

**KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA MERAH
(*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN
KATALIS CaO (KALSIUM OKSIDA) DENGAN VARIASI
PERBANDINGAN MOLAR METANOL DAN ASAM LEMAK**

SKRIPSI

**Oleh:
LELYTA FAIQOTUS SEVINA
NIM. 19630031**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA MERAH
(*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN
KATALIS CaO (KALSIMUM OKSIDA) DENGAN VARIASI
PERBANDINGAN MOLAR METANOL DAN ASAM LEMAK**

SKRIPSI

**Oleh:
LELYTA FAIQOTUS SEVINA
NIM. 19630031**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA MERAH
(*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN
KATALIS CaO (KALSIMUM OKSIDA) DENGAN VARIASI
PERBANDINGAN MOLAR METANOL DAN ASAM LEMAK**

SKRIPSI

Oleh:
LELYTA FAIQOTUS SEVINA
NIM. 19630031

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 02 Oktober 2023

Pembimbing I



Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc.
NIP. 19710311 200312 1 002

Pembimbing II



A. Ghanaim Fasya, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia



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

**KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA MERAH
(*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN
KATALIS CaO (KALSIUM OKSIDA) DENGAN VARIASI
PERBANDINGAN MOLAR METANOL DAN ASAM LEMAK**

SKRIPSI

Oleh:
LELYTA FAIQOTUS SEVINA
NIM.19630031

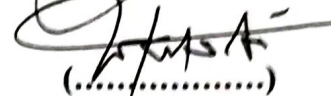
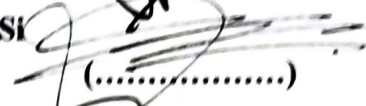
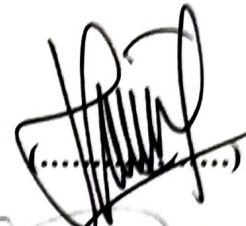
**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)
Tanggal: 8 Oktober 2023**

Ketua Penguji Rachmawati Ningsih, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Anggota Penguji I Vina Nurul Istighfarini, M. Si
LB. 63025

Anggota Penguji II Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc.
NIP. 19710311 200312 1 002

Anggota Penguji III A. Ghanaim Fasya, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 002



**Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia**



Rachmawati Ningsih, M. Si
NIP. 19820616 200604 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Lelyta Faiqotus Sevina
NIM : 19630031
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Karakterisasi Metil Ester (Biodiesel) dari Alga Merah *Gracilaria verrucosa* Hasil Transesterifikasi Menggunakan Katalis CaO (Kalsium Oksida) dengan Variasi Perbandingan Molar Metanol dan Asam Lemak

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambilan 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 ini di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atau perbuatan tersebut.

Malang, 20 September 2023
Yang membuat pernyataan,



Lelyta Faiqotus Sevina
NIM. 19630031

MOTTO

Today is going to be better than yesterday

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah wa syukurillah, segala puji syukur tiada henti atas nikmat Allah Swt., berkat kasih sayang dan ridha-Nya yang tak pernah terputus, sehingga saya dapat mewujudkan salah satu harapan saya, yakni terselesainya penyusunan skripsi ini dengan baik dan lancar. Skripsi ini saya persembahkan kepada:

Sepasang insan yang telah membesarkanku dengan penuh cinta dan kasih sayang, yang kepada merekalah aku berbakti sepanjang hidupku, terima kasih atas setiap belaianmu pada keeningku, kedua pipiku, dan tepukan semangat pada pundakku, serta untaian doa melangit yang kau dengungkan demi kebaikan dan kesuksesan hidupku. Maka atas semua yang telah engkau curahkan, kini aku persembahkan setitik dan sesederhana pencapaianku ini untukmu dengan hati yang Ikhlas dan penuh rasa Syukur

Teruntuk Orang-orang baik yang Allah kirimkan membersamai perjuanganku baik dari keluarga besarku maupun teman-teman perkuliahan dan organisasi, yakni kakak adik saya (Neng Devi, Neng Desi, Adekku Rama), seluruh teman-teman URANIUM 2019, Litbang 2021-2022, sobat kedondong dolar, temen tongkrongan, dan teman penelitianku Hanung Mirza yang membersamai jungkir baliknya skripsi ini. Terima kasih untuk setiap doa-doa, nasehat, motivasi, bantuan, kebersamaan, kasih sayang, dukungan, yang sangat luar biasa. Terima kasih telah menjadi bagian dalam kehidupan saya di masa lembut dan kasarnya bangku perkuliahan. Semoga Allah berkenan mempertemukan kita di perlintasan kesuksesan masing-masing.

Ayah, Ibu,
Skripsi ini untukmu.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Karakterisasi Metil Ester (Biodiesel) dari Alga Merah *Gracilaria verrucosa* Hasil Transesterifikasi Menggunakan Katalis CaO (Kalsium Oksida) dengan Variasi Perbandingan Molar Metanol dan Asam Lemak“**. Shalawat serta salam semogaselalu turunkan kepada baginda Nabi Muhammad SAW yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan islam. Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penyusunan skripsi ini. Ucapan terima kasih ini, penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Dr. Tri Kustono Adi, S. Si., M. Sc, selaku dosen pembimbing yang senantiasa sabar dalam membimbing dan mengarahkan hingga penulis faham dan bisa menguasai materi skripsi ini.
2. Bapak A. Ghanaim Fasya, M. Si selaku pembimbing agama yang sabar dalam membimbing penulis baik pada materi agama maupun kimia.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M. Si selaku dosen wali yang selalu memberikan nasihat dan motivasi penulis hingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA., selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Dr. Sri Harini, M. Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Ibu Rachmawati Ningsih, M. Si., selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Seluruh dosen dan laboran Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulis menyadari bahwa dalam pengusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Aamiin.

Malang, 8 Oktober 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii
ABTRACT	xiii
ملخص البحث	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Makroalga Alga Merah <i>Gracilaria verrucosa</i>	8
2.2 Biodiesel.....	12
2.3 Metode Ekstrak Maserasi Makroalga.....	15
2.4 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas	17
2.5 Reaksi Esterifikasi.....	18
2.6 Reaksi Transesterifikasi.....	19
2.7 Karakteristik Biodiesel	26
2.7.1 Analisis FAME dengan KG-SM.....	27
2.7.2 Uji Titik Nyala.....	28
2.7.3 Uji Densitas.....	29
2.7.4 Uji Viskositas.....	29
2.7.5 Uji Angka Keasaman.....	29
2.7.6 Uji Kadar Air	30

BAB III METODE PENELITIAN	31
3.1 Waktu dan Tempat	31
3.2 Alat dan Bahan	31
3.2.1 Alat.....	31
3.2.2 Bahan	31
3.3 Rancangan Penelitian	32
3.4 Tahapan Penelitian	34
3.5 Pelaksanaan Penelitian	34
3.5.1 Preparasi Makroalga <i>Gracilaria verrucosa</i>	34
3.5.2 Ekstraksi Lipid Makroalga dengan Metode Maserasi	35
3.5.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas	36
3.5.4 Reaksi Esterifikasi	36
3.5.5 Reaksi Transesterifikasi	37
3.5.6 Uji Karakteristik Hasil Biodiesel	39
3.5.6.1 Identifikasi Senyawa Biodiesel dengan KG-SM.....	41
3.5.6.2 Karakteristik Produk Metil Ester	42
3.5.6.2.1 Uji Titik Nyala	42
3.5.6.2.2 Uji Densitas.....	43
3.5.6.2.3 Uji Viskositas.....	43
3.5.6.2.4 Uji Angka Keasaman	44
3.5.6.2.5 Uji Kadar Air	45
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	47
4.1 Preparasi Makroalga <i>Gracilaris verrucosa</i>	47
4.2 Ekstraksi Lipid Makroalga <i>Gracilaria verrucosa</i>	47
4.3 Analisis Kadar <i>FFA</i> Hasil Ekstraksi.....	48
4.4 Reaksi Transesterifikasi.....	49
4.5 Analisis Hasil KG-SM.....	55
4.6 Hasil Karakterisasi Produk Biodiesel.....	61
4.6.1 Hasil Analisis Densitas Pada Suhu 40°C.....	61
4.6.2 Hasil Analisis Viskositas Pada Suhu 40°C	62
4.6.3 Hasil Analisis Kadar Asam Lemak Bebas.....	62
4.6.4 Hasil Analisis Titik Nyala.....	63
4.6.5 Hasil Analisis Kadar Air.....	63
4.6.6 Hasil Pembahasan Senyawa Metil Ester Makroalga dalam Prespektif Islam dan Sains.....	64
 BAB V PENUTUP	68
5.1 Kesimpulan.....	68
5.2 Saran	68
 DAFTAR PUSTAKA	69
LAMPIRAN.....	74

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi Kandungan Minyak Pada Makroalga.....	9
Tabel 2.2 Komposisi Kandungan Gracilaria verrucosa.....	11
Tabel 2.3 Standar dan Mutu Biodiesel	14
Tabel 2.4 Komposisi Asam Lemak Mikroalga <i>Coelastrella sp</i>	28
Tabel 3.1 Tabel Rancangan Penelitian Analisis One Way ANOVA	43
Tabel 4.1 Rata-Rata Massa Produk Biodiesel Dari Perbandingan Rasio Molar Asam Lemak Dan Metanol Yang Berbeda	52
Tabel 4.2 Interpretasi Hasil Kromatogram (%Area) produk biodiesel berdasarkan variasi rasio molar metil ester dan metanol	54
Tabel 4.3 Rata-Rata Presentase Metil Ester Dari Perbandingan Rasio Molar Asam Lemak Dan Metanol Yang Berbeda	55
Tabel 4.4 Kandungan Senyawa Produk Biodiesel Makroalga	56
Tabel 4.5 Hasil Karakterisasi Produk Biodiesel.....	58

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Rumpun Laut <i>Gracilaria verrucosa</i>	9
Gambar 2.2 Reaksi Esterifikasi	17
Gambar 2.3 Reaksi Transesterifikasi.....	19
Gambar 2.4 Grafik Hubungan Pengaruh Variasi Rasio	21
Gambar 2.5 Komatogram Asam Lemak Mikroalga <i>Coelastrella sp.</i>	27
Gambar 4.1 Dugaan Reaksi Transesterifikasi	49
Gambar 4.2 Produk hasil ekstraksi dan reaksi transesterifikasi	49
Gambar 4.3 Proses Pemisahan dan Pencucian Biodiesel	50
Gambar 4.4 Grafik Hubungan Variasi Rasio Asam Lemak: Metanol terhadap Massa Biodiesel	52
Gambar 4.5 Grafik Hubungan Variasi Rasio Asam Lemak: Metanol Terhadap % metil ester	54
Gambar 4.6 Komatogram Produk Biodiesel Makroalga	56

ABSTRAK

Sevina, Lelyta F. 2023. **Karakterisasi Metil Ester dari Alga Merah *Gracilaria verrucosa* Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis CaO (Kalsium Oksida) dengan Variasi Perbandingan Molar Metanol dan Asam Lemak**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc; Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M. Si.

Kata Kunci: *Gracilaris verrucosa*, Ekstraksi Maserasi, Biodiesel, KG-SM.

Biodiesel merupakan sumber bahan bakar alternatif yang dapat dijadikan sebagai salah satu solusi untuk mensubstitusi bahan bakar minyak bumi yang saat ini menjadi isu nasional di Indonesia karena adanya krisis energi. Dalam konteks ini, asam lemak makroalga *Gracilaria verrucosa* unggul sebagai pilihan yang sangat menarik, karena memiliki kandungan minyak nabati yang mencapai lebih dari 80% berat total makroalga kering.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi karakteristik metil ester yang paling optimal berdasarkan variasi perbandingan rasio molar asam lemak makroalga *Gracilaria verrucosa* dengan metanol. Proses produksi bahan baku biodiesel dilakukan dengan (1) ekstraksi maserasi menggunakan pelarut n-Heksana, (2) transesterifikasi asam lemak menjadi biodiesel dengan katalis CaO (kalsium oksida) dan variasi perbandingan rasio mol minyak : metanol 1:5, 1:15, 1:25 dengan suhu reaksi 60°C selama 2 jam, (3) Pencucian minyak untuk meminimalkan kandungan gliserol dengan larutan asam asetat dan air. Kualitas biodiesel dari alga merah *Gracilaria verrucosa* mengacu pada SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 dengan parameter utama yang diamati meliputi uji titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air. Kemudian, dilakukan karakterisasi pada produk biodiesel menggunakan instrumen KG-SM (Kromatografi Gas - Spektrometri Massa).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa berdasarkan penentuan kualitas biodiesel sesuai dengan spesifikasi yang tercantum dalam SK regulasi, asam lemak makroalga *Gracilaria verrucosa* merupakan bahan baku yang potensial sebagai bahan baku biodiesel. Hasil terbaik diperoleh pada variasi perbandingan 1:5, yang dapat memenuhi standar sebagai biodiesel berdasarkan parameter titik nyala, viskositas, kadar air, dan kadar *FFA* sesuai dengan persyaratan dalam SK regulasi. Hanya nilai parameter densitas yang belum memenuhi persyaratan.

ABSTRACT

Sevina, Lelyta F. 2023. **Characterization of Methyl Esters from the Red Algae *Gracilaria verrucosa* Derived of Transesterification Reactions Using CaO (Calcium Oxide) Catalysts with Variations in the Comparison of Methanol and Fatty Acid Molar**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic University Malang. Supervisor I: Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc; Supervisor II: A. Ghanim Fasya, M. Si.

Keywords: *Gracilaria verrucosa*, Maceration Extraction, Biodiesel, GC-MS.

Biodiesel serves as a promising alternative fuel source, offering a potential solution to mitigate the energy crisis and reduce dependence on petroleum-based fuels, a growing concern in Indonesia. Among the viable options, *Gracilaria verrucosa* red algae oil stands out due to its high vegetable oil content, accounting for over 80% of its total weight when dried.

This study aims to optimize the characteristics of methyl esters derived from *Gracilaria verrucosa* red algae biodiesel oil by exploring variations in the ratio of fatty acid concentrations to methanol. The biodiesel production process involves several steps: (1) n-hexane solvent-based maceration extraction, (2) transesterification of fatty acids into biodiesel using CaO (calcium oxide) catalysts at different oil moles:methanol ratios of 1:5, 1:15, and 1:25. This process occurs at a controlled temperature of 60°C for 2 hours. (3) Oil leaching to reduce glycerol content using an acetic acid and water solution. Biodiesel quality assessment aligns with the guidelines stipulated in Decree of the Director General of EBTKE No. 189.K / 10 / DJE / 2019, encompassing key parameters such as flash point, density, viscosity, acidity number, and water content. Moreover, the resulting biodiesel products undergo characterization through Gas Chromatography - Mass Spectrometry (GC-MS) analysis.

The findings indicate that *Gracilaria verrucosa* macroalgae oil can indeed serve as a viable feedstock for biodiesel production, aligned with the specifications outlined in the decree. Among the various concentration treatments, the 1:5 ratio treatment emerges as the most promising, exhibiting favorable flash point values, viscosity, moisture content, and Free Fatty Acid (FFA) levels, meeting the biodiesel quality requisites established in the decree. However, it is noteworthy that the density parameter obtained does not meet the specified quality standards as defined by the same directive.

