI 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.

8. Pembuatan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N

$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = M \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times a$$

$$N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = \frac{\text{massa}/\text{mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{V} \times a$$

$$0,1 \text{ N} = \frac{\text{massa}/248 \text{ gr/mol}}{0,5 \text{ L}} \times 1$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 12,4 \text{ gram}$$

Cara pembuatan:

Ditimbang 12,4 gram $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ gram dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.

9. Pembuatan indikator amilum 1%

Cara pembuatan:

Ditimbang 0,5 gram amilum dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 50 mL, lalu ditambah aquades secukupnya dan diaduk hingga homogen. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL. Ditambah aquades sampai tanda batas dan dihomogenkan.



Lampiran 4. Perhitungan

1. Kadar air minyak ikan

No	w cawan + minyak (sebelum dioven)	w cawan + minyak (setelah dioven)	% kadar air
1	33,4178 gr	33,4046 gr	0,264
2	34,1239 gr	34,1111 gr	0,258
3	35,5106 gr	35,4954 gr	0,304
		rata-rata	0,275

Rumus:

$$Kadar\ Air = \frac{W_2 - W_3}{W_1} \times 100$$

- Sampel 1

$$Kadar\ Air = \frac{(33,4178 - 33,4046)\ gr}{5\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 0,264\ \%$$

- Sampel 2

$$Kadar\ Air = \frac{(34,1239 - 34,1111)\ gr}{5\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 0,258\ \%$$

- Sampel 3

$$Kadar\ Air = \frac{(35,5106 - 35,4954)\ gr}{5\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 0,304\ \%$$

3. Massa jenis minyak ikan

Piknometer kosong : 23,2687 gr

Piknometer + sampel : 46,0823 gr

$$\rho = \frac{massa}{volume} = \frac{46,0823 - 23,2687\ gr}{25\ ml} = 0,913\ gr/ml$$

4. Asam lemak bebas minyak ikan

a. Pembakuan KOH 0,1 N

N H₂C₂O₄: 0,1 N Volume KOH : 5 mL

No	Volume H ₂ C ₂ O ₄ (mL)	N KOH
1	3,6	0,072
2	3,5	0,070
	rata-rata	0,071

$$1. N \times V H_2C_2O_4 = N \times V KOH$$

$$0,1 N \times 3,6 mL = N \times 5 mL$$

$$N KOH = 0,072 N$$

$$2. N \times V H_2C_2O_4 = N \times V KOH$$

$$0,1 N \times 3,5 mL = N \times 5 mL$$

$$N KOH = 0,070 N$$

b. Asam lemak bebas

No	w sampel	Volume KOH (mL)	% ALB
1	2,0320	0,7	0,626
2	2,0255	0,7	0,628
		rata-rata	0,627

Rumus:

$$ALB (\% b/b) = \frac{V KOH \times N KOH \times BM}{massa sampel (g) \times 1000} \times 100$$

• Sampel 1

$$ALB = \frac{0,7 mL \times 0,071 N \times 256 gr/mol}{2,032 gr \times 1000} \times 100$$

$$ALB = 0,626 \%$$

• Sampel 2

$$ALB = \frac{0,7 mL \times 0,071 N \times 256 gr/mol}{2,0255 gr \times 1000} \times 100$$

$$ALB = 0,628\%$$

5. Angka penyabunan minyak ikan

No	w sampel	Volume HCl 0,5 N	angka penyabunan (mg/gr)
1	2,0978	15,3 mL	133,98
2	2,0480	15,6 mL	130,80
		rata-rata	132,35

Rumus:

$$\text{Angka Penyabunan (mg/g)} = \frac{V \text{ titrasi (blanko - sampel)} \times N \text{ HCl} \times BM \text{ KOH}}{\text{massa sampel (g)}}$$

- Sampel 1

$$\text{Angka Penyabunan (mg/g)} = \frac{(25,4 - 15,3) \text{ mL} \times 0,5 \text{ N} \times 56 \text{ gr/mol}}{2,0978 \text{ gr}}$$

$$\text{Angka Penyabunan (mg/g)} = 133,98 \text{ mg/gr}$$

- Sampel 2

$$\text{Angka Penyabunan (mg/g)} = \frac{(25,4 - 15,6) \text{ mL} \times 0,5 \text{ N} \times 56 \text{ gr/mol}}{2,0480 \text{ gr}}$$

$$\text{Angka Penyabunan (mg/g)} = 130,8 \text{ mg/gr}$$

6. Jumlah reaktan yang digunakan

$$\text{BM minyak ikan} = 804 \text{ gr/mol}$$

$$\rho \text{ minyak ikan} = 0,913 \text{ gr/mL}$$

$$\text{BM metanol} = 32 \text{ gr/mol}$$

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

- Volume minyak = 100 mL

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

$$\text{massa minyak} = 0,913 \text{ gr/mL} \times 100 \text{ mL}$$

$$\text{massa minyak} = 91,300 \text{ gram}$$

- $\text{mol minyak} = \frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}}$

$$\text{mol minyak} = \frac{91,300 \text{ gr}}{804 \text{ gr/mol}}$$

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

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

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

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

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

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

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

- $\text{volume metanol} = \frac{\text{massa}}{\rho}$

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

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

- $\text{berat total reaktan} = \text{berat minyak} + \text{berat metanol}$

$$\text{berat total reaktan} = 91,300 \text{ gram} + 43,776 \text{ gram}$$

$$\text{berat total reaktan} = 135,076 \text{ gram}$$

7. Penggunaan katalis zeolit

Rumus:

$$b/b = \frac{\text{konsentrasi \%}}{100 \%} \times \text{berat total reaktan}$$

- 5 % b/b dari total reaktan

$$b/b = \frac{5 \%}{100 \%} \times 135,076 \text{ gram}$$

$$b/b = 6,7538 \text{ gram}$$

- 10 % b/b dari total reaktan

$$b/b = \frac{10 \%}{100 \%} \times 135,076 \text{ gram}$$

$$b/b = 13,508 \text{ gram}$$

- 15 % b/b dari total reaktan

$$b/b = \frac{15 \%}{100 \%} \times 135,076 \text{ gram}$$

$$b/b = 20,261 \text{ gram}$$

8. Pemurnian metil ester dengan aquades 10 % volume minyak ikan

$$\text{Aquades panas (mL)} = \frac{10}{100} \times \text{volume minyak ikan}$$

$$\text{Aquades panas (mL)} = \frac{10}{100} \times 100 \text{ mL}$$

$$\text{Aquades panas (mL)} = 10 \text{ mL}$$

9. Rendemen Metil ester

No	Katalis	Massa metil ester	% metil ester
1	5%	86,2772 gr	94,49%
2	10%	79,4671 gr	87,04%
3	15%	77,6963 gr	85,10%

Rumus:

$$\% \text{ Metil ester} = \frac{\text{massa metil ester}}{\text{massa minyak ikan}} \times 100$$

- Metil ester 5%

$$\% \text{ Metil ester} = \frac{86,2772 \text{ gram}}{91,3 \text{ gram}} \times 100$$

$$\% \text{ Metil ester} = 94,49\%$$

- Metil ester 10%

$$\% \text{ Metil ester} = \frac{79,4671 \text{ gram}}{91,3 \text{ gram}} \times 100$$

$$\% \text{ Biodiesel} = 87,04\%$$

- Metil ester 15%

$$\% \text{ Metil ester} = \frac{77,6963 \text{ gram}}{91,3 \text{ gram}} \times 100$$

$$\% \text{ Metil ester} = 85,10\%$$

10. Kadar Air Metil ester

No	Metil ester	w cawan + minyak (sebelum dioven)	w cawan + minyak (setelah dioven)	% Kadar air
1	5%	70,4669	70,1644	5,9
		63,1559	62,8474	6,2
2	10%	59,7746	59,5669	4
		68,3948	68,0575	5,6
3	15%	71,8633	71,5805	4,8
		62,8157	62,4724	5,3

Rumus:

$$Kadar\ Air = \frac{W_2 - W_3}{W_{sampel}} \times 100$$

- Metil ester 5% (a)

$$Kadar\ Air = \frac{(70,4669 - 70,1644)\ gr}{5,0479\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 5,9\ \%$$

- Metil ester 5% (b)

$$Kadar\ Air = \frac{(63,1559 - 62,8474)\ gr}{5,0143\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 6,2\ \%$$

- Metil ester 10% (a)

$$Kadar\ Air = \frac{(59,7746 - 59,5669)\ gr}{5,1586\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 4,0\ \%$$