ملخص البحث

السفينا، ليلية ف. ٢٠٢٣. توصيف استرات الميثيل من الطحالب الحمراء *Gracilaria verrucosa* النتائج تفاعل الأسترة الترانسبيية باستخدام محفز CaO (أكسيد الكالسيوم) مع التباين المولي لنسبة الميثانول والأحماض الدهنية. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج . المشرف الأول: الدكتور تري كوستونو عدي ، ماجستير ؛ المشرف الثاني: أ. غنائم فشا الماجستير

الكلمات الرئيسية: *Gracilaris verrucosa*، استخراج النقع، وقود الديدل الحيوي، KG – SM .
وقود الديدل الحيوي هو مصدر وقود بديل يمكن استخدامه كحل لاستبدال الوقود البترولي الذي يعدّ حاليًا قضية وطنية في إندونيسيا بسبب أزمة الطاقة. في هذا السياق، يتفوق الحمض الدهني للطحالب الكبيرة *Gracilaria verrucosa* كخيار جذاب للغاية ، لأنه يحتوي على محتوى زيت نباتي يصل إلى أكثر من ٨٠% من الوزن الكلي للطحالب الكبيرة الجافة.
هدف هذا البحث هو تعرف خصائص إستر الميثيل بناء على الاختلافات في نسبة النسبة المولية للأحماض الدهنية للطحالب الكبيرة *Gracilaria verrucosa* إلى الميثانول. سيتم تنفيذ عملية إنتاج المواد الأولية للديدل الحيوي عن طريق (١) استخراج النقع باستخدام مذيب n – Hexane، (٢) الأسترة التبادلية للأحماض الدهنية إلى وقود الديدل الحيوي مع محفز CaO (أكسيد الكالسيوم) والاختلافات في نسبة مولات الزيت: الميثانول ١ : ٥ ، ١ : ١٥ ، ١ : ٢٥ مع درجة حرارة تفاعل ٧٠ درجة مئوية لمدة 2.5 ساعة ، (٣) غسل الزيت لتقليل محتوى الجلسرين بمحلول حمض الخليك والماء . تشير جودة وقود الديدل الحيوي من الطحالب الحمراء *Gracilaria verrucosa* إلى مرسوم المدير العام EBTKE رقم ١٨٩ / DJE / 10 / K / ٢٠١٩ . مع العلامات الرئيسية التي تمت ملاحظتها بما في ذلك اختبارات نقطة الوميض والكثافة واللزوجة وعدد الحموضة ومحتوى الرطوبة. بالإضافة إلى ذلك ، سيتم تمييز منتجات الديدل الحيوي التي تم الحصول عليها باستخدام أدوات KG – SM (كروماتوغرافيا الغاز - قياس الطيف الكتلي).
أظهرت النتائج أنه بناء على تحديد جودة وقود الديدل الحيوي وفقا للمواصفات المدرجة في المرسوم التنظيمي ، فإن الأحماض الدهنية *Gracilaria verrucosa* هي مواد خام محتملة كمواد وسيطة للديدل الحيوي . يتم الحصول على أفضل النتائج عند اختلاف نسبة ١ : ٥ ، والتي يمكن أن تفي بالمعايير مثل وقود الديدل الحيوي بناء على معلمات نقطة الوميض واللزوجة ومحتوى الرطوبة ومحتوى FFA وفقا لمتطلبات المرسوم التنظيمي . ومع ذلك ، فإن قيمة معلمة الكثافة في المقارنة لم تستوف معايير الجودة المحددة في نفس المرسوم التنظيمي.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah Swt. berfirman dalam al-Quran Surat an Nahl (16): 14:

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ
مَوَاجِرَ فِيهِ وَلِتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلِعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

Artinya: “Dan Dialah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu), agar kamu dapat memakan daripadanya daging yang segar, 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 Q.S an Nahl ayat 14, dijelaskan bahwa Allah Swt. telah menurunkan nikmat kepada makhluk-Nya berupa segala hal yang ada di lautan. Laut dalam hal ini dapat diartikan sebagai laut dengan airnya yang asin maupun sungai yang airnya tawar. Kedua tempat tersebut diberikan Allah Swt. kepada manusia agar dapat digunakan dengan sebaik mungkin. Sebagaimana laut yang airnya asin terdapat jenis makhluk hidup seperti karang, kerang, ikat, rumput laut, dsb. Sedangkan pada air sungai terdapat ikan serta tumbuh-tumbuhan lainnya. Lafadz *sakhara al-bahra* menjelaskan bahwa Allah Swt. menurunkan kepada hambanya laut sebagai sumberdaya alam yang mempunyai banyak manfaat yang dapat digunakan hambanya (Syaniqithi, 2007). Allah Swt. juga memerintahkan untuk memakan (*li ta'kulu*), mengeluarkan (*tastakhriju*), melihat (*wa taraa*) dan mencari (*li tabtaghu*) supaya manusia bisa mengambil manfaat sumberdaya laut (Quthb, 2008). Empat kata tersebut dapat mengungkapkan keagungan dan kekuasaan Allah Swt. dengan kuasanya menurunkan beraneka ragam tanaman-tanaman yang baik dan dapat

dimanfaatkan bagi manusia. Makna dari setiap lafadz yang Allah firmankan mendorong peneliti untuk berfikir (bertafakur) akan ciptaan-Nya yang sungguh luar biasa dengan cara melestarikan dan memanfaatkannya. Salah satunya dengan memanfaatkan sumber daya alam ini sebagai sumber energi.

Makroalga atau lebih dikenal dengan rumput laut merupakan salah satu sumber daya hayati yang sangat melimpah di perairan Indonesia yaitu sekitar 8,6% dari total biota laut dan banyak dibudidayakan oleh masyarakat di daerah pesisir Indonesia. Namun, kelimpahan makroalga ini belum dimanfaatkan secara optimal terutama dalam bidang industri (Suparmi dan Sahri, 2009). Winarno (1996) menyatakan bahwa Indonesia memiliki kurang lebih 555 jenis dari 8.642 spesies rumput laut yang terdapat di dunia. Rumput laut dari kelas alga merah (*Rhodophyceae*) menempati urutan terbanyak dibudidayakan di perairan Indonesia yaitu sekitar 452 jenis dan memiliki komposisi kandungan minyak alga terbanyak dibandingkan dengan jenis alga lain, yakni sebesar 0,3-2,0%. Pada alga hijau kandungan minyaknya mencapai 0,5-1,5%, sedangkan pada alga coklat mencapai 0,2-1,0. Tingginya kandungan minyak nabati dalam makroalga mengindikasikan tingginya kandungan metil ester. Sehingga potensi makroalga sangat menjanjikan untuk digunakan sebagai agen dalam produksi bahan baku biodiesel di masa depan (Sa'diyah dan Anugerah, 2018).

Potensi sumber daya energi di laut Indonesia yang besar, seperti tumbuhan laut makroalga yang berpeluang dikonversi menjadi biodiesel perlu dimanfaatkan secara efektif untuk meningkatkan devisa dari sektor kelautan sebagai solusi

membangun ketahanan energi dalam memperkuat pertahanan maritim dari permasalahan meningkatnya harga bahan bakar minyak (Viena, dkk., 2019). Besarnya potensi pemanfaatan makroalga untuk bahan bakar baku pembuatan biodiesel sebagai alternatif pengganti bahan bakar fosil seperti batu bara, minyak dan gas menjadi latar belakang dalam penelitian ini (Saadudin, dkk., 2011). Sebab, biodiesel dari minyak nabati dipercaya sebagai pilihan sumber energi yang menjanjikan di masa depan, dikarenakan memiliki beberapa kelebihan, seperti *sustainable*, adaptif dan ramah lingkungan (Ashokkumar, dkk., 2017).

Salah satu jenis makroalga yang banyak ditemukan di perairan Indonesia *Gracilaria verrucosa*. Namun, potensinya dalam pemanfaatan produksi biodiesel masih belum banyak dikembangkan (Julianto dan Badrudin, 2014). Kandungan lipid *Gracilaria verrucosa* rata-rata $2,7 \pm 0,7$ mg/g massa segar atau $15,2 \pm 2,7$ mg/g massa kering. Kandungan lipid ini bervariasi tergantung pada habitat, usia, atau tahap pertumbuhannya. Lipid dari spesies ini mewakili beberapa kelompok, yakni glikosildiaksilgliserida atau glikolipid, fosfolipid, dan lipid netral, yang berbeda dalam struktur dan memenuhi fungsi yang berbeda. Namun, dari beberapa kelompok lipid tersebut, kandungan glikolipid mendominasi dan membentuk lebih dari setengah dari seluruh kelompok lipid yang terkandung, yakni mencapai 50.3-75.1% dari massa lipid total (Khotimchenko, 2005). Penelitian yang diajukan akan menggunakan makroalga *Gracilaria verrucosa* sebagai bahan dasar biodiesel.

Pembuatan biodiesel dari makroalga *Gracilaria verrucosa* dilakukan melalui tahap pengeringan, ekstraksi alga menjadi minyak nabati. Kemudian, diesterifikasi

dan transesterifikasi minyak nabati menjadi *Methyl ester*. Pengeringan pada makroalga menggunakan oven ekstraksi minyak pada makroalga menggunakan metode maserasi dengan pelarut n-hexane yang hasilnya dipisahkan melalui distilasi. Minyak nabati alga yang telah diekstrak merupakan senyawa *Triacylycerols* yang selanjutnya dilakukan proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi *Triacylycerols* menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) atau yang disebut dengan bioiesel, dilakukan dengan pencampuran minyak nabati dengan metanol dan katalis berupa CaO (kalsium oksida) (Prawita, 2017).

Katalis CaO (kalsium oksida) merupakan katalis basa heterogen terbaik dengan sifat kebasaanya yang tinggi dan memiliki kualitas aktivitas katalitik yang stabil (Boro, dkk., 2011). Sehingga nantinya pada reaksi transesterifikasi akan terbentuk sabun dan limbah dalam jumlah yang lebih sedikit dibandingkan dengan katalis homogen (Roschat, dkk., 2016). Selain itu, jika dibandingkan dengan penggunaan katalis heterogen lain, katalis CaO dapat memberikan % *yield* lebih besar. Taslim, dkk., (2016) menyatakan bahwa pada katalis heterogen Zeolit, *yield* biodiesel yang dihasilkan sebesar 7,28%, sedangkan pada katalis CaO (Kalsium Oksida) *yield* biodiesel yang dihasilkan sebesar 51,17%. Hal ini disebabkan, pada katalis CaO memiliki luas permukaan yang beraturan dan cenderung datar, sedangkan pada katalis zeolit memiliki sisi- sisi yang tajam dan tidak beraturan. Luas dan tekstur permukaan ini merupakan sifat yang penting dalam aplikasi katalis. Sebab, luas permukaan dan struktur pori partikel merupakan parameter penting yang erat kaitannya dengan katalis heterogen, karena dapat menentukan jumlah situs aktif di

dalam katalis yang berkaitan dengan aktivitas katalis. Dengan penggunaan katalis heterogen berupa CaO ini sangat mendukung upaya *green technology* dengan biaya yang relatif rendah, mudah dipisahkan dari campuran reaksinya, lebih stabil, dan dapat memberikan *yield* biodiesel yang cenderung besar.

Produk bahan baku biodiesel yang telah diperoleh akan diuji karakteristiknya melalui uji lab sesuai dengan standar baku mutu yang telah ditetapkan oleh SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019. Sifat fisika-kimia lipid mentah dari Alga Merah *Gracilaria verrucosa* dilakukan uji karakterisasi, fitur yang dianalisis meliputi densitas, titik nyala, viskositas, angka keasaman dan kadar air. Sedangkan identifikasi biodiesel hasil sintesis dianalisis dengan KG-SM (Kromatografi Gas - Spektrometri Massa) untuk memastikan hasil yang diperoleh benar merupakan metil ester (biodiesel).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan permasalahan yang telah dipaparkan, dapat dirumuskan beberapa permasalahan antara lain:

1. Berapa perbandingan konsentrasi asam lemak : metanol yang optimal pada reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen CaO (kalsium dioksida)?
2. Bagaimana karakteristik metil ester produk hasil reaksi transesterifikasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah, penelitian ini memiliki tujuan, yaitu:

1. Untuk mengetahui perbandingan konsentrasi asam lemak : metanol yang optimal pada reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen CaO (kalsium oksida).
2. Untuk mengetahui karakter metil ester produk hasil reaksi transesterifikasi

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Metode ekstraksi yang digunakan adalah ekstraksi maserasi dengan menggunakan pelarut n-heksana.
2. Produk bahan baku biodiesel yang dihasilkan berupa metil ester.
3. Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan perbandingan konsentrasi asam lemak terhadap metanol, yakni pada variasi 1:5, 1:15, 1:25.
4. Identifikasi biodiesel Alga Merah *Gracilaria verrucosa* dianalisis dengan menggunakan KG-SM.
5. Uji parameter dilakukan pada produk biodiesel hasil karakterisasi KG-SM yang paling optimal dari variasi perbandingan konsentrasi asam lemak terhadap metanol.
6. Analisis yang dilakukan meliputi nilai keasaman, viskositas, densitas, titik nyala (*flash point*), dan kadar air.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Memberikan wawasan baru bagi penulis dan pembaca mengenai pemanfaatan makroalga *Gracilaria verrucosa* sebagai alternatif bahan bakar biodiesel.
2. Memberikan informasi ilmiah mengenai pembuatan bahan baku biodiesel dan cara identifikasi senyawa metil ester yang terkandung dalam minyak alga merah *Gracilaria verrucose*.
3. Memberikan informasi bahwa metil ester (biodiesel) dari bahan baku *Gracilaria verrucose* memiliki kualitas sesuai atau tidak sesuai dengan SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019
4. Riset ini diharapkan memberikan informasi tambahan yang berguna dalam upaya mentadabburi ayat Al-quran Surat an Nahl (16): 14.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Makroalga Merah *Gracilaria verrucosa*

Allah Swt. Berfirman dalam surah Al-Quran Surat asy Syu'ara ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

“apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak kami telah menumbuhkan disana segala jenis (tanaman) yang tumbuh baik? (7).” (QS. Asy-Syu'ara:7).

Dalam Q.S asy Syu'ara ayat 7, dijelaskan bahwa kekuasaan dan anugerah-Nya yang tak terhingga dengan menciptakan berbagai macam tumbuh-tumbuhan baik dan membawa banyak sekali manfaat bagi manusia. Dalam tafsir al-Misbah menafsirkan bahwa orang-orang kafir akan terus memperhatikan kekufuran dan pendustaan, serta tidak merenungi dan mengamati sebagai ciptaan Allah di bumi ini. Apabila mereka bersedia mengamati serta bertafakur hal itu, niscaya mereka akan mendapatkan petunjuk. Kamilah (Allah) yang mengeluarkan dari bumi ini beraneka ragam tumbuh-tumbuhan yang mendatangkan manfaat dari bumi ini beraneka ragam tumbuh-tumbuhan yang mendatangkan manfaat, dan semua itu hanya dapat dilakukan atas kekuasaan Allah Swt. (Shihab, 2003). Sebagai makhluk Allah yang telah diberi akal, hendaknya kita mengkaji tumbuhan yang telah diciptakan Allah dengan banyak manfaat di dalamnya. Salah satunya dengan dilakukan sebuah studi penelitian akan pemanfaatan berbagai jenis tumbuhan yang ada di bumi, seperti pada makroalga *Gracilaria verrucosa*.

Makroalga atau rumput laut merupakan tumbuhan yang memiliki perbedaan dengan tumbuhan pada umumnya. Tumbuhan alga ini tidak dapat dibedakan antara

pangkal, daun, serta batang, sehingga seluruh tubuhnya disebut thallus (Kasanah, dkk., 2015) Jika ditelisik menurut zat warna pada thallus, alga dikelompokkan menjadi empat kelas, yaitu *Chlorophyceae* (alga hijau), *Rhodophyceae* (alga merah), alga biru-hijau, dan *Phaeophyceae* (alga coklat) (Soenardjo, 2011).

Alga merah kelas *Rhodophyta* merupakan alga yang lebih banyak dibudidayakan dibanding tiga kelas alga lainnya dikarenakan menghasilkan polisakarida dengan jumlah besar (Agustin, dkk., 2020). Berdasarkan table 2.1 dapat diketahui karakteristik kandungan substrat dari berbagai jenis rumput laut didaerah Indonesia diketahui kandungan minyak tertinggi dimiliki oleh alga merah yaitu 0,3-2,0%. Kandungan minyak yang dihasilkan memungkinkan minyak tersebut dapat digunakan sebagai bahan alternatif biodiesel (Sa'diyah dan Dycka, 2018). Salah satu alga merah yang kaya akan lipid adalah *Gracilaria sp.* (Winarno, 1996). Alga tersebut dikenal memiliki beberapa spesies salah satu diantaranya yaitu *Gracilaria verrucosa*.

Tabel 2.1 Komposisi Kandungan Minyak pada Makroalga (Sa'diyah dan Dycka, 2018)

Jenis Alga	Kandungan Minyak
Alga hijau	0,5-1,5
Alga coklat	0,3-1,0
Alga merah	0,3-2,0

Menurut Anggadiredja dkk, (2006) *Gracilaria verrucosa* dapat kita bedah klasifikasinya seperti uraian dibawah ini:

Kingdom : *Plantae*
 Divisi : *Rhodophyta*
 Kelas : *Rhodophyceae*
 Ordo : *Gigartinales*
 Famili : *Gracilariaceae*

Genus : *Gracilaria*
Spesies : *Gracilaria verrucosa*



Gambar 2.1 Rumpit laut *Gracilaria verrucosa* (Sundaryastut, 2011)

Gracilaria verrucosa termasuk dalam alga merah (*Rhodophyta*), dimana jenis *Gracilaria* diduga memiliki kelimpahan yang lebih banyak dibandingkan jenis rumput laut yang lain (Julianto dan Badrudin, 2014). *Gracilaria verrucosa* memiliki ciri-ciri diantaranya, permukaan tubuhnya halus atau berbintil dengan diameter thallus 0.5-2 mm, dengan Panjang mencapai 30 cm, umumnya tumbuh pada arus yang cukup stabil dengan salinitas 5 dan 43% dan pH 6-9 thallus berwarna merah, bentuk thallusnya yang kecil, menipis, silindris, dan bentuk percabangan tidak teratur. Dinding sel dari alga ini tersusun dari bahan *berlignoselulosa*. Kandungan selulosa dan polisakarida berbentuk gel yang tinggi ini membuat alga merah memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel (Wiratmaja, 2011). Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Sa'diyah dan Dycka (2018), Menyatakan bahwa makroalga *Gracilaria verrucose* memiliki kandungan yang cukup optimum dengan komposisi lemak sebesar 1.05 %, kadar air sebesar 11.60%, protein sebesar 25.35%, karbohidrat sebesar 43.10 %, serat sebesar 7.50%, dan kadar abu sebesar 15.30 %.

Kandungan lipid *Gracilaria verrucosa* rata-rata $2,7 \pm 0.7$ mg/g massa segar atau 15.2 ± 2.7 mg/g massa kering. Kandungan lipid ini bervariasi tergantung pada habitat, usia, atau tahap pertumbuhannya. Lipid dari spesies ini mewakili beberapa kelompok, yakni glikosildiakasilgliserida atau glikolipid, fosfolipid, dan lipid netral, yang berbeda dalam struktur dan memenuhi fungsi yang berbeda. Namun, dari beberapa kelompok lipid tersebut, kandung glikolipid mendominasi dan membentuk lebih dari setengah dari seluruh kelompok lipid yang terkandung, yakni mencapai 50.3-72.1 % dari massa lipid (Khotimchenko, 2005).

Tabel 2.2 Komposisi Kandungan *Gracilaria verrucosa* (Sa'diyah dan Dycka, 2018).

Komposisi (%)	<i>Gracilaria verrucosa</i>
Kadar protein	11.60
Protein	25.35
Karbohidrat	43.10
Lemak	1.05
Serat	7.50
Kadar abu	15.30

2.2 Biodiesel

Biodiesel merupakan salah bahan bakar alternatif menjanjikan yang memiliki beberapa kelebihan salah satunya sifatnya yang berkelanjutan (*sustainable*), adaptif dan ramah lingkungan (Ashokkumar et al., 2017). Biodiesel adalah salah satu produk bahan bakar cair yang bersumber dari minyak nabati dan lemak dimana pada proses pembakarannya menyerupai minyak diesel biasa. Minyak jelantah, minyak nabati, dan lemak hewan merupakan contoh bahan baku utama dari biodiesel. Bahan bakar ini menghasilkan emisi yang lebih sedikit dibanding bahan bakar fosil karena bersifat biodegradable dan tidak beracun.

(Mahfud, 2018). Bahan bakar dalam bentuk biodiesel ini memiliki keunggulan yang lebih baik dari minyak solar, dimana penyalaan yang lebih cepat dan reaksi pembakaran semakin cepat, sehingga akan memperoleh panas yang lebih tinggi (Rahardja, dkk., 2019).

Menurut, Hikmah dan Zuliyana (2010), biodiesel merupakan monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai Panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi transesterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku. Transesterifikasi merupakan proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti methanol atau ethanol (pada Sebagian besar prodksi biodiesel menggunakan metanol) menghasilkan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters* / FAME) atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping. Katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah basa/alkali, biasanya digunakan natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH). Esterifikasi adalah proses reaksi antara asam lemak bebas (FFA) dengan alkohol rantai pendek (metanol atau etanol) untuk menghasilkan metil ester asam lemak (FAME) dan air. Katalis yang digunakan untuk reaksi esterifikasi adalah asam, biasanya asam sulfat (H_2SO_4) atau asam fosfat (H_2PO_4).

Santanumurti (2014), menyatakan bahwa proses pembuatan biodiesel dari minyak dengan kandungan FFA rendah secara keseluruhan terdiri dari reaksi transesterifikasi, pemisahan gliserol dari metil ester, pemurnian metil ester

(netralisasi, pemisahan methanol, pencucian dan pengeringan/dehidrasi), pengambilan gliserol sebagai produk samping (asidulasi dan pemisahan metanol) dan pemurnian metanol tak bereaksi secara destilasi. Proses esterifikasi dengan katalis asam diperlukan jika minyak nabati mengandung FFA di atas 5%. Jika minyak berkadar FFA tinggi (>5%) langsung ditransesterifikasikan dengan katalis basa maka FFA akan bereaksi dengan katalis membentuk sabun. Terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian. Sehingga esterifikasi digunakan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester sehingga mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya ditransesterifikasi dengan katalis basa untuk mengkonversikan trigliserida menjadi metil ester.

Standar mutu biodiesel ditentukan untuk menjamin bahwa biodiesel yang diproduksi aman dan layak untuk dijadikan bahan bakar. Berdasarkan Badan Standarisasi Nasional (BSN) melalui Standar Nasional Indonesia (SNI), spesifikasi teknis biodiesel merujuk pada SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 tentang standar dan mutu (spesifikasi) bahan bakar nabati jenis biodiesel sebagai bahan bakar lain yang dipasarkan di Dalam Negeri. Spesifikasi ini perlu dipenuhi produsen hingga ke titik serah (Tim Penyusun -BTBRD-BPPT, 2020).

Tabel 2.3 Standar dan Mutu Biodiesel (SK Dirjen EBTKE No. 189/2019).

No	Parameter Uji	Satuan, Min/Maks	Standar Biodiesel
1.	Densitas pada 40°C	Kg/m ³	850-890
2.	Viskositas kinematik pada 40°C	Mm ² /s (cSt)	2.3-6.0
3.	Titik nyala	°C, min	130
4.	Angka asam	Mg-KOH/g, maks	0.4
5.	Kadar air	Mg/kg, maks	350

2.3 Metode Ekstraksi Maserasi Makroalga

Pada penelitian ini ekstraksi lipid merupakan salah satu tahap paling penting dan paling banyak dibahas dalam produksi biodiesel. Pengambilan lipid dari mikroalga merupakan Langkah yang menentukan dalam upaya peningkatan hasil minyak nabati yang dapat diperoleh dari makroalga, sehingga perlu teknisi dalam upaya memaksimalkan lipid yang dapat diambil dalam suatu proses ekstraksi (Prawita, 2017). Metode ekstraksi yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah metode ekstraksi meserasi. Pada ekstraksi ini alga yang sudah siap panen dan yang sudah dikeringkan (untuk mengurangi kadar air yang masih ada pada biomassa) selanjutnya akan diekstraksi maserasi. Pada ekstraksi maserasi ini dilakukan dengan merendam serbuk tanaman makroalga yang telah dihaluskan dengan ukuran kehalusan dan pelarut yang sesuai pada wadah inert yang tertutup rapat dalam jangka waktu tertentu tanpa menggunakan pemanasan atau pada temperatur ruang (Ningtyas, 2013).

Metode maserasi ini dipilih karena memungkinkan terjadinya kontak yang lebih besar antara pelarut dengan minyak yang terkandung dalam makroalga, sehingga akan menghasilkan rendemen yang cukup besar (Widyastuti dan Dewi,

2015). Ekstraksi dengan metode maserasi memiliki kelebihan yaitu terjaminnya zat aktif yang diekstrak tidak rusak (Ningtyas, 2013). Pada proses perendaman sampel akan terjadi perbedaan konsentrasi di dalam dan diluar sel, sehingga akan mempengaruhi pecahnya dinding dan membran sel dengan mudah. Pecahnya dinding dan membran sel ini akan diikuti dengan larutnya zat aktif sesuai dengan kepolaran pelarut yang digunakan (Saputra, 2012). Adapun hal yang perlu diperhatikan dalam pemilihan jenis pelarut adalah daya melarutkan, titik didih, sifat toksik, mudah tidaknya terbakar dan sifat korosif terhadap peralatan ekstraksi (Khasanah, 2018).

Pelarut yang digunakan dalam proses ekstraksi maserasi adalah n-heksana. Pemilihan pelarut n-heksana dalam ekstraksi maserasi yang akan dilakukan tidak lepas dari hasil penelitian sebelumnya. Widyastuti dan Dewi, (2015) melakukan ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella vulgaris* dengan maserasi dan sokhletasi. Dengan pelarut n-heksana. Dari ekstrak tersebut didapatkan rendemen minyak terbanyak pada metode maserasi sebesar 15,775% dengan waktu ekstraksi selama 450 menit. Sedangkan pada metode sokhletasi didapatkan sebesar 6,9%. Wati dan Motto, (2017) dalam penelitiannya menyatakan bahwa ekstrak n-heksana *Chlorella sp.* menghasilkan rendemen yang lebih tinggi yakni 30,14% dibandingkan dengan ekstrak metanol yakni 20,02%. Dengan demikian penggunaan pelarut n-heksana dapat mengekstrak minyak alga lebih baik daripada pelarut metanol. Hal ini didasarkan pada sifat kepolaran minyak akan lebih larut terhadap komponen pelarut yang lebih non polar. Pelarut n-heksana memiliki sifat stabil dan mudah menguap, dengan demikian penggunaan pelarut n-heksana dapat mengekstrak minyak alga

karena n-heksan memiliki kepolaran yang sama dengan kepolaran minyak (prinsip *like dissolves like*) kelarutan ini disebabkan oleh gaya van der Waals antara pelarut dan zat terlarut (Wati dan Motto, 2011).

2.4 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas

Analisis kadar FFA ini digunakan untuk menentukan seberapa banyak ukuran asam mineral dan asam lemak bebas yang terkandung dalam biodiesel (Eka, 2021). Kandungan asam lemak minyak nabati akan menentukan pemilihan reaksi yang digunakan, esterifikasi atau transesterifikasi. Apabila hasil pengujian asam lemak bebas minyak nabati menunjukkan bahwa kandungan yang tinggi ($> 5\%$), maka perlu dilakukan reaksi esterifikasi dan dilanjutkan dengan reaksi transesterifikasi. Namun, apabila kandungan asam lemak bebas dalam minyak nabati rendah ($< 5\%$), maka langsung ditransesterifikasi dengan katalis basa (Tim Penyusun-BTBRD-BPPT, 2020).

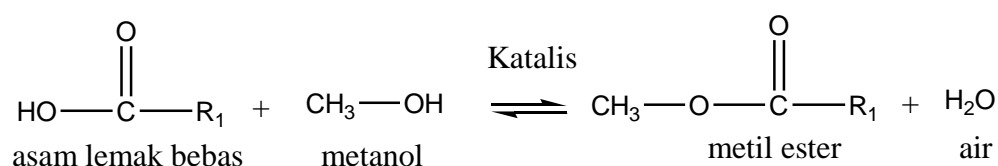
Asam lemak bebas (FFA) merupakan asam lemak yang terpisahkan dari trigliserida, digliserida, monogliserida, dan gliserin bebas. Lipid netrak hasil ekstraksi makroalga *Gracilaria verrucosa* yang terlarut dalam n-heksana dianalisis untuk mengetahui kadar asam lemak bebas yang terkandung didalamnya. Analisis tersebut dilakukan dengan metode titimetri dengan menggunakan indikator PP (*phenolphthalein*). Titik akhir reaksi ditandai oleh perubahan warna yang terjadi akibat penambahan indikator fenolftalein selama reaksi berlangsung antara asam lemak dan KOH, penggunaan indikator PP (*phenolphthalein*) sangat tepat karena memiliki rentang pH sekitar pH titik ekuivalen titrasi. Karena, fenolftalein

merupakan indikator yang bersifat bening dalam larutan bersifat asam (pH rendah) dan berubah menjadi warna merah muda dalam larutan bersifat basa (pH tinggi) (Setiawati dan Edwar, 2012).

2.5 Reaksi Esterifikasi

Proses pembuatan biodiesel dapat dilakukan melalui dua tahap reaksi, yaitu reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi. Menurut Ria (2011), reaksi esterifikasi merupakan reaksi pembentukan ester dari asam organik. Ester sendiri yaitu senyawa hidrokarbon yang tersusun atas dua molekul alkil yang terikat pada gugus karbonil. Ester dapat dibentuk dari reaksi antara asam lemak bebas dengan metanol. Namun, reaksinya akan berjalan sangat lambat sehingga diperlukan suatu katalis untuk mempercepat reaksinya. Katalis yang biasa dipakai adalah suatu asam anorganik seperti HCl, H₂SO₄. Esterifikasi merupakan tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester. Reaksi kimia yang terjadi pada proses esterifikasi adalah:

Reaksi esterifikasi:



Gambar 2.2 Reaksi esterifikasi (Mahfud, 2018).

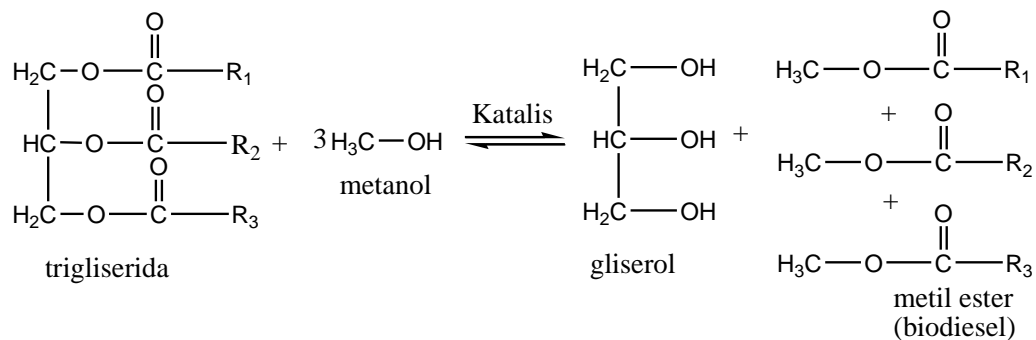
Katalis-katalis yang cocok dalam reaksi esterifikasi ini ialah zat berkarakter asam kuat. Penggunaan asam kuat ini dikarenakan resin penukar kation yang banyak terpilih dalam praktek industrial (Soerawidjaja, 2005). Metode ini efektif

untuk memperoleh bahan baku yang memiliki kandungan asam lemak bebas yang tinggi. Esterifikasi berfungsi untuk menurunkan kandungan asam lemak bebas yang ada pada minyak sehingga nantinya rendemen minyak biodiesel hasil transesterifikasi menjadi lebih maksimal. Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversi menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasa diikuti dengan tahap transesterifikasi (Eka, 2021). Esterifikasi biasanya dilakukan sebelum transesterifikasi jika minyak yang diumpankan mengandung asam lemak bebas tinggi (>1%). Dengan esterifikasi, kandungan asam lemak bebas dapat dihilangkan dan diperoleh tambahan ester. Dalam proses esterifikasi, pereaksinya bukan berasal dari senyawa ester melainkan dari senyawa asam lemak. Esterifikasi umumnya dilakukan dengan pemanasan secara konvensional menggunakan katalis asam pendonor proton serta metanol sebagai jenis alkohol pereaktannya (Ikhwan, 2021).

2.6 Reaksi Transesterifikasi

Menurut musanif (2010), transesterifikasi merupakan reaksi pengganti gugus alkohol dari suatu ester dengan alkohol lain dalam suatu proses yang menyerupai hidrolisis. Namun berbeda dengan hidrolisis, pada proses transesterifikasi reagen yang digunakan bukanlah air melainkan alkohol. Namun, tidak menutup kemungkinan untuk menggunakan jenis alkohol lainnya seperti etanol. Persamaan reaksi yang terjadi pada proses transesterifikasi adalah sebagai berikut:

Reaksi Transesterifikasi:



Gambar 2.3 Reaksi transesterifikasi (Mahfud, 2018).

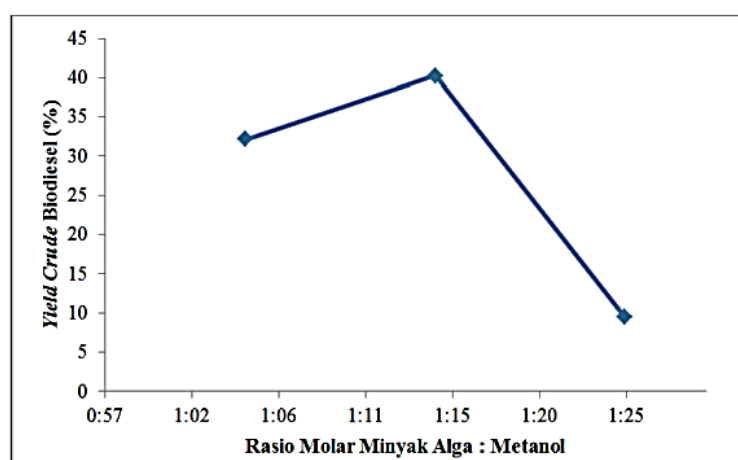
Proses transesterifikasi ini terjadi reaksi antara trigliserida (lemak atau minyak) dengan alkohol untuk membentuk ester dan gliserol. Trigliserida merupakan molekul dengan satu gugus kepala molekul gliserol dan tiga asam lemak terikat pada tiga gugus hidroksil (Agustin dkk., 2020). Pada proses transesterifikasi, keberadaan senyawa alkohol (metanol) berfungsi untuk mengubah kandungan trigliserida pada minyak alga menjadi metil ester, sehingga jumlah metanol harus mencukupi untuk mengkonversi seluruh trigliserida. Hal ini dikarenakan reaksi transesterifikasi termasuk reaksi reversible, sehingga penambahan jumlah metanol diharapkan dapat menekan laju reaksi ke arah produk yaitu biodiesel. Hal ini sesuai dengan masih adanya asam lemak bebas sisa yang tidak bereaksi cenderung dapat menghambat reaksi pembentukan metil ester sehingga hasil kadar FAME yang didapat kecil dan pengaruh penggunaan metanol dalam jumlah yang berlebih dapat menyebabkan reaksi cenderung ke arah produk sehingga konversi FAME semakin besar dan *yield* yang diperoleh pun semakin besar.

Pelarut yang digunakan dalam proses reaksi transesterifikasi adalah metanol. Pemilihan pelarut metanol dalam reaksi transesterifikasi yang akan dilakukan tidak terlepas dari hasil penelitian sebelumnya. Pelarut golongan alkohol

merupakan pelarut yang paling banyak digunakan dalam transesterifikasi karena dinilai ekonomis, viskositas rendah dan rendahnya berat molekul (32.04 g/mol), sehingga membutuhkan waktu reaksi cepat dan memiliki kinerja tinggi (Tshizanga, 2015). Metanol adalah senyawa alkohol berantai karbon pendek dan bersifat polar, sehingga dapat bereaksi lebih cepat dengan asam lemak serta dapat melarutkan semua jenis katalis baik basa maupun asam dan lebih ekonomis (Suleman, dkk., 2019). Metanol lebih disukai karena memiliki reaktivitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan etanol (Wahyuni and Kadarwati, 2011). Selain itu, metanol juga dapat menghambat laju hidrolisis dalam suasana basa karena metanol dalam bentuk ion metoksida bereaksi dengan trigliserida menghasilkan metil ester (Suleman, dkk., 2019).