- Metil ester 10% (b)

$$Kadar\ Air = \frac{(68,3948 - 68,0575)\ gr}{6,0075\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 5,6\ \%$$

- Metil ester 15% (a)

$$Kadar\ Air = \frac{(71,8633 - 71,5805)\ gr}{5,9505\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 4,8\ \%$$

- Metil ester 10% (b)

$$Kadar\ Air = \frac{(62,8157 - 62,4724)\ gr}{6,4741\ gr} \times 100$$

$$Kadar\ Air = 5,3\ \%$$

11. Angka Asam Metil ester

a. Pembakuan KOH 0,05 N

N H₂C₂O₄ : 0,1 N Volume KOH : 5 mL

No	Volume H ₂ C ₂ O ₄ (mL)	N KOH
1	1,7	0,034
2	1,7	0,034
	rata-rata	0,034

$$N \times V \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = N \times V \text{ KOH}$$

$$0,1 \text{ N} \times 1,7 \text{ mL} = N \times 5 \text{ mL}$$

$$N \text{ KOH} = 0,034 \text{ N}$$

b. Angka Asam

No	Metil ester	w sampel (gr)	Volume KOH (mL)	mg/g ALB
1	5%	2,0024	0,2	0,86
2	10%	2,1245	0,15	0,61
3	15%	2,1915	0,2	0,79

Rumus:

$$\text{Angka Asam} = \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times BM}{\text{massa sampel (g)}}$$

- Metil ester 5%

$$\text{Angka Asam} = \frac{0,2 \text{ mL} \times 0,034 \text{ N} \times 256 \text{ gr/mol}}{2,0024 \text{ gr}}$$

$$\text{Angka Asam} = 0,86 \text{ mg/gr}$$

- Metil ester 10%

$$\text{Angka Asam} = \frac{0,15 \text{ mL} \times 0,034 \text{ N} \times 256 \text{ gr/mol}}{2,1245 \text{ gr}}$$

$$\text{Angka Asam} = 0,61 \text{ mg/gr}$$

- Metil ester 15%

$$\text{Angka Asam} = \frac{0,2 \text{ mL} \times 0,034 \text{ N} \times 256 \text{ gr/mol}}{2,1915 \text{ gr}}$$

$$\text{Angka Asam} = 0,79 \text{ mg/gr}$$

12. Massa Jenis Metil ester

No	Metil ester	w pikno kosong	w pikno +sampel	Massa jenis
1	5%	23,2760 gr	45,2194 gr	0,878 gr/mL
2	10%	23,2451 gr	45,1914 gr	0,878 gr/mL
3	15%	23,4040 gr	45,1524 gr	0,869 gr/mL

Rumus:

$$\rho = \frac{\text{massa}}{\text{volume}}$$

- Metil ester 5%

$$\rho = \frac{(45,2194 - 23,2760) \text{ gr}}{25 \text{ ml}} = 0,878 \text{ gr/ml}$$

- Metil ester 10%

$$\rho = \frac{(45,1914 - 23,2451) \text{ gr}}{25 \text{ ml}} = 0,878 \text{ gr/ml}$$

- Metil ester 15%

$$\rho = \frac{(45,1524 - 23,4040) \text{ gr}}{25 \text{ ml}} = 0,869 \text{ gr/ml}$$

13. Angka Iod Metil ester

No	Metil ester	w sampel	Volume thio	mg-I ₂ /100g angka iod
1	5%	0,4750 gr	18,50 mL	112,9
		0,4745 gr	18,30 mL	113,5
2	10%	0,4732 gr	13,70 mL	126,0
		0,4740 gr	13,55 mL	126,2
3	15%	0,4730 gr	11,71 mL	130,9
		0,4727 gr	11,87 mL	131,4

Rumus:

$$\text{Angka Iod (mg I}_2\text{/100 g)} = \frac{V \text{ titrasi (blanko - sampel)} \times N \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 12,69}{\text{massa sampel (g)}}$$

- Metil ester 5% (a)

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{(61,4 - 18,5) \text{ mL} \times 0,0985 \text{ N} \times 12,69}{0,475 \text{ g}}$$

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = 112,9$$

- Metil ester 5% (b)

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{(61,4 - 18,3) \text{ mL} \times 0,0985 \text{ N} \times 12,69}{0,4745 \text{ g}}$$

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = 113,5$$

- Metil ester 10% (a)

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{(61,4 - 13,70) \text{ mL} \times 0,0985 \text{ N} \times 12,69}{0,4732 \text{ g}}$$

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = 126$$

- Metil ester 10% (b)

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{(61,4 - 13,55) \text{ mL} \times 0,0985 \text{ N} \times 12,69}{0,474 \text{ g}}$$

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = 126,2$$

- Metil ester 15% (a)

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{(61,4 - 11,71) \text{ mL} \times 0,0985 \text{ N} \times 12,69}{0,473 \text{ g}}$$

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = 118,9$$

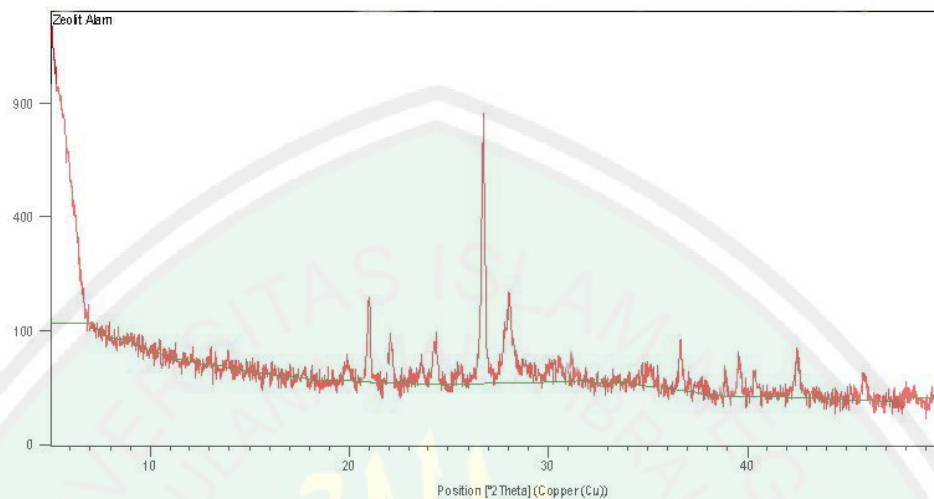
- Metil ester 15% (b)

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = \frac{(61,4 - 11,87) \text{ mL} \times 0,0985 \text{ N} \times 12,69}{0,4727 \text{ g}}$$

$$\text{Angka Iod (mg } I_2 / 100 \text{ g)} = 119,4$$

Lampiran 5. Difraktogram XRD

1. Difraktogram XRD KOH/zeolit alam



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.7186	655.79	0.5510	15.45465	79.86
19.8900	38.13	0.2007	4.46310	3.3
20.9675	127.85	0.0984	4.23693	15.57
22.1306	56.89	0.1968	4.01681	6.93
23.6700	15.62	0.1338	3.75573	1.86
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
31.0100	37.16	0.1768	3.48730	4.18
34.9905	12.96	0.4723	2.56443	1.58
35.2500	89.03	0.1673	2.54622	1.03
36.6505	64.64	0.1181	2.45200	7.87
37.5900	55.52	0.2676	2.39179	1.05
39.0100	39.12	0.2180	2.56430	5.01
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

2. Data standar zeolit mordenit

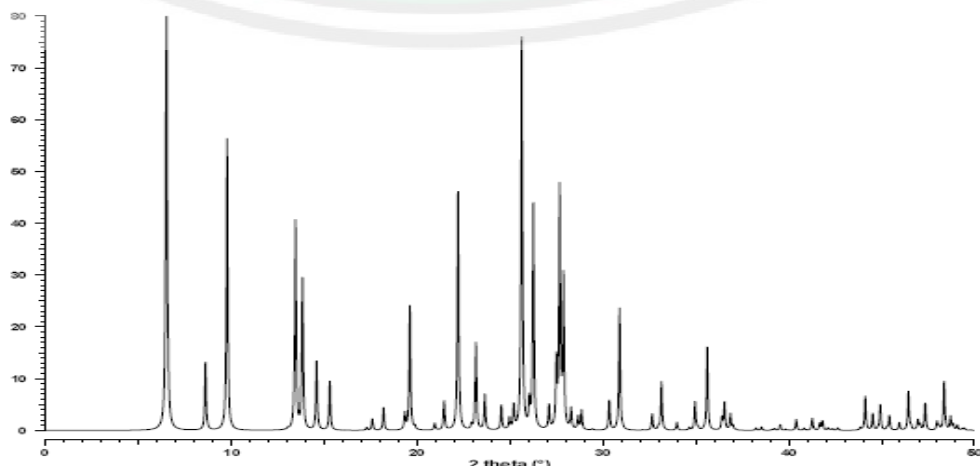
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{24}][\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$
Challis, Idaho, U.S.A.