Septianto, dkk, (2020) melakukan proses reaksi transesterifikasi dari ekstrak *Nannochloropsis sp* dengan pelarut metanol untuk dijadikan biodiesel dengan variabel perbandingan rasio molar minyak mikroalga dan metanol 1:5, 1:15, 1:25 dengan penambahan katalis 5% terhadap minyak mikroalga menghasilkan rasio molar minyak dan metanol yang memiliki *yield* biodiesel tertinggi ialah pada variasi 1:15 sebesar 40,32%. Hal ini menunjukkan bahwa keberadaan senyawa metanol berfungsi untuk mengubah kandungan trigliserida pada minyak makroalga menjadi metil ester, sehingga jumlah metanol harus mencukupi untuk mengkonversi seluruh trigliserida. Sebab, reaksi transesterifikasi termasuk reaksi reversibel, sehingga penambahan jumlah metanol diharapkan dapat menekan laju reaksi ke arah produk yakni metil ester (biodiesel). Hal ini sesuai dengan masih adanya asam lemak bebas sisa yang tidak bereaksi cenderung dapat menghambat reaksi pembentukan metil

ester sehingga hasil kadar FAME yang didapatkan kecil serta pengaruh penggunaan metanol dalam jumlah yang berlebih dapat menyebabkan reaksi cenderung kearah produk. Pada penelitian yang telah dilakukan Septianto, dkk, (2020) pada rasio molar minyak alga dan metanol 1:25 *yield crude* biodiesel yang didapatkan menurun. Hal ini dimungkinkan karena semakin banyak penggunaan metanol maka reaksi akan semakin cepat berlangsung, namun dikarenakan reaksi yang bersifat reversibel maka produk yang sudah terbentuk dapat dimungkinkan kembalikearah reaktan. Grafik hubungan pengaruh variasi molar rasio minyak mikroalga : metanol terhadap hasil minyak alga dapat dilihat pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Grafik hubungan pengaruh variasi molar rasio minyak mikroalga : metanol (Septianto, dkk., 2020)

Tolak ukur keberhasilan atau tidaknya reaksi transesterifikasi dapat kita ketahui dengan pemisahan metil ester (biodiesel) dan lapisan gliserol setelah waktu reaksi selesai, sehingga pada tahap reaksi transesterifikasi ini diperlukan ketelitian yang tinggi, agar biodiesel yang dihasilkan hanya mengandung sedikit senyawa gliserol yang terbawa saat proses penyaringan dengan corong pisah (Mahfud, 2018). Untuk itu, agar mendapatkan hasil ester yang maksimal, reaksi dapat digeser

ke arah pembentukan produk dengan cara menggunakan reaktan (alkohol) berlebih (Habibi, dkk., 2010).

Umumnya, katalis homogen basa seperti NaOH, KOH, NaOCH₃, dan NaOCH₂CH₃ digunakan dalam reaksi transesterifikasi karena konversinya yang tinggi dengan waktu reaksi yang pendek pada kondisi reaksi yang mudah (tidak memerlukan suhu dan tekanan yang tinggi) (Bacovsky, dkk., 2017). Sedangkan reaksi transesterifikasi dengan katalis asam, laju reaksinya lebih lambat dibandingkan dengan katalis basa. Pada penelitian ini menggunakan katalis basa heterogen berupa CaO (kalsium oksida).

Katalis CaO memiliki aktivitas katalisator yang tinggi dan harganya relatif lebih murah. Selain itu juga memiliki sifat kebasaaan yang tinggi, sehingga katalis ini banyak digunakan sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi dalam pembuatan biodiesel. Katalis ini berupa padatan yang nantinya akan mudah diaplikasikan, sebab memiliki pemisahan yang baik pada hasil produk biodiesel hanya dengan penyaringan. Dalam ini kita dapat bertafakur bahwa sesuatu yang berharga murah jika dimanfaatkan dapat menjadi sesuatu yang penting. Hal ini menunjukkan bahwa sesuatu yang tidak terlalu berguna dapat menjadi lebih bermanfaat dengan adanya sebuah pengetahuan. Sebagaimana firman Allah Swt. dalam Q.S al A'la ayat 1-4:

سَبِّحْ اسْمَ رَبِّكَ الْأَعْلَى الَّذِي خَلَقَ فَسَوَّى وَالَّذِي قَدَّرَ فَهَدَى وَالَّذِي أَخْرَجَ الْمَرْعَى

“Sucikanlah nama Tuhanmu Yang Maha Tinggi. Yang menciptakan, dan menyempurnakan (penciptaan-Nya). Dan yang menentukan kadarnya (masing-masing) dan memberi petunjuk, dan yang menumbuhkan rumput-rumputan.” (QS. al A'la: 1-4).

Q.S al A'la ayat 1-4 diatas menjelaskan bahwa Allah Swt. menciptakan segala sesuatu dan menentukan kadarnya sesuai dengan bagian-bagiannya (tafsir Al-Jalalain). Dalam kitab tafsir Ibn Kathir Ayat tersebut juga menjelaskan bahwa Allah Swt. telah menciptakan makhluk dan menyempurnakan setiap makhluk-Nya dalam bentuk yang paling baik sesuai kadar bagi setiap makhluk-Nya serta memberikan mereka petunjuk kepada takdirnya. Hikmah yang dapat diambil dalam ayat ini, bahwasanya Allah Swt. yang menentukan kadar/kandungannya dari berbagai jenis katalis dengan sifat dan kadar yang berbeda sesuai dengan manfaatnya.

Beberapa variabel yang mempengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui transesterifikasi adalah sebagai berikut:

1. Pengaruh air dan asam lemak bebas

Minyak nabati yang akan ditransesterifikasi harus memiliki angka keasaman yang lebih kecil dari 1. Umumnya banyak penelitian menyarankan agar kandungan asam lemak bebas lebih kecil dari 5% (<5%). Selain itu, semua bahan yang akan digunakan harus bebas dari air. Karena air akan bereaksi dengan katalis, sehingga jumlah katalis menjadi berkurang.

2. Pengaruh perbandingan molar alkohol dengan bahan mentah

Penambahan rasio metanol terhadap minyak yang tergantung dari jenis katalis yang digunakan, untuk menjamin reaksi transesterifikasi berlangsung kearah kanan maka perbandingan rasio molar metanol dengan minyak yang digunakan

sebesar 6:1 untuk mendapatkan rendemen ester yang maksimum (Prihanto dan Irawan, 2017).

3. Pengaruh katalis

Katalis berfungsi untuk mengurangi energi aktivasi pada suatu reaksi. Katalis basa akan mempercepat reaksi transesterifikasi bila dibandingkan dengan katalis asam. Katalis basa yang paling banyak digunakan untuk reaksi transesterifikasi adalah natrium hidroksida (NaOH) (Fukuda, dkk., 2011).

4. Pengaruh temperatur

Reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada temperatur titik didih metanol sekitar 65°C. Semakin tinggi temperature, konversi yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat. Menurut Syah (2012), suhu optimal yang dapat menghasilkan *yield* biodiesel sebesar 70,5% yaitu pada suhu 60°C. Sedangkan pada suhu di atas 60°C akan menghasilkan *yield* biodiesel yang cenderung lebih rendah karena pada pemanasan dengan suhu melebihi titik didih metanol (65°C) akan menyebabkan trigliserida tidak dapat terkonversi menjadi biodiesel karena banyak metanol yang menguap.

5. Pengaruh waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi maka akan semakin banyak produk yang dihasilkan. Hal ini disebabkan adanya kesempatan reaktan untuk kontak antar zat (bertumbukan satu sama lain). Namun, jika kesetimbangan telah tercapai, tambahan waktu reaksi dapat mengurangi efektivitas transesterifikasi karena dapat mengakibatkan terjadinya reaksi bolak-balik. Konversi biodiesel optimum pada

proses transesterifikasi dapat dilakukan selama 2 jam, sehingga diperoleh biodiesel sebesar 81,98% (Putri dan Supriyo, 2019).

2.7 Karakteristik Biodiesel

Karakteristik biodiesel dilakukan dengan KG-SM dan lima parameter uji, diantaranya uji titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air.

2.7.1 Analisis FAME dengan KG-SM (Kromatografi Gas - Spektrometri Massa)

FAME atau metil ester yang diperoleh dari percobaan Transesterifikasi Lipida Makroalga dianalisis menggunakan instrument KG-SM (Kromatografi Gas - Spektrometri Massa). Analisis menggunakan KG-SM bertujuan untuk mengukur jenis dan kandungan senyawa dalam suatu sampel baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Instrument ini merupakan penggabungan dari dua alat yaitu kromatografi gas yang berfungsi mendeteksi jenis senyawa tunggal, sedangkan spektroskopi massa yang berfungsi mendeteksi jenis senyawa berdasarkan pola fragmentasinya (Fitriani, 2020). Prinsip kerja KG-MS sendiri yaitu, dimana sampel yang diinjeksikan ke dalam injector (GC) akan diubah menjadi fase uap dan dialirkan melewati kolom kapiler dengan bantuan gas pembawa. Pemisahan senyawa campuran menjadi senyawa tunggal terjadi berdasarkan perbedaan sifat kimia dan waktu yang diperlukan bersifat spesifik untuk masing-masing senyawa. Pendeteksi berlangsung di spektroskopi massa. Komponen yang telah terpisah keluar masuk ke dalam ruang pengion, komponen atau analit akan dibombardir dengan electron berenergi tinggi sehingga menghasilkan ion dengan kelebihan energi (ion radikal)

yang dapat memecah dan tidak dapat memecah menjadi ion positif, negatif, dan pecahan netral. Partikel bermuatan positif menuju tabung analisator dan dibelokkan oleh medan magnet. Hasilnya akan dipresentasikan dengan table atau grafik yang memuat puncak m/z (massa/muatan) dari ion-ion yang intensitasnya tergantung pada kelimpahan relative ion tersebut (Fesseden, 1986). Metode ini merupakan salah satu pemisahan yang juga dapat menganalisis senyawa-senyawa organik maupun anorganik yang bersifat termotabil dan mudah menguap. (Kumalasari, dkk., 2014).

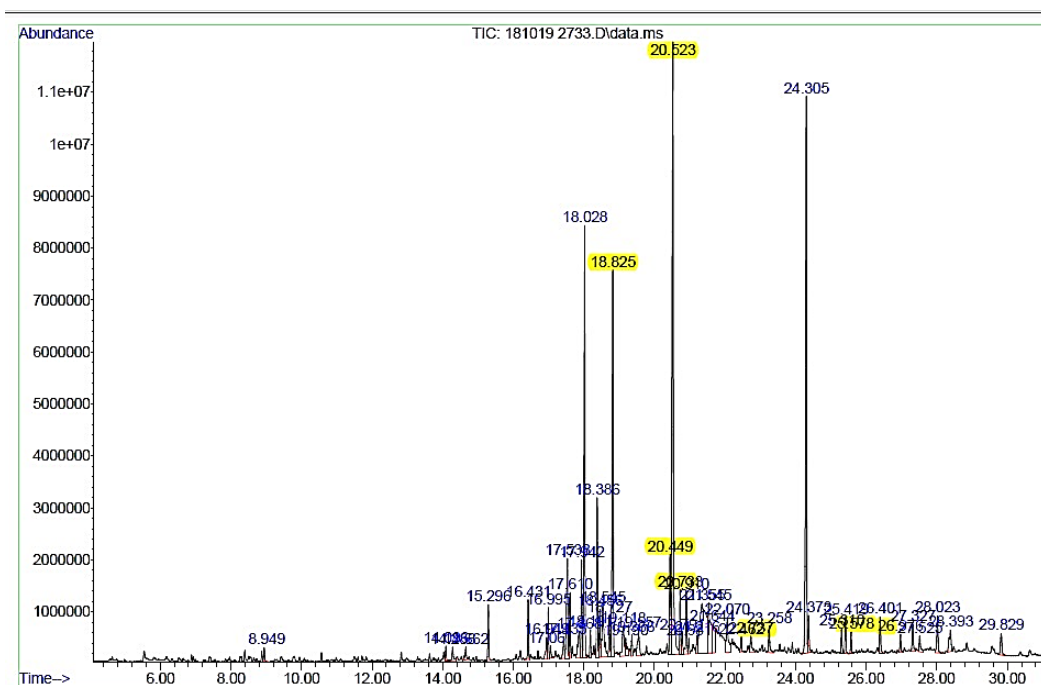
KG-SM biasanya digunakan untuk analisis kualitatif senyawa organik yang pada umumnya bersifat volatile, sehingga produk hasil esterifikasi atau transesterifikasi minyak nabati akan mengubah senyawa-senyawa volatil berupa asam-asam lemak pada minyak menjadi metil esternya. Setiap metil ester dari asam lemak yang bersesuaian akan memiliki karakteristik yang khas dan dapat diidentifikasi melalui hasil fragmentasi (Fitriani, 2020). Kadar suatu senyawa dalam sampel dapat diketahui dengan membandingkan antara luas senyawa dengan jumlah luas sampel, kadar senyawa diberikan dalam bentuk presentase dengan persamaan 2.1 (Gandjar dan Rohman, 2012):

$$\% \text{ komponen} = \frac{\text{luas komponen}}{\text{jumlah luas semua sampel}} \times 100\% \dots\dots\dots(2.1)$$

Spektra massa menunjukkan grafik perbandingan massa fragmen (m/z) dengan kelimpahan relatif pada masing-masing fragmen tersebut berdasarkan kestabilannya. Kestabilan fragmen dipengaruhi oleh kemampuannya untuk

beresonansi. Semakin stabil suatu fragmen maka kelimpahan relatifnya akan semakin tinggi (Supratman, 2010).

Eka (2021), mengkarakterisasi komposisi metil ester (biodiesel) dari mikroalga *Coelastrella sp.* Menggunakan KG-SM menunjukkan bahwa terdapat delapan komposisi metil ester yang terkandung dalam mikroalga *Coelastrella sp.* diantaranya: asam heksanoat, asam laktat, asam pentadekanoat, asam palmitoleat, asam palmitat, asam oleat, asam stearate, dan yang terakhir asam linoleate. Pada puncak dengan waktu retensi 22,1813 menit diidentifikasi sebagai asam lemak dominan dengan luas puncak sebesar 32,7195% yaitu asam oleat. Hasil KG-SM kandungan asam lemak mikroalga *Coelastrella sp.* Dapat dilihat pada Gambar 2.5 dan Tabel 2.5 berikut.



Gambar 2.5 Kromatogram asam lemak mikroalga *Coelastrella sp.*

Tabel 2.4 Komposisi asam lemak mikroalga *Coelastrella sp.*

Puncak	Waktu Retensi (Tr)	Luas Puncak	Nama Senyawa	Rumus Molekul
6	8,078	0,36	Asam Heksanoat	C ₆ H ₁₂ O ₂
7	8,3431	2,6311	Asam Laktat	C ₃ H ₆ O ₃
13	19,6229	0,3985	Asam Pentadekanoat	C ₁₅ H ₃₀ O ₂
14	20,3412	9,4938	Asam Palmitoleat	C ₁₆ H ₃₀ O ₂
15	20,5933	14,1671	Asam Palmitat	C ₁₆ H ₃₂ O ₂
18	22,1813	32,7195	Asam Oleat	C ₁₈ H ₃₄ O ₂
19	22,3955	3,6535	Asam Stearat	C ₁₈ H ₃₆ O ₂
20	22,559	0,96	Asam Linoleat	C ₁₈ H ₃₂ O ₂

2.7.2 Uji Titik Nyala

Sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel, titik nyala dari biodiesel minimal 130°C. Titik nyala didefinisikan sebagai suhu terendah di mana cairan menghasilkan uap yang mudah terbakar yang dapat dinyalakan di udara oleh api di atas permukaannya. Penentuan titik nyala dilakukan untuk mengetahui daya tahan biodiesel terhadap pemanasan. Hal ini berguna untuk keamanan mesin dimana semakin tinggi titik nyala biodiesel maka akan semakin aman untuk digunakan dikarenakan akan meminimalisir terjadinya letupan akibat pemanasan (Wahyuni, 2015). Nilai titik nyala biodiesel dengan saponifikasi lebih tinggi dibandingkan dengan biodiesel tanpa saponifikasi. Hal ini dikarenakan dalam pengujian titik nyala sampel harus dalam keadaan murni dan bersih. Semakin terbebas suatu biodiesel dari asam-asam lemak, maka titik nyalanya akan semakin tinggi (Permana, dkk., 2010). titik nyala yang tinggi akan memudahkan penyimpanan bahan bakar, karena tidak akan mudah terbakar pada temperature ruang (Septianto, 2020).