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_8(\text{H}_2\text{O})_{25}][\text{Si}_{40}\text{Al}_8\text{O}_{96}]$

CRYSTAL DATA: C_{mem} (No. 63)
 $a = 18.11 \text{ \AA}$ $b = 20.53 \text{ \AA}$ $c = 7.528 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
X-ray single crystal refinement, $R = 0.07$

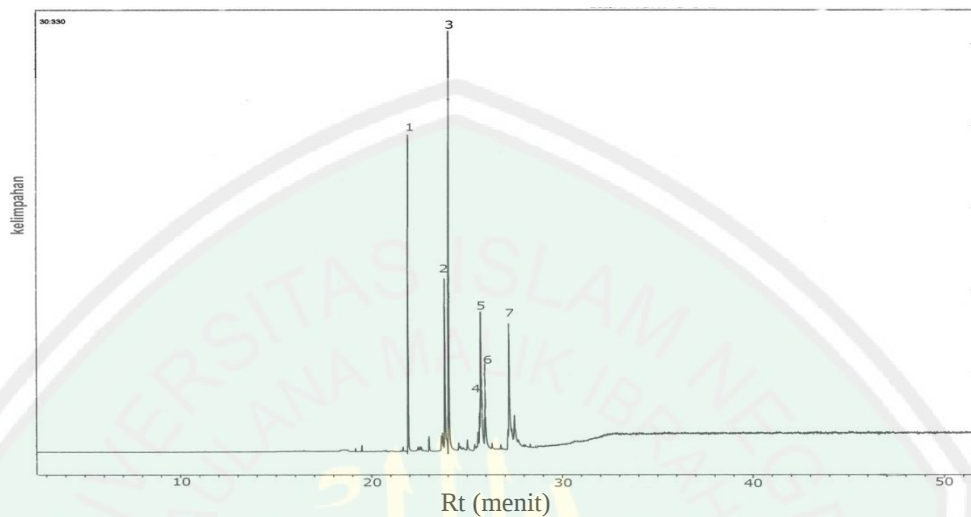
REFERENCE: V. Gramlich,
PhD dissertation, ETH, Zurich, (1971).
And V. Gramlich, Private communication.

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{calc}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{calc}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{calc}
1	1	0	6.51	13.581	4	100.0	5	3	1	30.34	2.945	8	0.9	3	7	2	41.81	2.160	8	1.8
0	2	0	8.61	10.265	2	18.1	2	6	1	30.34	2.945	8	5.5	4	2	3	42.10	2.146	8	0.5
2	0	0	9.77	9.065	2	56.4	6	2	0	30.88	2.895	4	2.0	6	4	2	42.22	2.140	8	0.2
2	2	0	13.04	6.791	4	0.3	4	0	2	30.89	2.894	4	12.9	3	9	0	42.36	2.134	4	0.3
1	1	1	13.45	6.584	8	40.4	3	3	2	30.89	2.894	8	8.8	0	8	2	42.64	2.120	4	0.5
1	3	0	13.89	6.402	4	20.1	2	4	2	31.08	2.878	8	0.2	2	8	2	43.85	2.054	8	0.5
0	2	1	14.59	6.071	4	13.3	1	5	2	32.65	2.743	8	3.2	0	10	0	44.11	2.053	2	5.3
3	1	0	15.30	5.791	4	9.5	5	5	0	32.98	2.716	4	0.6	3	9	1	44.11	2.053	8	0.8
0	4	0	17.28	5.139	2	0.6	6	2	1	33.15	2.703	8	2.8	5	1	3	44.13	2.052	8	0.6
2	2	1	17.59	5.042	8	2.3	1	7	1	33.15	2.702	8	6.6	7	3	2	44.51	2.036	8	3.3
1	3	1	18.19	4.877	8	4.4	3	7	0	33.98	2.638	4	1.6	0	6	3	44.79	2.024	4	0.3
3	1	1	19.34	4.590	8	3.2	5	1	2	34.55	2.589	8	0.6	4	4	3	44.92	2.018	8	4.9
4	0	0	19.61	4.528	2	1.4	7	1	0	34.95	2.567	4	0.2	9	1	0	45.28	2.003	4	0.5
3	3	0	19.61	4.527	4	22.7	0	8	0	34.96	2.565	2	5.4	8	4	1	45.41	1.997	8	2.9
2	4	0	19.88	4.465	4	0.6	5	5	1	35.12	2.555	8	0.5	5	3	3	45.95	1.975	8	0.8
0	4	1	20.95	4.241	4	1.4	4	4	2	35.61	2.521	8	0.6	2	6	3	45.95	1.975	8	0.7
4	2	0	21.45	4.142	4	5.7	3	5	2	35.61	2.521	8	15.5	6	8	0	46.44	1.955	4	7.5
1	5	0	22.20	4.004	4	46.1	2	8	0	36.39	2.469	4	1.3	5	7	2	46.58	1.950	8	0.6
3	3	1	22.92	3.880	8	1.0	1	1	3	36.41	2.468	8	1.2	9	1	1	46.95	1.935	8	1.8
2	4	1	23.16	3.840	8	16.9	6	4	1	36.54	2.459	8	5.3	2	10	1	46.96	1.935	8	0.2
0	0	2	23.64	3.764	2	6.9	5	3	2	36.86	2.439	8	1.2	9	3	0	47.07	1.930	4	0.9
4	2	1	24.53	3.629	8	4.5	2	6	2	36.86	2.438	8	1.8	5	9	0	47.08	1.930	4	0.2
1	1	2	24.54	3.627	8	0.3	0	2	3	36.87	2.438	4	0.2	4	8	2	47.34	1.920	8	5.2
5	1	0	24.96	3.567	4	2.3	7	1	1	37.00	2.429	8	0.4	6	2	3	47.57	1.896	8	0.6
1	5	1	25.19	3.535	8	0.3	0	8	1	37.01	2.429	4	0.5	1	7	3	47.98	1.896	8	1.1
0	2	2	25.20	3.534	4	4.3	7	3	0	37.15	2.420	4	0.1	7	5	2	48.08	1.892	8	0.7
2	0	2	25.69	3.476	4	75.7	6	0	2	38.22	2.355	4	0.1	0	0	4	48.36	1.882	2	9.4
0	6	0	26.04	3.422	2	5.0	2	2	3	38.24	2.354	8	0.4	7	7	1	48.45	1.879	8	0.5
3	5	0	26.25	3.395	4	43.5	1	3	3	38.53	2.395	8	0.7	4	10	0	48.70	1.870	4	0.1
2	2	2	27.09	3.292	8	4.7	7	3	1	39.10	2.304	8	0.2	5	9	1	48.70	1.870	8	2.5
1	3	2	27.49	3.245	8	12.6	6	2	2	39.25	2.295	8	0.4	1	1	4	48.85	1.864	8	1.2
5	1	1	27.67	3.223	8	46.1	5	7	0	39.54	2.279	4	1.1	1	11	0	49.07	1.857	4	0.5
5	3	0	27.87	3.201	4	28.8	8	0	0	39.82	2.264	2	0.1	3	9	2	49.07	1.856	8	0.5
2	6	0	27.87	3.201	4	0.1	0	4	3	39.99	2.254	4	0.1	4	6	3	49.33	1.847	8	0.4
3	1	2	28.28	3.156	8	4.0	4	8	0	40.40	2.233	4	2.2	5	5	3	49.45	1.843	8	0.1
0	6	1	28.66	3.115	4	2.7	8	2	0	40.82	2.211	4	0.4	2	0	4	49.46	1.843	4	0.3
4	4	1	28.85	3.095	8	3.3	7	5	0	41.24	2.189	4	0.3	8	6	1	49.79	1.831	8	0.1
3	5	1	28.85	3.095	8	0.5	2	4	3	41.27	2.188	8	2.2							
0	4	2	29.43	3.035	4	0.2	6	6	1	41.67	2.168	8	1.4							