2.7.3 Uji Densitas

Nilai densitas sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel adalah 850-890 kg/L pada 40°C. Densitas suatu bahan tidak sama pada setiap bagiannya, tergantung pada faktor lingkungan seperti suhu dan tekanan. Satuan densitas adalah kg/m³. Densitas berkaitan dengan nilai kalor dan daya yang dihasilkan nilai kalor yang tinggi. Pengukuran densitas sebuah biodiesel dapat dilakukan dengan menggunakan piknometer ukuran 25 ml dan neraca analitik (Wahyuni, 2015).

2.7.4 Uji Viskositas

Nilai viskositas sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel adalah 2,3-6,0 CSt pada 40°C. viskositas mempunyai peranan penting dalam analisis biodiesel. Viskositas merupakan suatu angka yang menyatakan besarnya perlawanan dari suatu bahan cair untuk mengalir atau ukuran besarnya tahanan geser dari suatu bahan cair. Makin tinggi viskositasnya, makin kental dan semakin sukar mengalir Untuk pengukuran viskositas biodiesel disebut dengan viskositas kinematic (Wahyuni, 2015). Viskositas bahan bakar diesel perlu dibatasi. Viskositas yang terlalu rendah dapat mengakibatkan kebocoran pada pompa injeksi bahan bakar, sedangkan viskositas yang terlalu tinggi dapat mempengaruhi kerja cepat alat injeksi bahan bakar dan mempersulit pengabutan bahan bakar minyak (Septianto, 2020).

2.7.5 Uji Angka Keasaman

Kadar FFA pada biodiesel dapat ditentukan dengan menghitung jumlah FFA dalam biodiesel yang diperoleh. Kadar FFA diperoleh melalui tahap saponifikasi lebih rendah dibandingkan dengan tanpa saponifikasi. Hal ini dikarenakan kandungan asam-asam lemak bebas di dalam sampel minyak telah dibebaskan terlebih dahulu membentuk sabun sehingga menghasilkan kandungan asam lemak yang rendah pada biodiesel yang melalui tahapan saponifikasi (Septianto, 2020).

2.7.6 Uji Kadar Air

Kandungan air yang berlebihan dapat menyebabkan Sebagian reaksi dapat berubah menjadi reaksi sabun atau saponifikasi yang akan menghasilkan sabun, sehingga meningkatkan viskositas, terbentuknya gel dan dapat menyulitkan pemisahan antara gliserol dan Biodiesel (Hadrah, dkk., 2018). 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., 2007).

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Februari-Mei 2023. Pengambilan sampel *Gracilaria verrucosa* dilakukan di Kawasan tambak Tanjungsari, Kecamatan Jabon, Sidoarjo. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Adapun alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini, yaitu gelas beker, gelas ukur, pipet ukur, neraca analitik, labu ukur, kertas saring, cawan porselen, oven, mortar, corong pisah, corong Buchner, spatula, stirrer, shaker, erlenmeyer, *hot plate*, tabung reaksi, pengaduk magnetik, pipet tetes, piknometer, bola hisap, *rotary evaporator*, tabung gelas, bola-bola kecil, *stopwatch*, instrument KG -SM dan seperangkat alat titrasi.

3.2.2 Bahan

Penelitian ini dibutuhkan beberapa bahan seperti bahan utama sebagai sampel yakni makroalga *Gracilaria verrucosa* serta bahan kimia, yakni n-hexana *p.a*, akuades, metanol 98%, indikator *phenolphthalein* (PP), CaO, H₂SO₄, KOH 0,1N, etanol, dan asam asetat.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui potensi dari alga merah *Gracilaria verrucosa* yang dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel serta pengaruh variasi konsentrasi pelarut metanol terhadap biodiesel yang dihasilkan pada reaksi transesterifikasi. Alga merah *Gracilaria verrucosa* diperoleh dari tambak Dusun Tanjungsari, Desa Kupang, Kecamatan Jabon, Sidoarjo berupa sampel basah kemudian dibersihkan dengan dilakukan pencucian dan perendaman air hingga tidak terdapat kotoran, lalu di preparasi di UPT Materia Medica Batu untuk dikeringkan dengan menggunakan oven dan dihaluskan untuk mendapatkan bubuk halus berukuran sekitar 90 mesh. Selanjutnya dilakukan proses ekstraksi maserasi menggunakan pelarut n-Heksana sebanyak 300 mL dengan sampel sebanyak 80 gram (4:15 b/v) selama 24 jam pada suhu kamar sebanyak dua kali pengulangan dengan perlakuan yang sama sampai filtrat yang didapatkan bening dan didapatkan ekstrak kasar *Gracilaria verrucosa*. Setelah itu, filtrat yang diperoleh digabung menjadi satu. Lalu dipekatkan menggunakan *rotary evaporator vacuum* pada suhu 50-60°C untuk memisahkan antara pelarut dan filtrat yang mengandung minyak rumput laut *Gracilaria verucossa*. Setelah didapatkan filtrat yang mengandung minyak alga, kemudian ekstrak pekat ditimbang lalu dihitung nilai rendemen. Hasil ekstraksi (lipid dalam n-heksana) dilakukan uji kadar %FFA untuk menentukan pemilihan reaksi yang digunakan, esterifikasi atau transesterifikasi. Analisis %FFA dilakukan dengan pemanasan filtrat dan titrasi dengan larutan KOH 0,1N hingga berwarna merah muda. Kemudian dihitung % kadar asam lemak bebas. Setelah itu, dilakukan pembuatan biodiesel melalui reaksi

esterifikasi / transesterifikasi. Pada reaksi esterifikasi hasil ekstraksi (lipid dalam heksana) dipanaskan dan diaduk hingga suhu 55-60 °C selama 60 menit. Setelah itu dilakukan pemisahan dengan corong pisah dan didiamkan sampai metil ester dan air terpisah sempurna. Kemudian diambil lapisan atas berupa campuran minyak dan metil ester. Setelah itu, dilakukan reaksi transesterifikasi dengan katalis CaO 5% dan variasi perbandingan rasio molar minyak mikroalga dan metanol, yaitu 1:5; 1:15; dan 1:25 dengan suhu reaksi 60°C selama dua jam. kemudian dipurifikasi dengan cara dipisahkan antara gliserol dan metil esternya menggunakan corong pisah. kemudian pada tahap terakhir diambil trigliserida pada lapisan atas. Selanjutnya, dilakukan netralisasi sebanyak tiga kali menggunakan asam asetat dan air dengan dipanaskan pada suhu 60°C untuk mengambil kembali gliserin yang tersisah dalam metil esternya. Kemudian, dilakukan analisis komposisi kimia biodiesel dengan KG-SM untuk mengkarakterisasi metil ester. Setelah didapatkan % area pada KG-MS data diujikan dengan One Way Anova untuk mengetahui apakah tiap perlakuan variasi menghasilkan pengaruh yang berbeda nyata terhadap hasil *yield* yang terkandung dalam metil ester. Setelah didapatkan biodiesel dengan kandungan yang paling optimal, sampel akan dilakukan pengujian titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air.

Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan faktor perbandingan rasio molar minyak mikroalga dan methanol pada reaksi transesterifikasi sebanyak tiga kali pengulangan, yakni pada rasio 1:5; 1:15; dan 1:25.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut:

1. Preparasi rumput laut *Gracilaria verrucosa*,
2. Ekstraksi lemak dengan metode maserasi
3. Analisis rendemen lemak
4. Uji kadar asam lemak bebas
5. Pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi dan/atau transesterifikasi
6. Pencucian minyak metil ester
7. Uji karakteristik produk metil ester menggunakan KG-SM
8. Analisis data dengan uji Oneway Anova
9. Uji titik nyala produk metil ester
10. Uji densitas produk metil ester
11. Uji viskositas produk metil ester
12. Uji angka keasaman produk metil ester
13. Uji kadar air produk metil ester

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Preparasi Makroalga *Gracilaria verrucosa*

Rumput laut *Gracilaria verrucosa* yang masih dalam keadaan basah dicuci dengan air bersih untuk menghilangkan kadar garam, kerang, pasir, dan zat pengotor lainnya. Pencucian dilakukan berulang hingga semua zat pengotor yang menempel pada makroalga *Gracilaria verrucosa* bersih (Uju, dkk., 2018). Setelah dicuci bersih, Sampel makroalga *Gracilaria verrucosa* dipreparasi di UPT Materia Medika Batu untuk dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 50°C selama

2 hari. Hasil mikroalga yang telah kering dihaluskan dengan blender dan disaring atau diayak untuk mendapatkan tekstur yang halus sampai menjadi bubuk halus berukuran sekitar 90 mesh, kemudian disimpan pada suhu ruang (Kusuma, dkk., 2013).

3.5.2 Ekstraksi Lipid Alga Merah dengan Metode Maserasi

Ekstraksi komponen senyawa aktif dilakukan dengan cara ekstraksi maserasi atau perendaman. Serbuk Makroalga *Gracilaria verrucosa* yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 80 gram. Proses maserasi yang pertama, sampel sebanyak 80 gram dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ditutup dengan alumunium foil, diekstraksi secara maserasi menggunakan pelarut n-heksana *p.a* sebanyak 300 mL (4:15 b/v) selama 24 jam pada suhu kamar kemudian dilakukan pengocokan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 120 rpm (*rotation per minutes*) pada suhu kamar selama 24 jam. Setelah itu, dilakukan penyaringan menggunakan corong Buchner. Residu yang diperoleh dimaserasi kembali menggunakan pelarut yang sama sebanyak dua kali pengulangan dengan perlakuan yang sama sampai filtrat yang didapatkan bening. Setelah itu, dilakukan penyaringan. Filtrat yang diperoleh digabung menjadi satu. Lalu dipekatkan menggunakan *rotary evaporator vacuum* pada suhu 50-60°C untuk memisahkan antara pelarut dan filtrat yang minyak alga. Penggunaan alat ini dipilih karena mampu menguapkan pelarut di bawah titik didih, sehingga zat yang terkandung di dalam minyak tidak rusak karena adanya pemanasan. Setelah didapatkan minyak alga, kemudian ekstrak pekat ditimbang lalu dihitung rendemennya dengan persamaan 3.1 (Widyastuti dan Dewi, 2015).

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{Berat kasar yang diperoleh}}{\text{Berat Sampel}} \times 100 \% \dots\dots\dots (3.1)$$

3.5.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas

Hasil ekstraksi (lipid dalam n-Heksana) dimasukkan dalam erlenmeyer sebanyak 2 gram, selanjutnya ditambahkan 5 mL etanol 98% dan dipanaskan sampai mendidih hingga suhu 40°C kurang lebih selama 10 menit dalam penangas air sambil diaduk. Kemudian, ditambahkan 2 tetes indikator PP serta dititrasi dengan larutan KOH 0,1N hingga berwarna merah muda (konstan selama 10 detik) (Oko, dkk., 2017).

$$\% \text{ Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)} = \frac{V \times N \times 56.1}{1000 \times m} \times 100 \% \dots\dots\dots (3.2)$$

Keterangan:

V = volume KOH untuk titrasi sampel (mL)

N = normalitas larutan KOH

M = bobot contoh (g)

56.1 = bobot molekul KOH

3.5.4 Reaksi Esterifikasi

Poses esterifikasi dilakukan dengan memanaskan dan mengaduk sampel hasil ekstraksi (lipid dalam n-Heksana) sebanyak 85gram ke dalam erlenmeyer hingga mencapai suhu mencapai 55-60 °C dengan *magnetic stirrer* selama 60 menit (Arifin, dkk., 2016). Kemudian sampel dicampur dengan metanol 98% sebanyak 860 mL dan katalis H₂SO₄ 0,5% (b/b) ke dalam gelas beker yang dilengkapi thermostat dengan pengadukan konstan menggunakan *magnetic stirrer* hingga mencapai suhu optimum 60°C. Kemudian, campuran dipanaskan selama dua jam. Setelah itu dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama satu jam,

kemudian pada tahap terakhir diambil metil ester makroalga pada lapisan atas (Oko dan Syahrir, 2017).

3.5.5 Reaksi Transesterifikasi Asam Lemak Bebas Menjadi Metil Ester

Proses transesterifikasi minyak alga 10 mL dan methanol 98% dimasukkan ke dalam labu destilat 500 mL dengan dengan variabel perbandingan rasio molar minyak alga dan metanol, yaitu 1:5; 1:15; dan 1:25 pada suhu reaksi 60°C selama 2 jam dengan katalis CaO 5% w/w dari massa minyak alga *Gracilaria verrucosa*. Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan dimasukkan pelarut metanol dalam Erlenmeyer dengan variasi konsentrasi perbandingan pelarut dan sampel pada *hot plate* dan dipanaskan hingga 60°C dan ditambahkan *stirer* untuk meratakan panas. Kemudian, secara perlahan-lahan, dimasukkan 10 mL minyak alga ke dalam Erlenmeyer dan dikocok serta dibiarkan selama 1 jam. Setelah selesai, didinginkan dan dipisahkan katalis CaO dengan corong Buchner (Septianto, 2020). Hasil produk kemudian dipurifikasi dengan cara dipisahkan antara gliserol dan metil esternya menggunakan corong pisah.

Pendiaman dan pemisahan metil ester (Minyak biodiesel) dengan gliserin dengan proses pendiaman sampai terpisah sempurna selama ± 1 jam (sampai metil ester dan gliserol terpisah sempurna) dalam suhu ruang dengan ditambahkan n-heksana dengan perbandingan 1:1 (v/v), sehingga akan terbentuk 2 lapisan yaitu atas (metil ester) dan bawah (gliserol). Kemudian, gliserin dialirkan dari bagian bawah dari corong pisah, apabila memadat maka dapat dipanaskan kembali. Setelah itu, metil ester yang masih bercampur dengan sisa reaktan dan alkohol akan

dilakukan pencucian menggunakan asam asetat dan dipanaskan pada suhu 60°C selama ± 1 jam untuk mengambil kembali kandungan gliserin yang tertinggal, sehingga diperoleh metil ester dengan kemurnian yang tinggi. Hasil biodiesel dinetralisasi dengan penambahan air dan asam asetat, proses ini bertujuan untuk meminimalkan sabun, hal ini dilakukan karena hasil biodiesel sering tercampur dengan sabun. Pada pencucian pertama, biodiesel ditambahkan dengan air dan sedikit larutan asam asetat dengan perbandingan 2:1. Kemudian diaduk agar terjadi netralisasi dengan ditandai turunnya pH pada minyak alga yakni, pH sekitar 5. Setelah didiamkan antara 1 jam, minyak biodiesel akan terpisah dengan air pencuci, minyak yang telah bersih dialirkan untuk memisahkan dengan air yang mengandung sabun. Proses pencucian ini diulang 2-3 kali tanpa penambahan asam. Pada pencucian ketiga, pH biodiesel hasil pencucian akan netral, kemudian, dilakukan analisis komposisi kimia biodiesel dengan KG-SM untuk semua hasil metil ester dari variasi asam lemak dan metanol. Setelah itu dilakukan pengujian titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air (Widyastuti dan Dewi, 2015). Penentuan %*yield* biodiesel:

$$\%yield = \frac{\text{Massa Biodiesel yang diperoleh}}{\text{Massa minyak total}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.3)$$

3.5.6 Uji Karakteristik Hasil Biodiesel

Produk biodiesel yang sudah dihasilkan akan dilakukan analisis karakteristik melalui uji laboratorium sesuai dengan SOP (*standar operasional prosedur*). Karakterisasi sifat fisika-kimia lipid mentah yang dilakukan pada alga merah *Gracilaria verrucosa*, meliputi titik nyala, densitas, viskositas, angka

keasaman, dan kadar air. Sedangkan identifikasi metil ester hasil sintesis biodiesel, dianalisis dengan KG-MS untuk memastikan hasil yang diperoleh benar merupakan metil ester (biodiesel) (Huda, 2017).

3.5.6.1 Identifikasi senyawa biodiesel dengan kromatografi gas-spektroskopi massa (KG-SM)

Identifikasi produk yang diperoleh dari percobaan transesterifikasi lipid makroalga dengan variasi perbandingan asam lemak terhadap metanol akan dianalisis dengan instrument KG-SM untuk memastikan produk optimum dari hasil reaksi transesterifikasi dengan variasi perbandingan konsentrasi asam lemak terhadap metanol. Huda, (2017) menyatakan bahwa data proses analisis sampel biodiesel dengan KG-SM nantinya akan menentukan dugaan kelimpahan asam lemak yang paling tinggi, dimana hal tersebut dihasilkan berdasarkan peak-peak (puncak-puncak) pada kromatogram sampel biodiesel yang didapatkan pada hasil transesterifikasi. Dalam analisis produk transesterifikasi, identifikasi kualitatif dilakukan menggunakan instrument KG untuk menentukan kondisi optimal dari variasi rasio molar antara pelarut dan asam lemak melalui interpretasi kelimpahan senyawa metil ester yang terbaca dalam puncak kromatogram dan analisis instrument KG-MS pada hasil optimal yang diinterpretasikan melalui hasil KG untuk memvalidasi keberadaan senyawa metil ester dalam produk biodiesel. Analisa tersebut dilakukan dengan kolaborasi antara Politeknik Negeri Malang, yang menggunakan instrument KG dan Balai Penelitian Aneka Kacang dan Ubi (BALITKABI) Kabupaten Malang, yang menggunakan instrument KG-SM.

Adapun tahapan kerja yang dilakukan pada instrument KG yakni, sebanyak 0,5 μ L sampel tanpa derivatisasi diinjeksikan ke dalam sistem KG (*GC_FID*) dalam mode split less. Kolom kapiler TG-5MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m, *Thermo Scientific*) dipasang pada perangkat KG, dengan suhu kolom awal diatur pada 50°C selama 2 menit. Kemudian, suhu ditingkatkan sebesar 5°C per menit hingga mencapai 100°C dan dipertahankan selama 10 menit, kemudian ditingkatkan lagi sebesar 10°C per menit hingga mencapai 200°C dan dipertahankan selama 10 menit. Akhirnya, suhu ditingkatkan sebesar 15°C per menit hingga mencapai 240°C dan dipertahankan selama 5 menit. Gas pembawa helium yang digunakan dengan laju aliran sebesar 1 mL per menit selama proses pemisahan senyawa.

Sedangkan tahapan kerja yang dilakukan pada instrument KG-SM yakni, sebanyak 1 μ L sampel tanpa derivatisasi diinjeksikan ke dalam sistem KG-SM (*Thermo Scientific ISQ LT* dilengkapi dengan *autosampler TriPlus RSH*) dalam mode split less. Kolom kapiler TG-5MS (30 m x 0,25 mm x 0,25 μ m, *Thermo Scientific*) dipasang pada perangkat KG, dengan suhu kolom awal diatur pada 50°C selama 2 menit. Kemudian, suhu ditingkatkan sebesar 5°C per menit hingga mencapai 150°C dan dipertahankan selama 10 menit, kemudian ditingkatkan lagi sebesar 10°C per menit hingga mencapai 200°C dan dipertahankan selama 5 menit. Akhirnya, suhu ditingkatkan sebesar 15°C per menit hingga mencapai 320°C dan dipertahankan selama 5 menit. Gas pembawa hidrogen yang digunakan dihasilkan oleh generator hidrogen (*Thermo Scientific*) dengan laju aliran sebesar 1 mL per menit selama proses pemisahan senyawa. Suhu pada injektor dan transferline diatur pada 200°C dan 320°C masing-masing. Untuk identifikasi senyawa, spektrum

massa yang diperoleh dari ekstrak sampel dibandingkan dengan perpustakaan spektrum massa dari National Institute of Standard and Technology (versi 2.2) dan edisi ke-10 Wiley. Senyawa-senyawa yang tercantum adalah senyawa-senyawa jenis metil ester ditandai dengan adanya puncak-puncak senyawa ester yang muncul dengan puncak tajam dan waktu retensi yang berbeda-beda yang akan menunjukkan kelimpahan metil ester yang teridentifikasi (Yusnawan dan Inayati, 2018).

Kadar suatu senyawa dalam sampel sapat diketahui dengan membandingkan antara luas senyawa dengan jumlah luas sampel, kadar senyawa diberikan dalam bentuk presentase dengan persamaan 2.1 (Gandjar dan Rohman, 2012):

$$\% \text{ komponen} = \frac{\text{luas komponen}}{\text{jumlah luas semua sampel}} \times 100\% \dots\dots\dots(2.1)$$

Data yang dianalisis adalah konsentrasi produk yang dihasilkan dari nilai % area di dalam KG-SM dengan menggunakan uji varian One Way ANOVA untuk mengetahui apakah variasi pebandingan konsentrasi minyak alga terhadap pelarut metanol memiliki pengaruh dalam hasil *yield* yang terkandung dalam metil ester. Jika dari hasil analisis menunjukkan pengaruh yang berbeda nyata atau berbeda sangat nyata maka akan dilakukan uji lanjut. Sedangkan untuk analisis karakteistik akan dibandingkan dengan standar baku mutu biodiesel yang merujuk pada SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019.

Tabel 3.1 Rancangan Penelitian Analisis One Way ANOVA

Perlakuan Perbandingan Konsentrasi Asam Lemak : Metanol	Persentase asam lemak yang dihasilkan		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
R1 (1:5)			
R2 (1:15)			
R3 (1:25)			

Keterangan:

R1 : Rasio Perbandingan (1:5)

R2 : Rasio Perbandingan (1:15)

R3 : Rasio Perbandingan (1:25)

3.5.6.2 Karakterisasi Produk Metil Ester

Uji ini dilakukan pada produk metil ester (biodiesel) hasil karakterisasi KG-SM yang paling optimal.

3.5.6.2.1 Uji titik nyala (*flash point*) Produk Metil Ester

Identifikasi titik nyala produk hasil biodiesel dari *Gracilaria verrucosa* dilakukan dengan diletakkan minyak alga ke dalam cawan terbuka sebanyak 15 ml dan diletakkan thermometer dalam cawan tersebut. Kemudian, dipanaskan menggunakan *hot plate*. Sampel diuji dengan sebuah nyala api (*flame*) didekatkan di atas permukaan sampel uji hingga uap sampel uji menyambar *flame*. Pemantik *flame* berupa batang lidi yang dibakar atau pemantik yang lain. Titik nyala adalah suhu terendah yang menyebabkan uap sampel uji menyambar, pada suhu tersebut dicatat sebagai titik nyala dari sampel uji (Falah, 2018).

3.5.6.2.2 Uji Densitas Produk Metil Ester

Pengujian Densitas dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. Identifikasi densitas hasil biodiesel dari *Gracilaria verrucosa* diukur dalam gelas piknometer dengan volume tertentu (Huda, 2017). Piknometer yang akan digunakan dibersihkan dengan akuades dan alkohol. kemudian dan dikeringkan didalam oven selama lima menit. Setelah itu dimasukkan ke dalam desikator selama sepuluh menit, lalu ditimbang piknometer tersebut hingga diperoleh massa tetap. Piknometer dengan volume 10 ml diisi dengan sampel biodiesel. Setelah sampel dimasukkan dalam piknometer, bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang hingga diperoleh massa yang tetap. Massa jenis atau densitas dicari dengan dihitung densitas dengan massa sampel per volume (Permana, dkk., 2020).

$$\rho = \frac{W_t - W}{v} \text{ (kg/m}^3\text{)} \dots\dots\dots (3.1)$$

keterangan:

- ρ = berat jenis (kg/m³)
- W_t = massa sampel ditambah piknometer(kg)
- W = massa piknometer
- v = volume biodiesel(m³)

3.5.6.2.3 Uji Viskositas Produk Metil Ester

Pengujian viskositas dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. Identifikasi viskositas biodiesel hasil sintesis diukur berdasarkan hukum Poiseuille menggunakan alat Viskometer Oswald. Penetapan penggunaan metode ini dilakukan dengan mengukur waktu yang diperlukan untuk mengalirkan cairan dalam pipa kapiler pada Viskometer Oswald. Penggunaan alat ini yakni dengan

sejumlah cairan yang akan diukur viskositasnya dimasukkan ke dalam Viskometer Oswald melalui tabung sebanyak 5 ml. Kemudian, cairan dihisap dengan bola hisap pada sisi lain tabung sampai pada tanda batas pada Viskometer, setelah itu cairan dibiarkan mengalir melalui batas atas pada tabung. Saat proses mengalirnya cairan dari batas atas ini lah stopwatch dioperasikan dan dimatikan saat cairan melewati batas bawah. Kemudian, waktu yang diperlukan cairan untuk melewati batas atas ke batas bawah ini dicatat.

$$\eta = \eta_0 \frac{\rho t}{\rho_0 t_0} \dots \dots \dots (3.2)$$

Keterangan:

- η = Viskositas cairan sampel (N/m^3)
- η = Viskositas cairan pembanding (N/m^3)
- t = waktu aliran cairan sampel (s)
- t_0 = waktu aliran cairan pembanding (s)
- ρ = densitas cairan sampel (kg/m^3)
- ρ_0 = densitas cairan pembanding (kg/m^3)

3.5.6.2.4 Uji Kadar Asam Lemak Bebas Produk Metil Ester

Identifikasi kadar asam lemak bebas biodiesel dilakukan dengan ditimbang sebanyak 2gram dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer. Kemudian, ditambahkan 5 mL metanol 98% dan dipanaskan sampai mendidih hingga suhu 40°C kurang lebih selama 10 menit dalam penangas air sambal diaduk. Kemudian, ditambahkan 2 tetes indikator PP serta dititiasi dengan larutan KOH 0,1N hingga berwarna merah muda (konstan selama 10 detik) (Oko, dkk., 2017).

$$\% \text{ Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)} = \frac{V \times N \times 56.1}{1000 \times m} \times 100 \% \dots \dots \dots (3.3)$$

Keterangan:

- V = volume KOH untuk titrasi sampel (mL)

N = normalitas larutan KOH
 M = bobot contoh (g)
 56.1 = bobot molekul KOH

3.5.6.2.5 Uji Kadar Air Produk Metil Ester

Pengukuran kadar air dilakukan dengan disterilkan cawan porselen dalam oven selama 60 menit dengan suhu 105⁰C. selanjutnya, didinginkan selama 30 menit dalam desikator dan ditimbang hingga berat konstan, kemudian ditimbang sebanyak 0,1gram agar dan dimasukkan ke dalam cawan porselen. Selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 105⁰C selama 15 menit. Lalu, didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang hingga berat konstan. Analisis kadar air agar ditentukan menggunakan persamaan 3.2 (Kuseman, dkk., 2017).

$$\text{Kadar air} = \frac{(B-C)}{(B-A)} \times 100\% \dots\dots\dots(3.4)$$

Keterangan:

A = Berat kering cawan (g)

B = Berat kering cawan dan sampel awal (g)

C = Berat kering cawan dan sampel setelah dikeringkan (g)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Makroalga *Gracilaria verrucosa*

Preparasi diawali dengan pencucian sampel yang bertujuan untuk meminimalkan adanya kontaminan dan mencapai kondisi standar layak uji. Setelah dicuci bersih, sampel makroalga *Gracilaria verrucosa* dikeringkan menggunakan oven, proses pengeringan dengan oven dipilih karena dapat meminimalisir pertumbuhan jamur dalam sampel dan menghindari kerusakan bahan aktif akibat sinar ultraviolet (Winangsih, dkk., 2013). Serbuk halus dari sampel kemudian diayak untuk mendapatkan tekstur yang halus dan memperluas permukaan sampel. Tujuan dari penghalusan ini adalah untuk mempermudah penetrasi pelarut ke dalam sampel (Tambun, dkk., 2016). Hasil preparasi sampel makroalga *Gracilaria verrucosa* didapatkan serbuk halus berwarna hijau kecoklatan dan beraroma khas rumput laut dengan massa sampel sebesar 1,30 kg dari berat sampel bersih 11,09 kg, sehingga diperoleh rendemen hasil preparasi sebesar 11,72% dari sampel awal (Lampiran 3.4).

4.2 Ekstraksi Lipid Makroalga *Gracilaria verrucosa*

Dalam penelitian ini, senyawa target diambil dari sampel *Gracilaria verrucosa* melalui proses ekstraksi lipid dengan metode maserasi. Pada proses perendaman sampel akan terjadi perbedaan konsentrasi di dalam dan di luar sel, sehingga akan mempengaruhi pecahnya dinding dan membran sel dengan mudah. Pecahnya dinding dan membran sel ini akan diikuti dengan larutnya zat aktif sesuai dengan kepolaran pelarut yang digunakan. Dengan demikian terjadinya kontak yang lebih

besar antara pelarut dengan senyawa target akan menghasilkan rendemen yang cukup besar (Widyastuti dan Dewi, 2015). Ekstraksi maserasi makroalga *Gracilaria verrucosa* dilakukan dengan pelarut n-heksana yang merupakan pelarut non-polar. Pemilihan n-heksana bertujuan untuk memaksimalkan proses ekstraksi, sebab senyawa target pada sampel bersifat hidrofobik yang mudah larut dalam pelarut non-polar. Larutnya senyawa metabolit primer ke dalam pelarut n-heksana terindikasi oleh perubahan warna pelarut menjadi bening kehijauan dan residu yang tersisa. Proses ekstraksi dilakukan dengan pengulangan sebanyak tiga kali, teridentifikasi dari penurunan intensitas warna hijau pada filtrat. Hal ini mengimplikasikan bahwa senyawa aktif telah berhasil diekstraksi secara maksimal oleh pelarut n-heksana. Hasil ekstrak makroalga *Gracilaria verrucosa* menghasilkan cairan berwarna hijau tua dan beraroma khas rumput laut dan sedikit n-heksana dengan massa ekstrak minyak yang terkumpul setelah proses pemekatan tercatat sebesar 193,4856 gram dan rendemen sebesar 28,67% (Lampiran 3.5).

4.3 Analisis Kadar FFA (*Free Fatty Acid*) Hasil Ekstraksi

Asam lemak bebas adalah asam lemak yang terpisah dari trigliserida, digliserida, monogliserida, dan gliserol bebas. Analisis kandungan lipid pada makroalga *Gracilaria verrucosa* yang terlarut dalam pelarut n-heksana bertujuan untuk mengetahui kadar asam lemak bebas yang ada dalam sampel, serta memilih metode reaksi yang tepat dalam proses pembuatan biodiesel, antara reaksi esterifikasi sebagai langkah awal atau langsung menggunakan reaksi transesterifikasi. Analisis dilakukan dengan metode titrimetri dengan menentukan

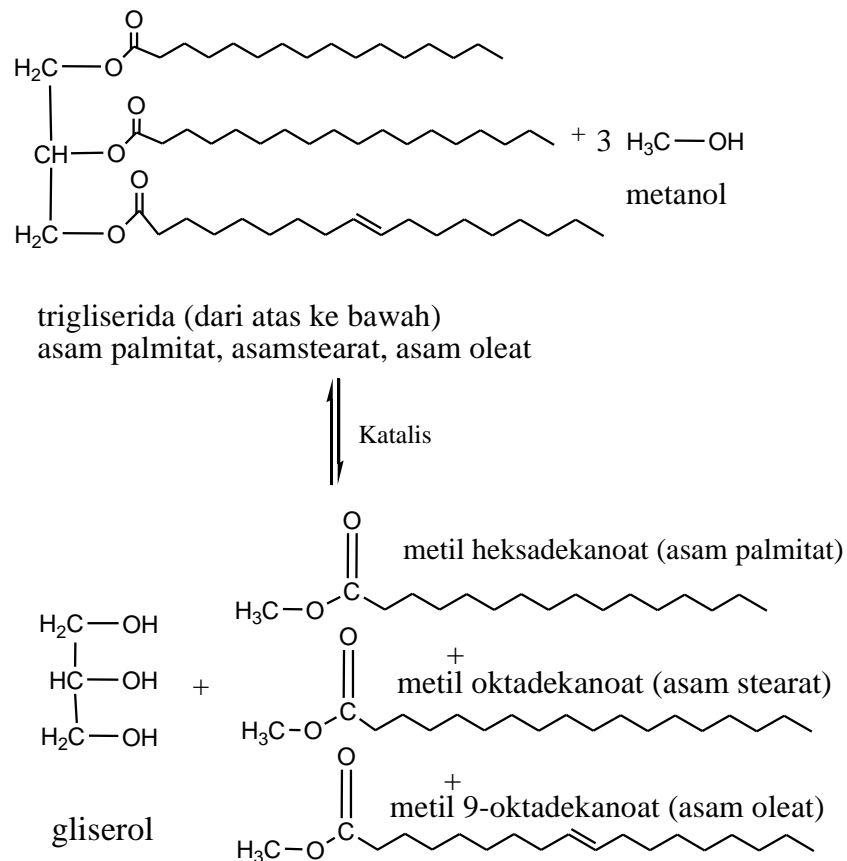
konsentrasi suatu senyawa dalam suatu larutan dengan menambahkan larutan reagen yang diketahui konsentrasinya hingga mencapai titik akhir reaksi. Sampel ekstrak makroalga yang diduga mengandung asam lemak perlu diemulsi dengan reagen berupa etanol agar asam lemak dapat bereaksi dengan larutan reagen KOH. Titik akhir reaksi ditandai oleh perubahan warna yang terjadi akibat penambahan indikator fenolftalein selama proses reaksi berlangsung antara asam lemak dan KOH.

Hasil analisis menunjukkan adanya perubahan warna bening menjadi merah muda pada larutan asam lemak seiring penambahan reagen KOH. Perubahan warna ini menandakan bahwa semua kandungan asam lemak dalam sampel telah bereaksi dengan KOH dan reaksi titrasi telah mencapai titik akhir. Kadar FFA yang didapatkan dari ekstrak makroalga *Gracilaria verrucosa* sebesar 0,028%, yang mengindikasikan bahwa kandungan asam lemak bebas dalam minyak makroalga termasuk rendah (<5%), sehingga proses transesterifikasi dianggap sudah cukup dalam produksi biodiesel.

4.4 Reaksi Transesterifikasi

Kadar FFA yang diperoleh tergolong rendah, yakni sebesar 0,028%. Oleh karena itu, proses pembentukan biodiesel dapat dijalankan melalui reaksi transesterifikasi tanpa memerlukan tahap *pre-treatment*, mengingat kadar FFA dalam ekstrak makroalga ini terbilang rendah. Hasil produk reaksi transesterifikasi, setelah mencapai waktu reaksi yang ditentukan, berupa cairan berwarna kuning bening dimana sebelum proses transesterifikasi, sampel berbentuk cairan berwarna

hijau tua (Gambar 4.3). Reaksi transesterifikasi ekstrak makroalga *Gracilaria verrucosa* menggunakan metanol sebagai alkohol pilihan dalam proses pembentukan biodiesel. Adapun reaksi transesterifikasi pada produk biodiesel dijelaskan sebagai berikut:



Gambar 4.1. Dugaan Reaksi Transesterifikasi (Mahfud, 2018).