Lampiran 6. Kromatogram GC dan spektra massa Metil ester

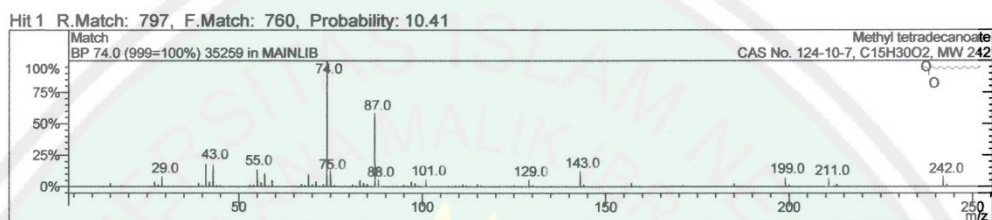
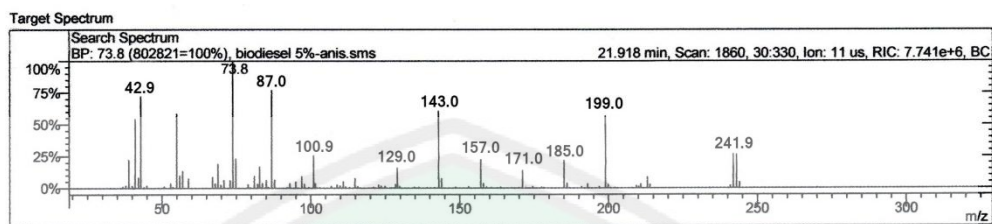
1. Kromatogram GC



Peak	RT	Quan Ions	Area	RF	% Area
1	21,918	73,8	1,65e+06	1645497	27,89
2	23,835	54,8	745609	745609	12,64
3	24,035	73,8	2,37e+06	2370192	40,19
4	25,661	67	75870	75870	1,29
5	25,761	54,9	529132	529132	8,97
6	25,951	73,9	81387	81387	1,38
7	27,202	78,9	450368	450368	7,64

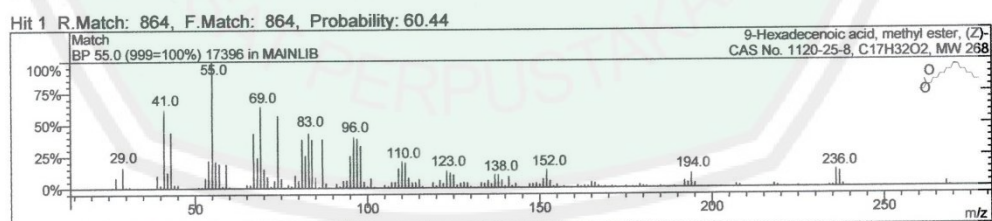
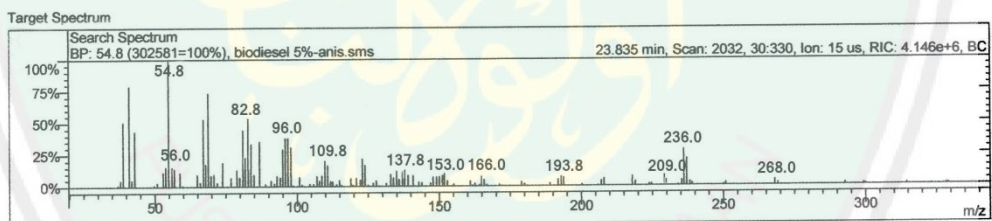
2. Spektra massa

a) Metil miristat (metil tetradekanoat)



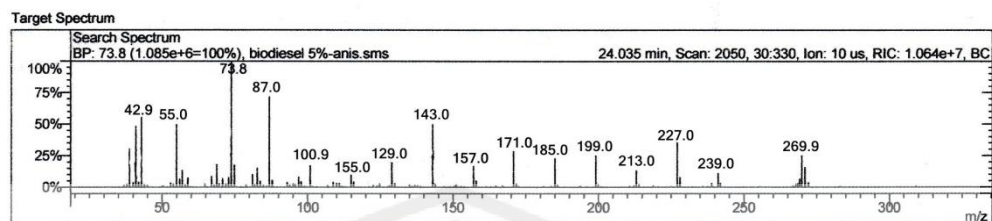
Spectrum 35259 from MAINLIB Library
Name: Methyl tetradecanoate
Pair Count: 118 MW: 242 Formula: C₁₅H₃₀O₂
CAS No: 124-10-7 Acquired Range: 15.0 - 244.0 m/z

b) Metil palmitoleat (metil Z-9-heksadekaenoat)



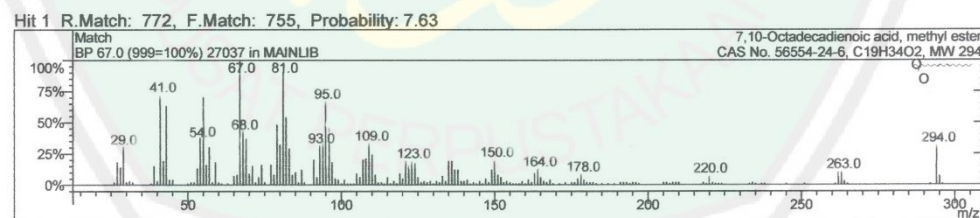
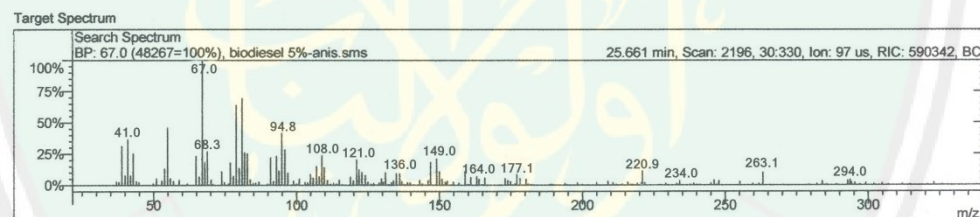
Spectrum 17396 from MAINLIB Library
Name: 9-Hexadecenoic acid, methyl ester, (Z)-
Pair Count: 188 MW: 268 Formula: C₁₇H₃₂O₂
CAS No: 1120-25-8 Acquired Range: 26.0 - 269.0 m/z

c) Metil palmitat (metil heksadekanoat)



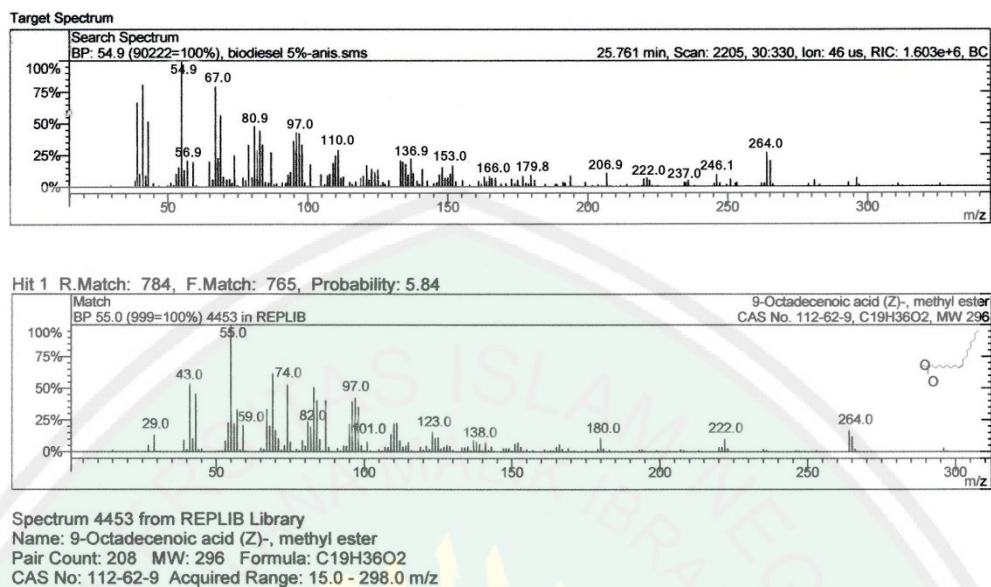
Spectrum 35245 from MAINLIB Library
Name: Hexadecanoic acid, methyl ester
Pair Count: 152 MW: 270 Formula: C₁₇H₃₄O₂
CAS No: 112-39-0 Acquired Range: 26.0 - 272.0 m/z

d) Metil linoleat (metil 7,10-oktadekadienoat)

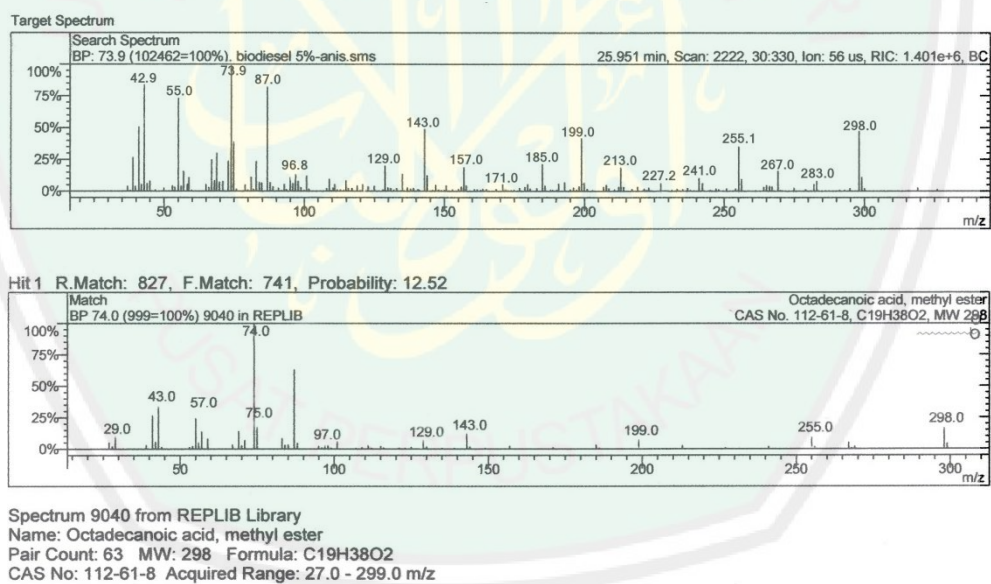


Spectrum 27037 from MAINLIB Library
Name: 7,10-Octadecadienoic acid, methyl ester
Pair Count: 180 MW: 294 Formula: C₁₉H₃₄O₂
CAS No: 56554-24-6 Acquired Range: 26.0 - 296.0 m/z

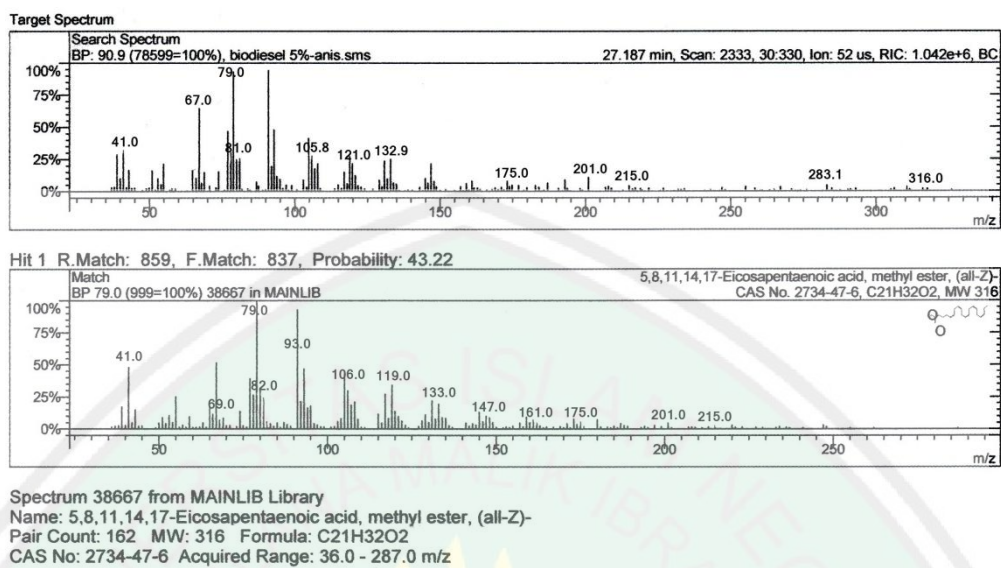
e) Metil oleat (metil Z-9-oktadekaenoat)



f) Metil stearat (metil oktadekanoat)