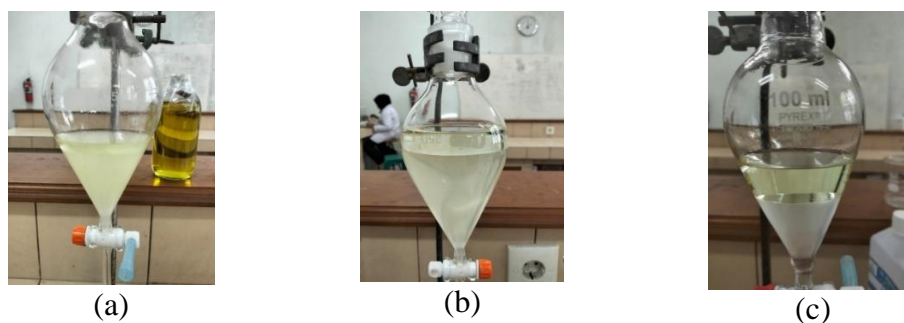
(a)



(b)

Gambar 4.2. (a) produk hasil ekstraksi, (b) produk hasil reaksi transesterifikasi

Hasil produk reaksi transesterifikasi membentuk lapisan menjadi dua fase, dimana fase atas berupa produk biodiesel. Sedangkan fase berupa gliserol, sisa metanol, dan katalis. Pembentukan lapisan ini muncul akibat adanya perbedaan dalam massa jenis, di mana massa jenis biodiesel lebih rendah jika dibandingkan dengan massa jenis gliserol, yaitu $850\text{-}890\text{ kg/m}^3$ untuk biodiesel dan 1260 kg/m^3 untuk gliserol. Hasil produk yang terdapat di lapisan atas selanjutnya dikenai proses pencucian menggunakan aquades panas dan asam asetat glasial dengan perbandingan (2:1) terhadap aquades, bertujuan untuk menghilangkan produk samping dari proses transesterifikasi, yaitu gliserol, sisa metanol, dan katalis.



Gambar 4.3 (a) Proses pemisahan Biodiesel (b) Proses pencucian dengan Aquades (c) proses pencucian dengan asam asetat.

Massa produk yang dihasilkan melalui proses transesterifikasi dan tahap purifikasi/pencucian dari asam lemak makroalga *Gracilaria verrucosa* menunjukkan hasil paling optimal pada perbandingan 1:15, dengan rata-rata massa produk mencapai 51,085 gram (Tabel 4.1). Besaran massa produk metil ester ditentukan berdasarkan persentase luas area metil ester yang teridentifikasi dari hasil kromatogram pada instrumen KG-SM. Hasil ini (rasio molar 1:15) menggambarkan bahwa dalam proses transesterifikasi, pelarut metanol berperan penting dalam mengubah trigliserida pada asam lemak makroalga menjadi metil

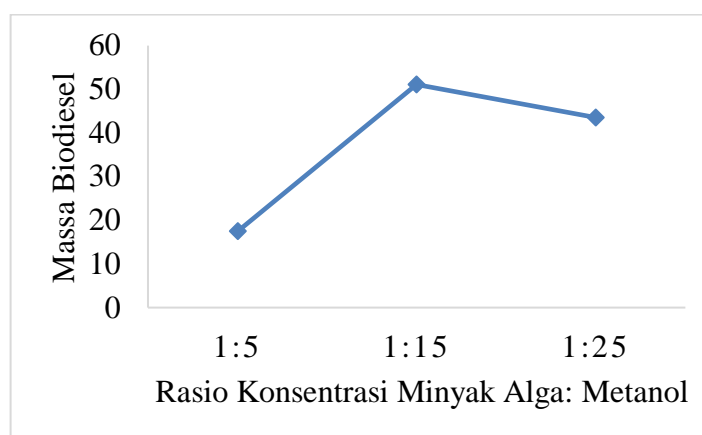
ester. Oleh karena itu, jumlah metanol yang digunakan harus memadai untuk mengalami konversi penuh terhadap trigliserida. Hal ini penting karena reaksi transesterifikasi bersifat reversibel, sehingga penambahan metanol secara cukup dapat mengendalikan arah reaksi menuju produk, yaitu biodiesel. Pernyataan ini sejalan dengan keberadaan sisa asam lemak bebas yang belum bereaksi, dimana dalam beberapa kasus dapat menjadi penghambat terhadap pembentukan metil ester, yang akan mengakibatkan rendahnya kadar pada produk metil ester. Selain itu, penggunaan metanol dalam jumlah berlebih juga dapat memicu reaksi berbalik menuju reaktan (Azis, dkk., 2020). Dalam konteks penelitian ini, saat rasio molar asam lemak dan metanol 1:25, massa produk biodiesel mengalami penurunan. Kemungkinan penyebabnya adalah semakin banyaknya metanol yang digunakan akan mempercepat kecepatan reaksi. Namun, mengingat sifat reversibel dari reaksi tersebut, produk yang telah terbentuk mungkin akan kembali ke bentuk reaktan.

Analisis One Way ANOVA digunakan untuk mengetahui signifikansi variasi perbandingan molar asam lemak dan metanol terhadap jumlah massa biodiesel yang dihasilkan. Hasil analisis menunjukkan adanya pengaruh yang signifikan dari variasi perbandingan molar asam lemak dengan pelarut metanol terhadap jumlah metil ester yang dihasilkan. Hal ini terlihat dari hasil uji F, di mana nilai $F_{hitung} (79,10) > F_{tabel} (5,14)$, serta nilai probabilitas sig. yang diperoleh (0,000) lebih kecil dari tingkat signifikansi (0,050). Oleh karena itu, hipotesis H_0 ditolak dan H_1 diterima. Kesimpulannya, variasi dalam perbandingan konsentrasi asam lemak dan metanol memiliki pengaruh yang signifikan terhadap persentase asam lemak yang dihasilkan.

Tabel 4.1 Rata-rata massa produk biodiesel dari perbandingan rasio molar asam lemak dan metanol yang berbeda

Perlakuan Perbandingan Molar Asam Lemak: Metanol	Massa Metil Ester yang Dihasilkan (gram)			Rata-rata (gram)
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3	
1:5	13,8970	19,6666	18,7720	17,4452 ^a
1:15	53,3679	46,4422	46,8571	51,0845 ^b
1:25	46,8571	43,1236	40,6878	43,5561 ^b

Keterangan: Notasi yang berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya perbedaan yang nyata ($p < 0,05$).



Gambar 4.4 Grafik Hubungan Variasi Rasio Molar Asam Lemak : Metanol terhadap Massa Biodiesel

Temuan dari penelitian ini menggambarkan kesamaan dengan penelitian yang dilakukan oleh Septianto, dkk (2020), di mana produksi biodiesel dari mikroalga *Nannochloropsis sp.* menggunakan katalis heterogen CaO dalam berbagai rasio perbandingan antara minyak alga dan metanol menghasilkan yield biodiesel mentah (*crude biodiesel*) paling tinggi pada rasio 1:15, mencapai 40,32%. Sementara itu, pada rasio 1:5 dan 1:25, yield biodiesel mentah yang dihasilkan adalah 35,95% dan 5,55%.

Konsentrasi metil ester yang tercapai cenderung meningkat sejalan dengan peningkatan jumlah metanol yang memadai untuk mengubah seluruh trigliserida

dalam sampel menjadi metil ester. Fenomena ini juga mengindikasikan percepatan laju reaksi. Dalam konteks ini, tambahan metanol diharapkan dapat mengendalikan kecepatan reaksi menuju produk, yakni biodiesel. Meski demikian, perlu dicatat bahwa ketika jumlah metanol yang digunakan semakin tinggi, mungkin saja produk biodiesel yang telah terbentuk dapat kembali berubah ke bentuk reaktan karena sifat reversibel dari reaksi tersebut.

4.5 Analisis Hasil KG-SM

Analisis karakteristik metil ester dalam produk biodiesel bertujuan untuk mengevaluasi kualitas biodiesel yang dihasilkan. Metode KG-SM digunakan untuk mengidentifikasi berbagai senyawa yang terdapat dalam produk biodiesel berdasarkan puncak kromatogram. Dalam konteks analisis ini, senyawa yang akan diidentifikasi ialah kelimpahan senyawa metil ester yang diinterpretasikan melalui puncak kromatogram produk transesterifikasi berdasarkan variasi molar metil ester dan metanol. Hasil produk metil ester yang memiliki kelimpahan signifikan akan diuji dengan berbagai parameter karakteristik biodiesel, meliputi: viskositas, densitas, kadar FFA, kadar air, dan titik nyala. Gambaran hasil analisis KG biodiesel yang melibatkan katalis CaO 5% ditampilkan pada Tabel 4.2 dan 4.3 serta Gambar Kromatogram pada Lampiran 5.

Analisis One Way ANOVA digunakan untuk mengetahui signifikansi variasi perbandingan molar asam lemak dan metanol terhadap jumlah metil ester yang dihasilkan. Jumlah metil ester ditentukan berdasarkan % area metil ester dari puncak kromatogram. Hasil analisis (Tabel 4.3) menunjukkan adanya pengaruh

yang signifikan dari variasi perbandingan molar asam lemak dengan pelarut metanol terhadap jumlah metil ester yang dihasilkan. Hal ini terlihat dari hasil uji F, di mana nilai $F_{hitung} (36,15) > F_{tabel} (5,14)$, serta nilai probabilitas sig. yang diperoleh (0,000) lebih kecil dari tingkat signifikansi (0,050). Oleh karena itu, hipotesis H_0 ditolak dan H_1 diterima. Kesimpulannya, variasi dalam perbandingan konsentrasi asam lemak dan metanol memiliki pengaruh yang signifikan terhadap persentase asam lemak yang dihasilkan.

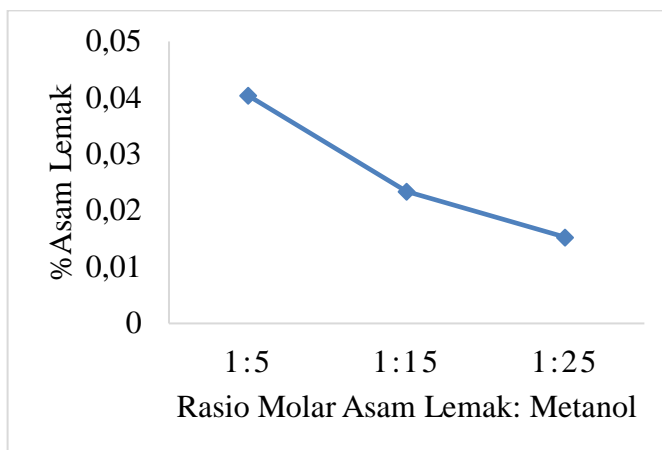
Tabel 4.2 Interpretasi Hasil Kromatogram (%Area) Produk Biodiesel berdasarkan Variasi Rasio Molar Metil Ester dan Metanol

Rasio	Waktu Retensi	
	(min)	% Area
1:5 (1)	17,238	0,0359
1:5 (2)	17,238	0,0389
1:5 (3)	17,240	0,0463
1:15 (1)	17,227	0,0224
1:15 (2)	17,230	0,0270
1:15 (3)	17,223	0,0207
1:25 (1)	17,240	0,0157
1:25 (2)	17,228	0,0140
1:25 (3)	17,227	0,0163

Tabel 4.3 Rata-rata Persentase Metil ester dari Perbandingan Molar metil ester dan Metanol yang Berbeda

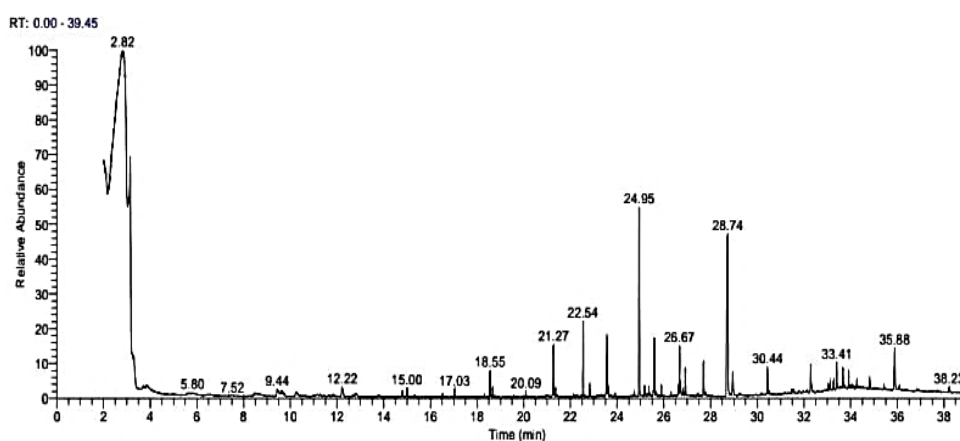
Perlakuan Perbandingan Konsentrasi Asam Lemak : Metanol	Persentase asam lemak yang dihasilkan (%)			Rata-rata (%)
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3	
R1 (1:5)	0,0359	0,0389	0,0463	0,040367 ^a
R2 (1:15)	0,0224	0,0270	0,0207	0,023367 ^b
R3 (1:25)	0,0157	0,0140	0,0163	0,015333 ^b

Keterangan: Notasi yang berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya perbedaan yang nyata ($p < 0,05$).



Gambar 4.5 Grafik Hubungan Variasi Rasio Molar Asam Lemak : Metanol terhadap % Metil ester

Berdasarkan Tabel 4.3 dan Grafik 4.5 dapat diamati bahwa kadar metil ester yang diperoleh cenderung rendah berkisar antara 0,0153 hingga 0,0404%, dengan proses transesterifikasi berlangsung selama 2 jam dan pada suhu 60°C. persentase asam lemak tertinggi diperoleh dari ekstrak rumput laut pada perlakuan perbandingan molar asam lemak dan metanol (1:5) mencapai 0,0404%. Hasil tertinggi ini dihasilkan dari penggunaan sampel sebanyak 10 mL dan metanol 50 mL. Gambaran hasil analisis KG -SM pada rasio 1:5 ditampilkan pada Gambar 4.6 dan Tabel 4.4.



Gambar 4.6 Kromatogram Produk Biodiesel Makroalga pada rasio 1:5.

Tabel 4.4 Kandungan Senyawa Produk Biodiesel Makroalga

No	Waktu retensi	Luas puncak %	Nama senyawa	Rumus molekul	Berat molekul
JENUH					
1.	24,95	5,72	Metil Heksadekanat (asam palmitat)	$C_{17}H_{34}O_2$	270
2.	26,93	0,72	Metil Oktadekanat (asam stearat)	$C_{19}H_{38}O_2$	298
3.	26,93	0,72	Metil Stearat (asam stearat)	$C_{19}H_{38}O_2$	298
TAK JENUH					
1.	26,67	1,80	Metil 9-Oktadekanat (asam oleat)	$C_{19}H_{36}O_2$	296
2.	26,67	1,80	Metil 11-Oktadekanat (asam oleat)	$C_{19}H_{36}O_2$	296
3.	28,73	8,66	Metil 5,8,11,14-Eikosapentaenoat (asam arakidonat)	$C_{21}H_{34}O_2$	318

Berdasarkan kromatogram KG tersebut, dapat diidentifikasi bahwa senyawa metil ester muncul pada rentang waktu retensi 20-36. Jumlah puncak yang terbentuk mencerminkan adanya kontaminan dalam biodiesel yang diperoleh, seperti gliserol, metanol, dan lainnya. Kandungan metil ester dalam hasil biodiesel ternyata cukup rendah, terlihat dari persentase yang terbentuk, yaitu sebesar 23,23% (Lampiran 5).

Perbedaan waktu retensi antara berbagai senyawa metil ester yang teridentifikasi disebabkan oleh variasi dalam distribusi di antara fase diam dan fase gerak. Perbedaan ini muncul dari struktur molekul, di mana panjang ikatan karbon dalam suatu senyawa berkaitan dengan titik didihnya; senyawa dengan ikatan karbon yang lebih panjang memiliki titik didih lebih tinggi, serta bersifat lebih nonpolar. Oleh karena itu, senyawa semacam ini akan lebih lama bertahan di dalam kolom fase diam yang bersifat nonpolar, sehingga memiliki waktu retensi yang

lebih lama. Faktor lain yang memengaruhi waktu retensi adalah jumlah ikatan rangkap dalam suatu senyawa. Senyawa dengan lebih banyak ikatan rangkap cenderung memiliki titik didih yang lebih rendah dan sifat yang lebih polar, karena keelektronegatifan karbon $sp^2 >$ karbon sp^3 . Akibatnya, senyawa semacam ini akan lebih banyak terdistribusi ke dalam fase gerak, yang menghasilkan waktu retensi yang lebih pendek (Efendy, 2006).