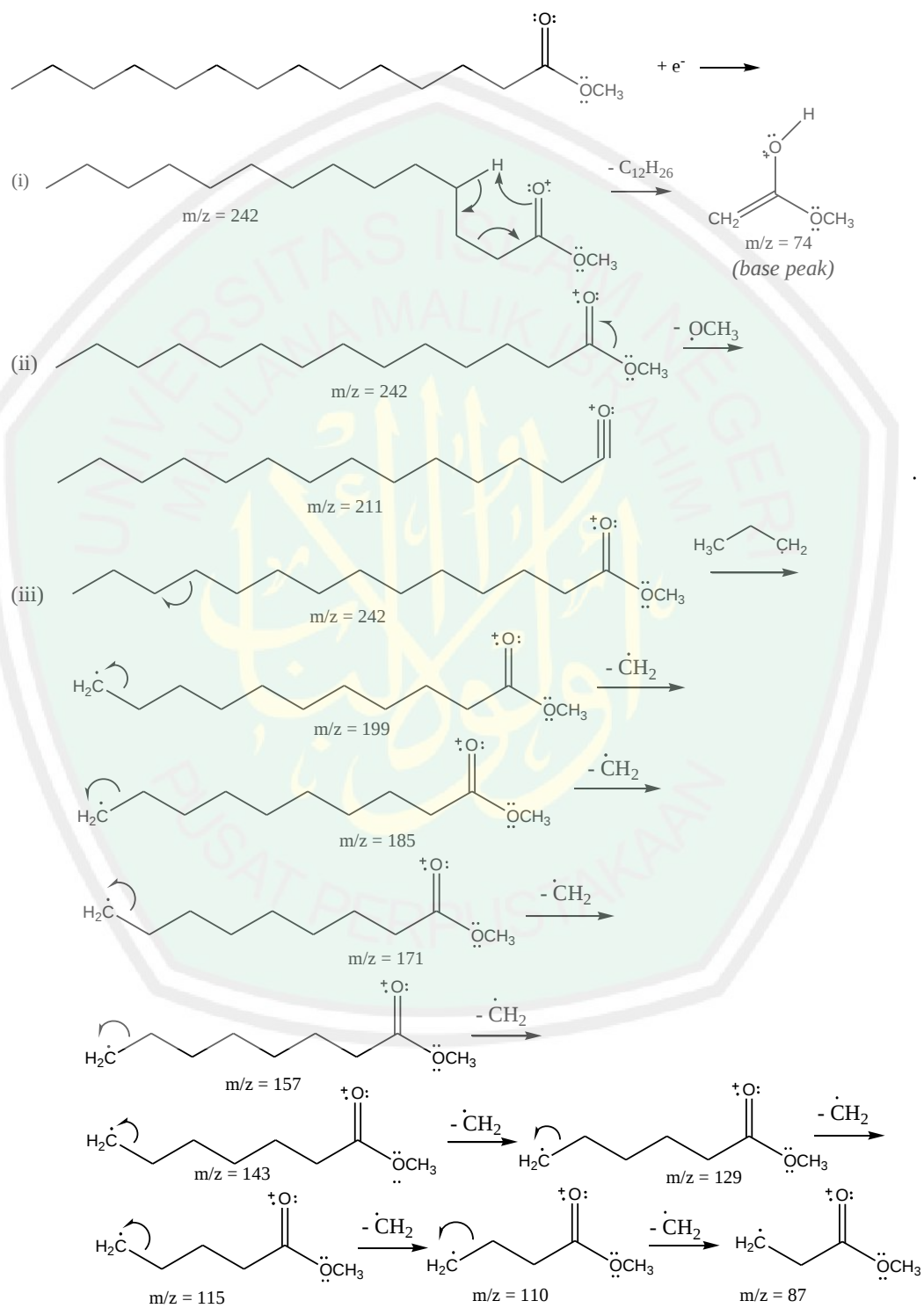


g) Metil eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat

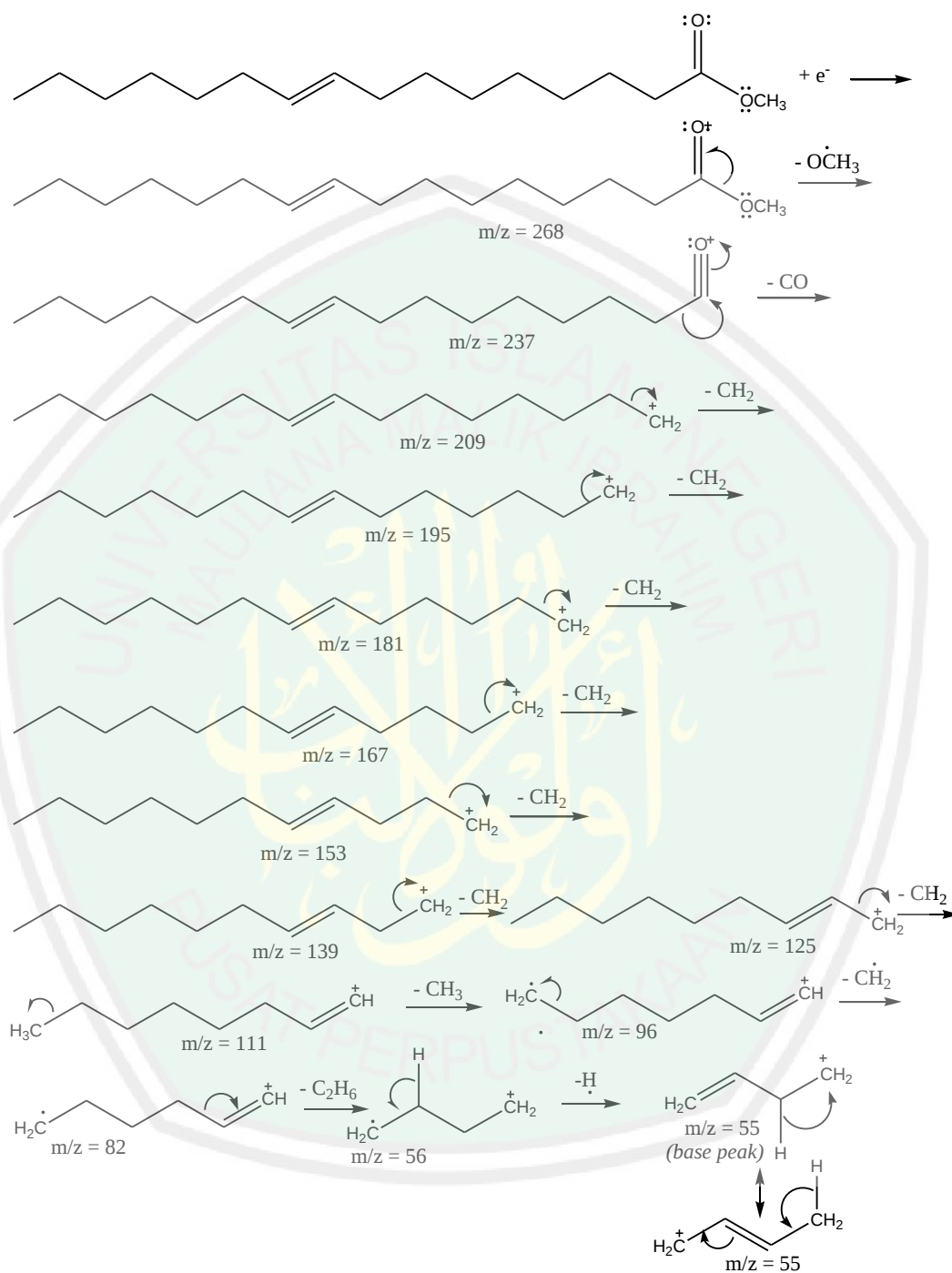


Lampiran 7. Fragmentasi Metil Ester

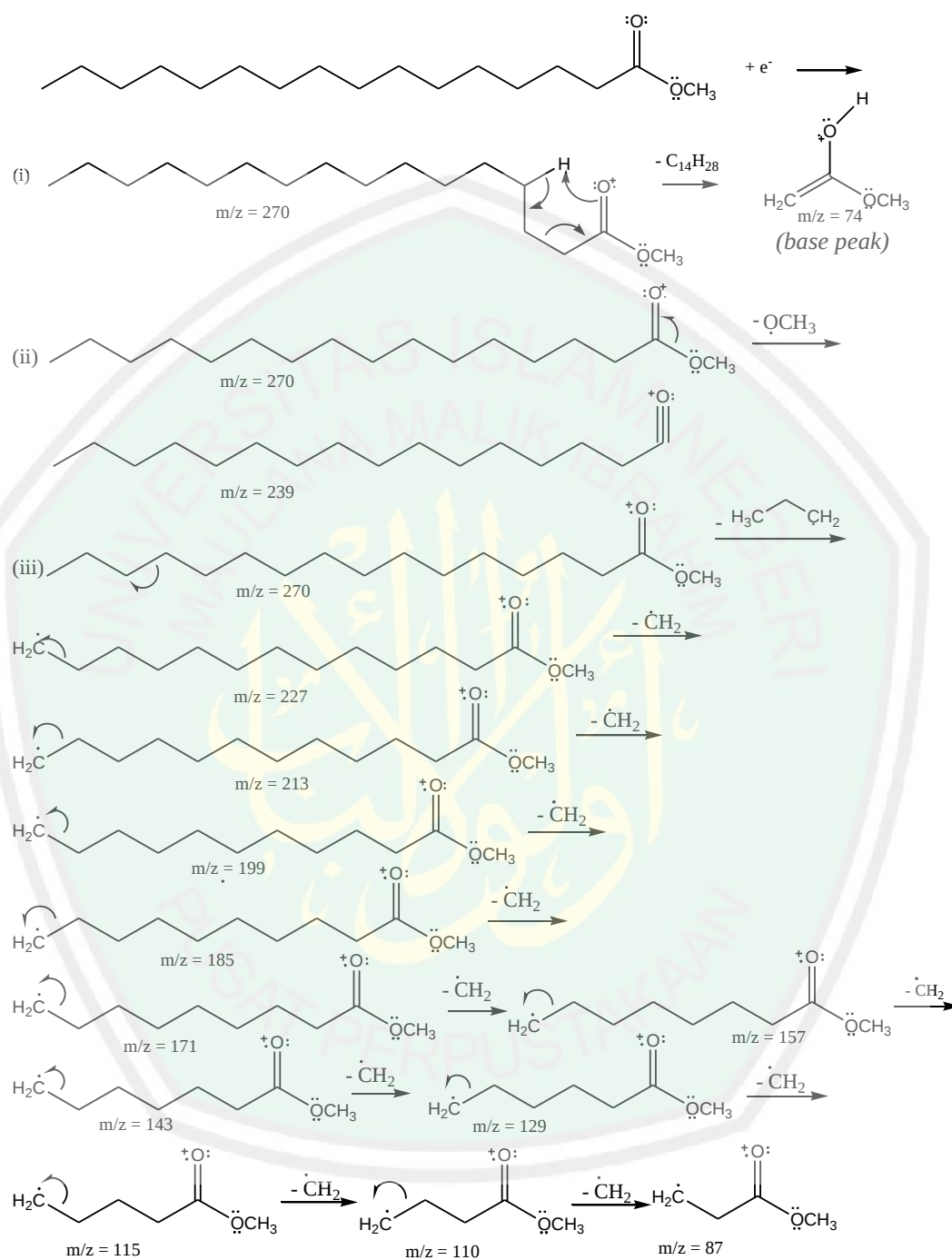
1. Metil miristat (metil tetradekanoat)



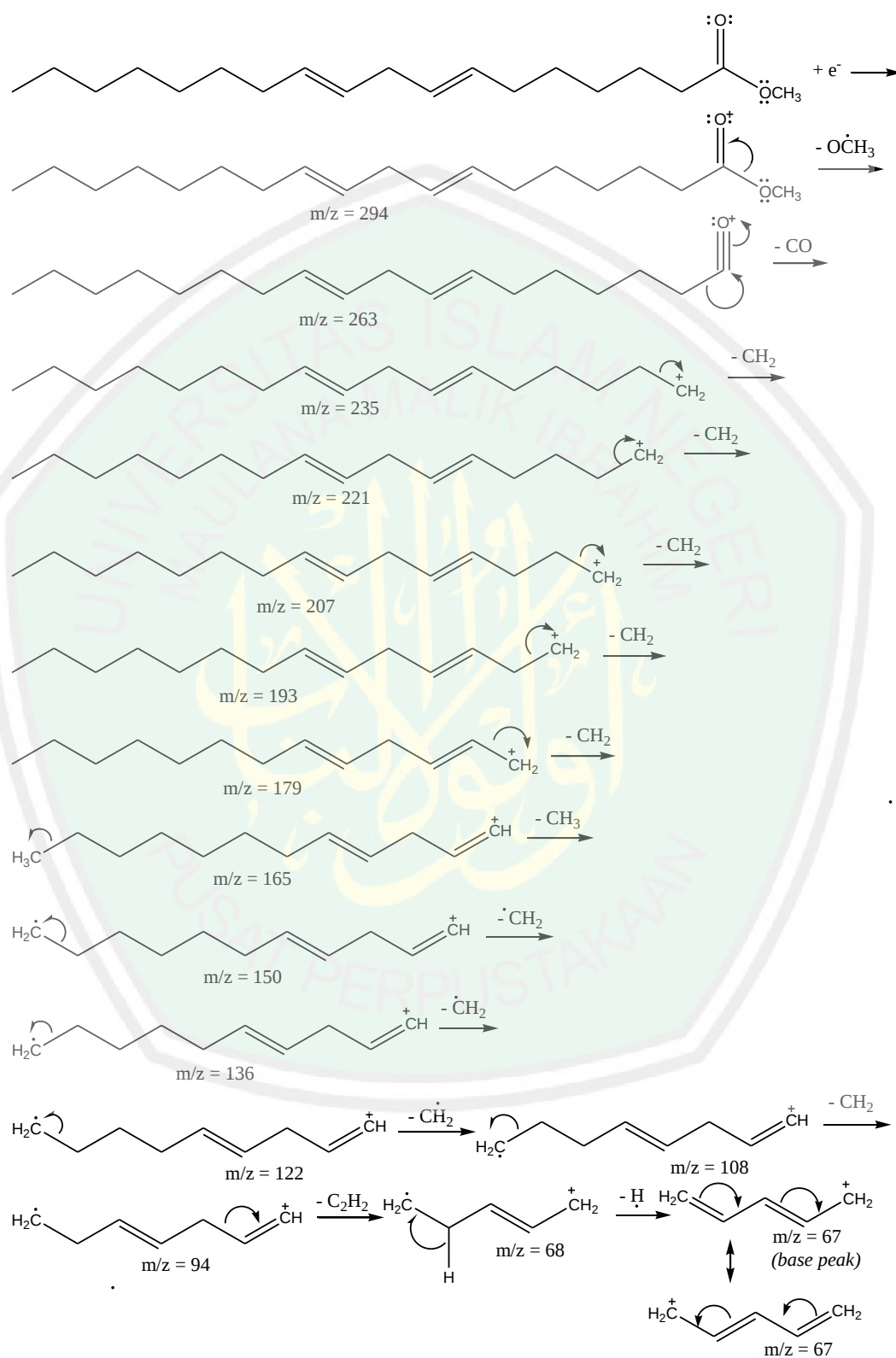
2. Metil palmitoleat (metil Z-9-heksadekaenoat)



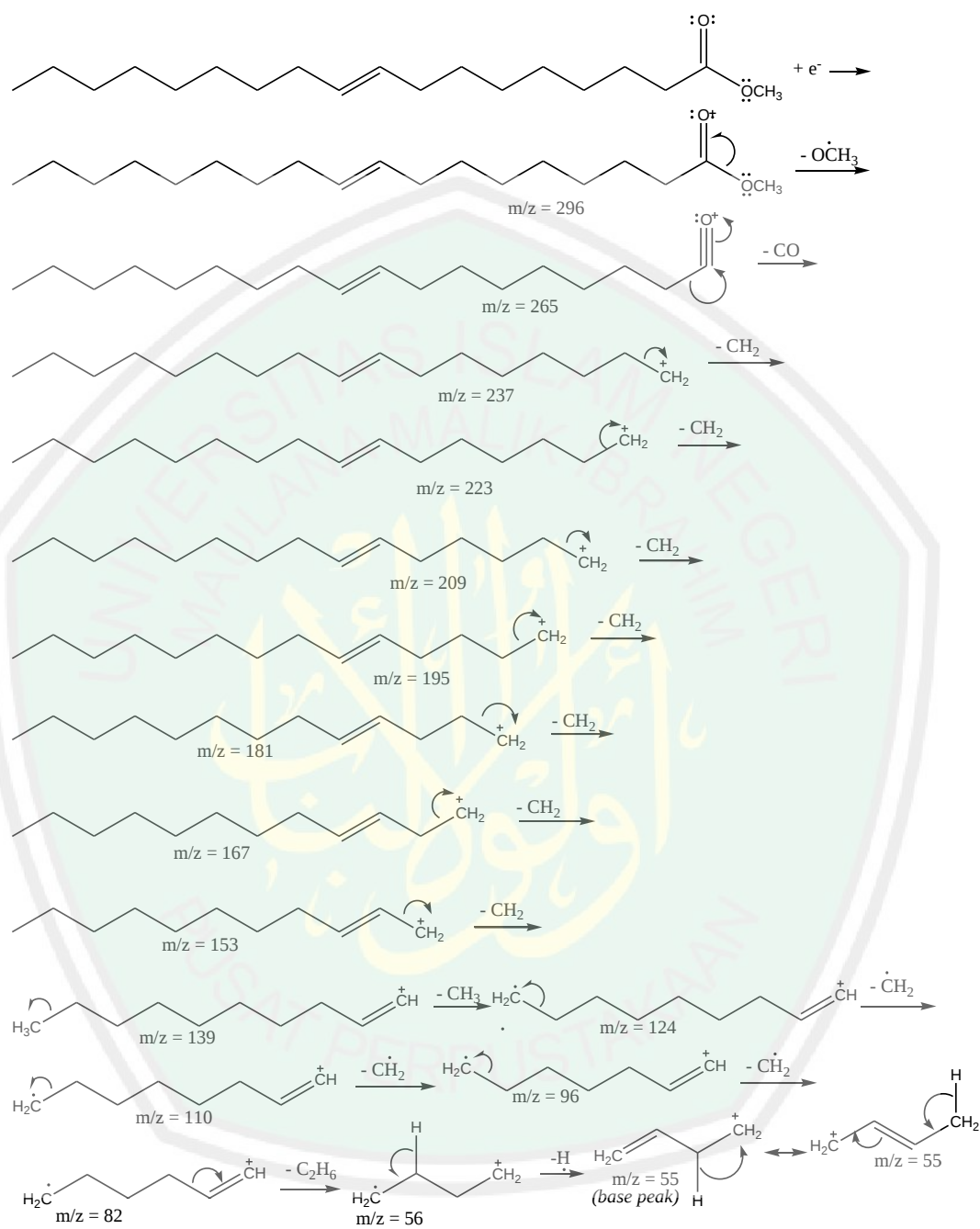
3. Metil palmitat (metil heksadekanoat)



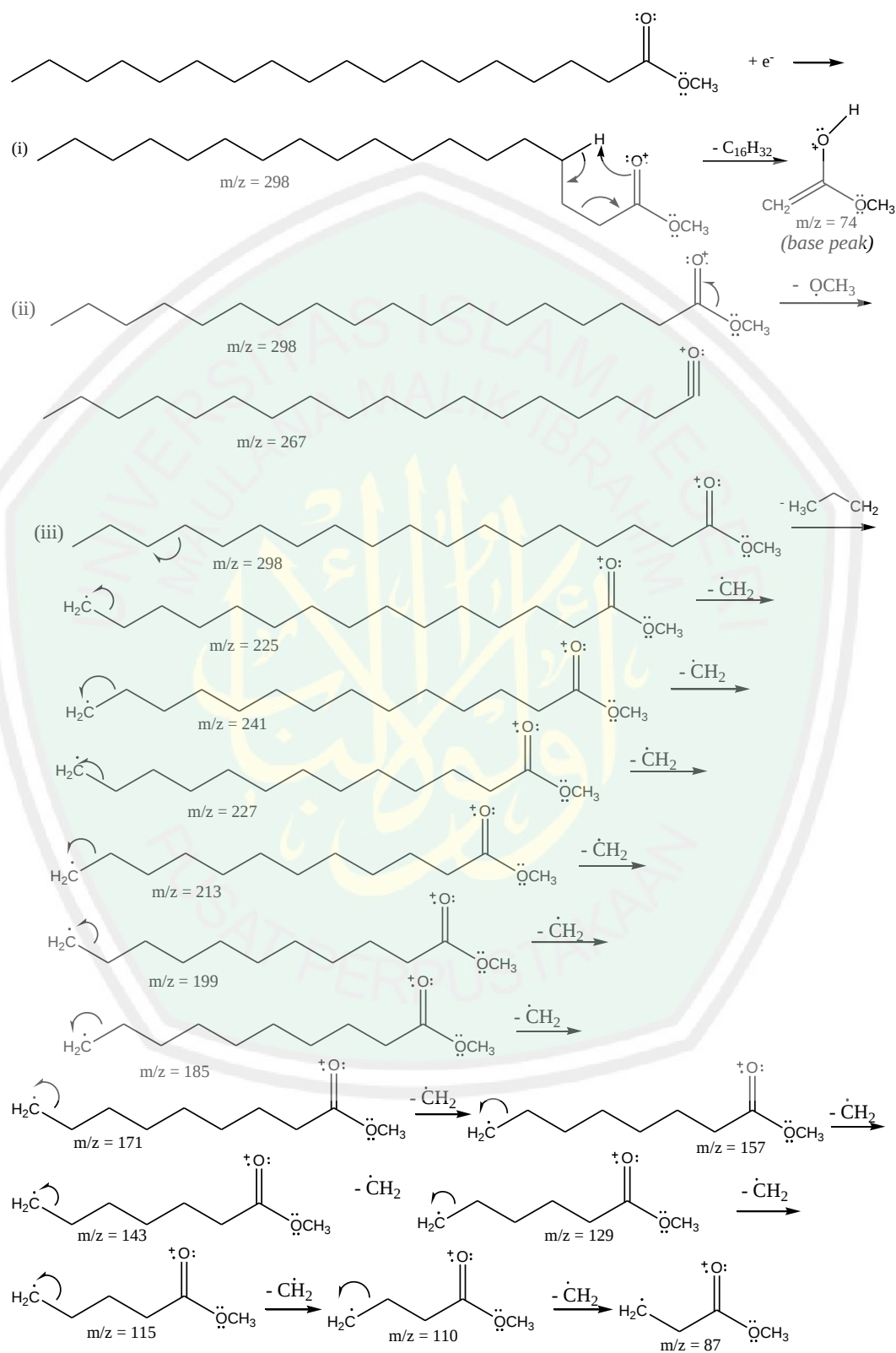
4. Metil linoleat (metil 7,10-oktadekadienoat)



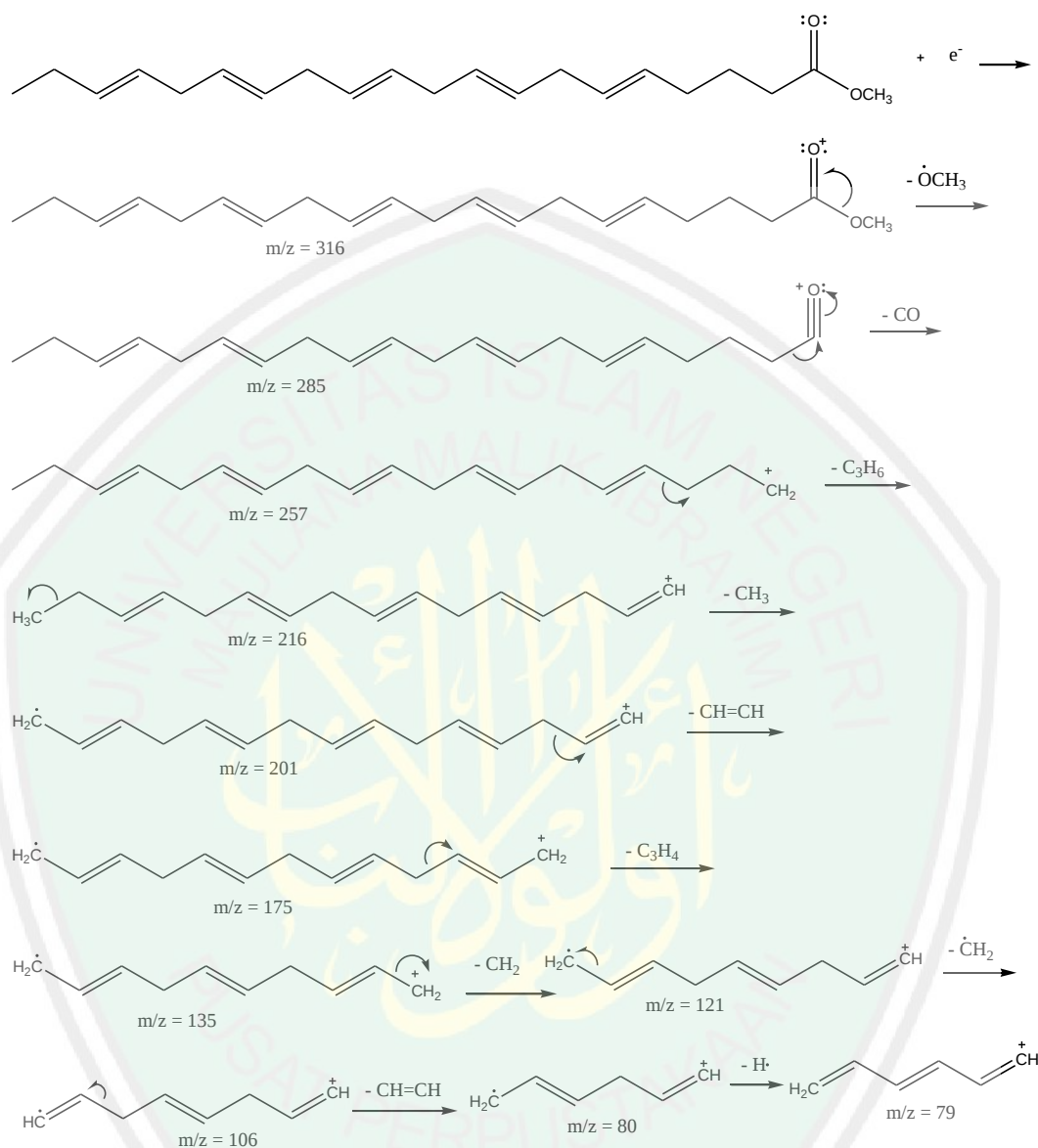
5. Metil oleat (metil Z-9-oktadekaenoat)



6. Metil stearat (metil oktadekanoat)



7. Metil eikosa-5,8,11,14,17-pentaenoat



Lampiran 8. Dokumentasi

1. Preparasi dan aktivasi zeolit alam Malang



Preparasi zeolit alam



Penyaringan zeolit alam



Aktivasi zeolit dengan HCl



Filtrat hasil aktivasi



Pencucian zeolit dengan aquades



Impregnasi zeolit alam

2. Analisis Asam Lemak Bebas minyak ikan

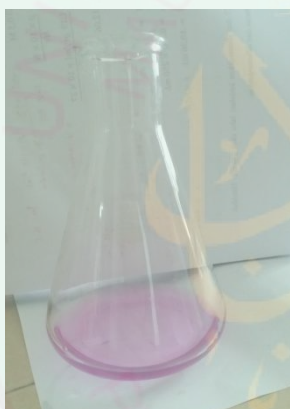


Minyak dalam etanol hangat



kanan (sebelum titrasi) kiri (setelah titrasi)

3. Analisis Penyabunan minyak ikan



Blanko



kiri (sebelum titrasi) kanan (setelah titrasi)

4. Pembuatan Biodiesel melalui Transesterifikasi



Proses refluks



Pemisahan biodiesel

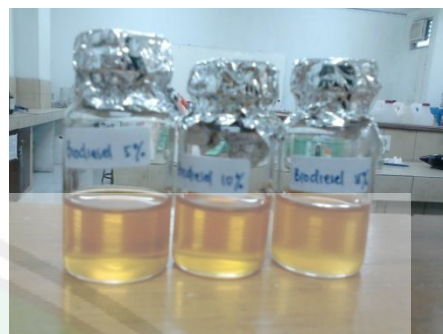
Biodiesel

Gliserol

Katalis

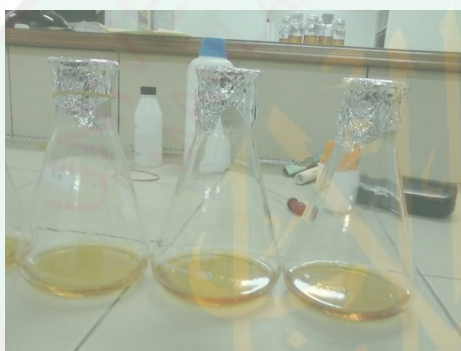


Pemurnian biodiesel



Biodiesel setelah pemurnian

5. Analisis Penyabunan Biodiesel



Sebelum titrasi



Setelah titrasi