4.6 Hasil Karakterisasi Produk Biodiesel

Produk biodiesel yang sudah dihasilkan dari proses transesterifikasi dan ditentukan kondisi optimal dari variasi rasio molar antara asam lemak: metanol akan dilakukan analisis karakteristik melalui uji laboratorium sesuai dengan SOP (*standar operasional prosedur*) dengan spesifikasi teknis biodiesel merujuk pada SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019. Hasil karakterisasi sifat fisika-kimia metil ester yang dilakukan pada makroalga *Gracilaria verrucosa*, meliputi titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air, dijelaskan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5. Hasil Karakteristik Produk Biodiesel

Parameter	Hasil	SNI
Densitas (40°C)	839,22 kg/m ³	850-890 kg/m ³
Viskositas (40°C)	2,47 N/m ²	2,3-6,0 N/m ²
Titik nyala	145°C	130°C min
Kadar FFA	0,36465%	0,4% maks
Kadar air	0,0484%	0,05% maks

4.6.1 Hasil Analisis Densitas pada suhu 40°C

Analisis densitas atau massa jenis ini merupakan salah satu parameter yang digunakan untuk mengukur kualitas biodiesel. Densitas mengindikasikan sejauh mana biodiesel terbebas dari zat-zat pengotor. Bahan-bahan kontaminan seperti air, sabun, katalis, dan metanol dapat menjadi faktor pengotor dalam produk biodiesel. Kehadiran kontaminan tersebut dapat memengaruhi nilai densitas produk biodiesel sehingga tidak memenuhi standar kualitas yang diharapkan. Selain itu, faktor lingkungan seperti suhu dan tekanan juga dapat mempengaruhi nilai densitas dari suatu produk biodiesel (Permana, dkk., 2020). Menurut standar SNI 2019, kisaran nilai densitas biodiesel seharusnya berada pada 850-890 kg/m³. Dalam analisis densitas biodiesel hasil dari *Gracilaria verrucosa*, ditemukan nilai sebesar 839,22 kg/m³ (Lampiran L.3.6). Hal ini menunjukkan bahwa biodiesel yang dihasilkan tidak memenuhi standar mutu karena densitasnya lebih rendah dari batas bawah kisaran 850 kg/m³.

Penyebab ketidaksesuaian nilai densitas produk hasil analisis dengan standar baku mutu biodiesel dapat dikaitkan dengan keberadaan zat pengotor yang masih terdapat dalam produk biodiesel, seperti gliserol, air sisa pencucian, dan metanol yang merupakan bagian dari pelarut. Secara keseluruhan, faktor-faktor ini berpotensi menjadi penyebab mengapa nilai densitas biodiesel yang dihasilkan tidak sesuai dengan standar mutu yang ditetapkan.

4.6.2 Hasil Analisis Viskositas pada suhu 40°C

Berdasarkan hasil analisis yang telah dilakukan, diperoleh nilai viskositas produk biodiesel dari *Gracilaria verrucosa* sebesar 2,47 N/m². Temuan ini menunjukkan bahwa kualitas biodiesel yang dihasilkan sesuai dengan standar viskositas yang telah ditetapkan dalam SNI, yaitu berada dalam kisaran 2,3 hingga 6,0 N/m². Oleh karena itu, produk yang diperoleh memiliki mutu yang memenuhi persyaratan viskositas yang dibutuhkan untuk bahan baku biodiesel.

Nilai viskositas yang sesuai memiliki dampak signifikan terhadap kualitas produk, di mana viskositas yang terlalu rendah dapat mengakibatkan risiko kebocoran pada pompa injeksi bahan bakar, sementara viskositas yang terlalu tinggi dapat mempengaruhi kinerja alat injeksi bahan bakar dengan memperlambat proses pengabutan bahan bakar.

4.6.3 Hasil Analisis kadar asam lemak bebas

Analisis kandungan asam lemak bebas dapat ditunjukkan dalam jumlah miligram KOH yang diperlukan untuk mengubah asam lemak bebas yang terdapat dalam produk biodiesel menjadi netral. Kandungan asam lemak bebas yang rendah mengindikasikan bahwa asam lemak bebas dalam sampel telah terkonversi selama proses transesterifikasi. Standar kualitas biodiesel menurut SNI mensyaratkan kandungan asam lemak bebas tidak melebihi 0,4%. Dalam konteks ini, jika dibandingkan dengan hasil penelitian, ditemukan bahwa kandungan asam lemak bebas sebesar 0,36%, mengindikasikan bahwa produk biodiesel memenuhi persyaratan SNI terkait kandungan asam lemak bebas.

Namun, apabila dibandingkan dengan kandungan asam lemak bebas sebelum dilakukan reaksi transesterifikasi, ditemukan bahwa kandungan asam lemak bebas dalam produk hasil transesterifikasi memiliki nilai yang lebih tinggi. Hal ini mungkin disebabkan oleh dampak keasaman pada tahap purifikasi produk biodiesel. Oleh karena itu, dalam proses titrasi, jumlah KOH yang diperlukan untuk netralisasi mungkin lebih besar dibandingkan dengan analisis kadar asam lemak bebas sebelum reaksi transesterifikasi, akibat pengaruh dari proses purifikasi tersebut.

4.6.4 Hasil Analisis Titik Nyala

Analisis titik nyala memiliki peranan penting dalam mengukur volatilitas dan sifat kemampuan terbakar suatu senyawa. Analisis titik nyala berperan sebagai indikator untuk menilai sejauh mana suatu senyawa memiliki volatilitas dan potensi terbakar. Pemahaman mengenai titik nyala memainkan peran sentral dalam menilai keberhasilan kualitas biodiesel, khususnya dalam mengidentifikasi batas aman terhadap risiko kebakaran yang dapat timbul selama proses penyimpanan, penanganan, serta pengangkutan.

Menurut Standar Nasional Indonesia tahun 2019, biodiesel diharapkan memiliki titik nyala minimal 130°C. Dari hasil analisis dalam penelitian ini, titik nyala produk biodiesel yang dihasilkan dari makroalga *Gracilaria verrucosa* mencapai 145°C. Nilai ini menunjukkan bahwa biodiesel yang dihasilkan dari makroalga *Gracilaria verrucosa* memenuhi persyaratan kualitas biodiesel dalam hal titik nyala sesuai dengan standar yang berlaku. Oleh karena itu, produk biodiesel

yang berasal dari makroalga *Gracilaria verrucosa* ini dapat dianggap sebagai bahan baku yang layak untuk biodiesel, dengan mempertimbangkan aspek titik nyala.

4.6.5 Hasil Analisis Kadar Air

Analisis kadar air ini merupakan salah satu penentu keberhasilan dalam mengukur kualitas biodiesel. Menurut Standar Nasional Indonesia, kadar air dalam biodiesel seharusnya tidak melebihi 0,05%. Hasil analisis persentase kadar air pada biodiesel yang dihasilkan dari makroalga *Gracilaria verrucosa* dengan penggunaan katalis CaO menunjukkan angka sebesar 0,048%, yang sesuai dengan standar kualitas biodiesel yang ditetapkan. Jumlah kadar air ini hampir mendekati batas maksimum yang telah ditetapkan dalam SNI biodiesel. Oleh karena itu, biodiesel yang dihasilkan dari makroalga *Gracilaria verrucosa* dapat dianggap sebagai bahan baku yang sesuai dengan persyaratan mutu biodiesel dalam hal persentase kandungan air.

Studi akan potensi produksi biodiesel dari makroalga *Gracilaria verrucosa* telah memberikan wawasan yang berharga dalam Upaya pengembangan sumber energi terbarukan dan berkelanjutan. Melalui penelitian ini, terdapat berbagai aspek yang berkaitan dengan produksi biodiesel dari makroalga, mulai dari proses ekstraksi lipid hingga metode konversi menjadi produk biodiesel. Hasil yang didapatkan dari penelitian ini, bahwa metode konversi produk biodiesel pada variasi rasio molar asam lemak : metanol (1:5, 1:15, 1:25) memberikan hasil optimal kandungan metil ester dalam produk biodiesel makroalga pada variasi 1:5 yang ditunjukkan dengan adanya kelimpahan puncak pada kromatogram dengan enam

senyawa utama metil ester, yang terdiri dari tiga asam lemak jenuh dan tiga asam lemak tak jenuh. Kandungan senyawa metil ester hasil transesterifikasi dari asam lemak jenuh mencakup: asam heksadekanat (5,72%), asam oktadekanat (0,72%), metil stearat (0,72%) dan dari asam lemak tak jenuh meliputi: asam arakidonat (8,66%), asam 9-oktadekanat (1,80%), dan asam 11-oktadekanat (1,80%). Hasil terbaik produk biodiesel yang sudah dihasilkan dari proses transesterifikasi dan ditentukan kondisi optimal akan dilakukan analisis karakteristik sifat fisika-kimia meliputi: titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air. Berdasarkan analisis karakteristik kimia- fisika tersebut didapatkan bahwa hasil yang diperoleh dari analisis parameter titik nyala, viskositas, kadar air, dan kadar FFA memenuhi persyaratan pada SK regulasi. Namun nilai densitas yang didapatkan pada perbandingan tersebut belum memenuhi spesifikasi teknis biodiesel sesuai dengan SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019.

4.6.6 Hasil Pembahasan Senyawa Metil Ester Alga Merah dalam Prespektif Islam dan Sains

Allah Swt. Berfirman dalam surah Al-Quran Surat asy Syu'ara ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

“apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak kami telah menumbuhkan disana segala jenis (tanaman) yang tumbuh baik? (7).” (QS. Asy-Syu'ara:7).

Dalam ayat 7 Surah asy Syu'ara menggambarkan bahwa kekuasaan dan anugerah dari Allah Swt. Yang tak terbatas dengan menciptakan berbagai macam tumbuh-tumbuhan baik dan membawa banyak sekali manfaat bagi manusia.

Menurut Imam Al Ghazali, proses mengenal Allah Swt. melalui pengagungan terhadap-Nya, memikirkan segala hikmah serta merenungkan keajaiban yang terkandung dalam segala aspek ciptaan-Nya. Allah Swt. membentangkan gelar ulul albab bagi setiap individu yang memiliki akal sehat dan senantiasa menggunakan pikiran, mengambil faedah (manfaat), hidayah senantiasa berzikir kepada Allah Swt. dalam berbagai situasi dan kondisi (Shihab. 2002). Kata (*ila*) dari ayat tersebut memiliki makna *batas akhir* yang berfungsi untuk memperluas arah pandang hingga mencapai batas akhir. Hal ini memberikan kesadaran kepada manusia untuk mengarahkan pengamatan hingga batas kemampuannya, dengan memanfaatkan potensi dari berbagai mukjizat yang melimpah pada tumbuh-tumbuhan. Kata (*zaujiin*) yang artinya pasangan atau jenis, sebagaimana dimaksud dalam ayat tersebut, yakni tumbuh-tumbuhan, dengan demikian ayat ini mengindikasikan bahwa tumbuh-tumbuhan juga memiliki pasangan (benang sari dari putik) yang berperan penting dalam proses perkembangan dan pertumbuhannya. Kata (*karim*) menafsirkan bahwa Allah Swt. Menciptakan segala sesuatu dengan penuh hikmah, dalam cara yang paling sempurna, sesuai dan bermanfaat bagi hamba yang menerimanya (Al-Qurtubi, 2008).

Allah Swt. menciptakan bumi dengan menumbuhkan berbagai jenis tumbuhan yang memiliki banyak manfaat dan nilai ekologis yang signifikan. Salah satu contoh tumbuhan yang kaya manfaat dan memiliki nilai ekologis tinggi ialah makroalga *Gracilaria verrucosa*. Penelitian ini, tanaman *Gracilaria verrucosa* merupakan tanaman jenis makroalga yang melimpah di perairan Indonesia. Makroalga ini dikenal sebagai sumber daya laut yang memiliki potensi manfaat

yang besar. Dimana semua sumber daya laut sendiri dianggap sebagai aspek yang suci dan halal. Sebagaimana dalam sabda Rasulullah SAW:

عَنْ أَبِي هُرَيْرَةَ قَالَ: قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ: "الْبَحْرُ مَاءٌ طَهُورٌ وَهُوَ الْحِلُّ مَيْتَتُهُ".
(رواه أبو داود)

Artinya: “*Dari Abu Hurairah, Rasulullah Shallallahu 'Alaihi wa Sallam bersabda: 'Laut adalah air yang suci dan apa yang ada di dalamnya adalah halal’*” (Hadis riwayat Abu Dawud).

Hadis ini menegaskan bahwa laut merupakan sumber kebaikan, termasuk air minum yang segar dan makanan yang baik seperti ikan laut dan tanaman yang tumbuh didalamnya. Rasulullah Shallallahu 'Alaihi wa Sallam menekankan pada manfaat yang dapat diperoleh dari sumber daya laut bahwa Lautan merupakan habitat dari berbagai jenis organisme, termasuk tumbuhan laut seperti alga dan ganggang laut. Kehalalan yang terkait dengan komponen laut ini, yang sering digunakan dalam berbagai produk pangan, kosmetik, energi, dan lain sebagainya. Hal Ini menggambarkan bahwa laut menyediakan sumber daya energi yang beragam dan bermanfaat bagi manusia.

Makroalga jenis ini menunjukkan adanya kandungan makronutrien seperti nitrogen (N), natrium (Na), kalium (K) dan magnesium (Mg), sementara itu juga memiliki kandungan mikronutrien seperti tembaga (Cu), Boron (B), Besi (Fe), Mangan (Mn), dan Zinc (Zn). Selain itu, *Gracilaria verrucosa* memiliki komposisi utama dalam dinding selnya, yang terdiri dari 17,7% selulosa, 1,65% hemiselulosa, dan 1,12% lignin. Adanya kandungan selulosa dalam makroalga *Gracilaria*

verrucosa memiliki potensi untuk dijadikan bahan dasar dalam produksi energi terbarukan seperti biodiesel melalui proses transesterifikasi (Basmal, dkk., 2020). Secara holistik, pengamatan alam semesta, termasuk unsur-unsur hidup dan tak hidup didalamnya, dapat diinterpretasikan sebagai manifestasi penciptaan mendalam, yang bertujuan untuk menunjukkan tanda-tanda kekuasaannya sebagaimana yang termaktub dalam firman Allah Swt. QS. al A'la ayat 1-4:

سَبِّحْ اسْمَ رَبِّكَ الْأَعْلَى الَّذِي خَلَقَ فَسَوَّىٰ وَالَّذِي قَدَّرَ فَهَدَىٰ وَالَّذِي أَخْرَجَ الْمَرْعَىٰ

“Sucikanlah nama Tuhanmu Yang Maha Tinggi. Yang menciptakan, dan menyempurnakan (penciptaan-Nya). Dan yang menentukan kadarnya (masing-masing) dan memberi petunjuk, dan yang menumbuhkan rumput-rumputan.” (QS. al A'la: 1-4).

Berdasarkan firman Allah Swt. diatas, dijelaskan bahwasanya Allah Swt. adalah pencipta segala sesuatu dan menentukan kadarnya sesuai dengan bagian-bagiannya (tafsir Al-Jalalain). Dalam kitab tafsir Ibn Kathir, Ayat tersebut juga menjelaskan bahwa Allah Swt. telah menciptakan makhluk dan menyempurnakan setiap makhluk-Nya dalam bentuk yang paling optimal sesuai dengan kadar yang telah ditetapkan bagi setiap makhluk-Nya, serta memberikan petunjuk kepada takdirnya. Selain itu pada tafsir Dalam tafsir al-Misbah menafsirkan bahwa sebagaimana dimaksud dalam ayat keempat kata (*Akhrojal mar'a*), Allah Swt. Mengeluarkan dari dalam bumi dengan aneka ragam tumbuhan dan rerumputan yang melimpah yang mendatangkan manfaat, sehingga manusia dan hewan dapat memakannya. (Shihab, 2003). Hikmah yang dapat diambil dalam ayat ini, bahwasanya Allah Swt. yang menentukan kadar/kandungannya dari berbagai jenis katalis dengan sifat dan kadar yang berbeda sesuai dengan manfaatnya. Hal ini

dapat dijadikan pedoman bagi kita semua dalam memahami penciptaan langit dan bumi, sehingga dapat meningkatkan pengetahuan maupun keimanan kita terhadap Allah Swt.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Dari penelitian ini, didapatkan bahwa kondisi optimal dari rasio molar asam lemak dan metanol telah diidentifikasi pada rasio molar 1:5, yang dapat diinterpretasikan melalui analisis kadar metil ester terbaik dari hasil reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO (kalsium oksida).
2. Karakteristik metil ester yang dihasilkan melalui reaksi transesterifikasi menggambarkan kesesuaian dengan parameter kualitas biodiesel berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019. Parameter-parameter tersebut meliputi analisis viskositas, titik nyala, kadar air, dan kadar asam lemak bebas. Namun, pada analisis densitas hasil yang didapatkan belum memenuhi standar kualitas sesuai dengan regulasi SK Dirjen.

5.2 Saran

1. Diperlukan modifikasi metode sintesis biodiesel salah satunya pada penggunaan katalis guna meningkatkan kualitas produk biodiesel. Selain itu, perlu dilakukan studi lanjut untuk menganalisis kandungan asam lemak dalam sampel, dengan tujuan mengoptimalkan produk asam lemak yang lebih signifikan.
2. Diperlukan serangkaian uji kualitas biodiesel tambahan yang memiliki korelasi dengan parameter yang belum mencapai standar mutu guna memastikan bahwa

biodiesel yang dihasilkan dari makroalga *Gracilaria verrucosa* memenuhi persyaratan sebagai bahan baku biodiesel.

DAFTAR PUSTAKA

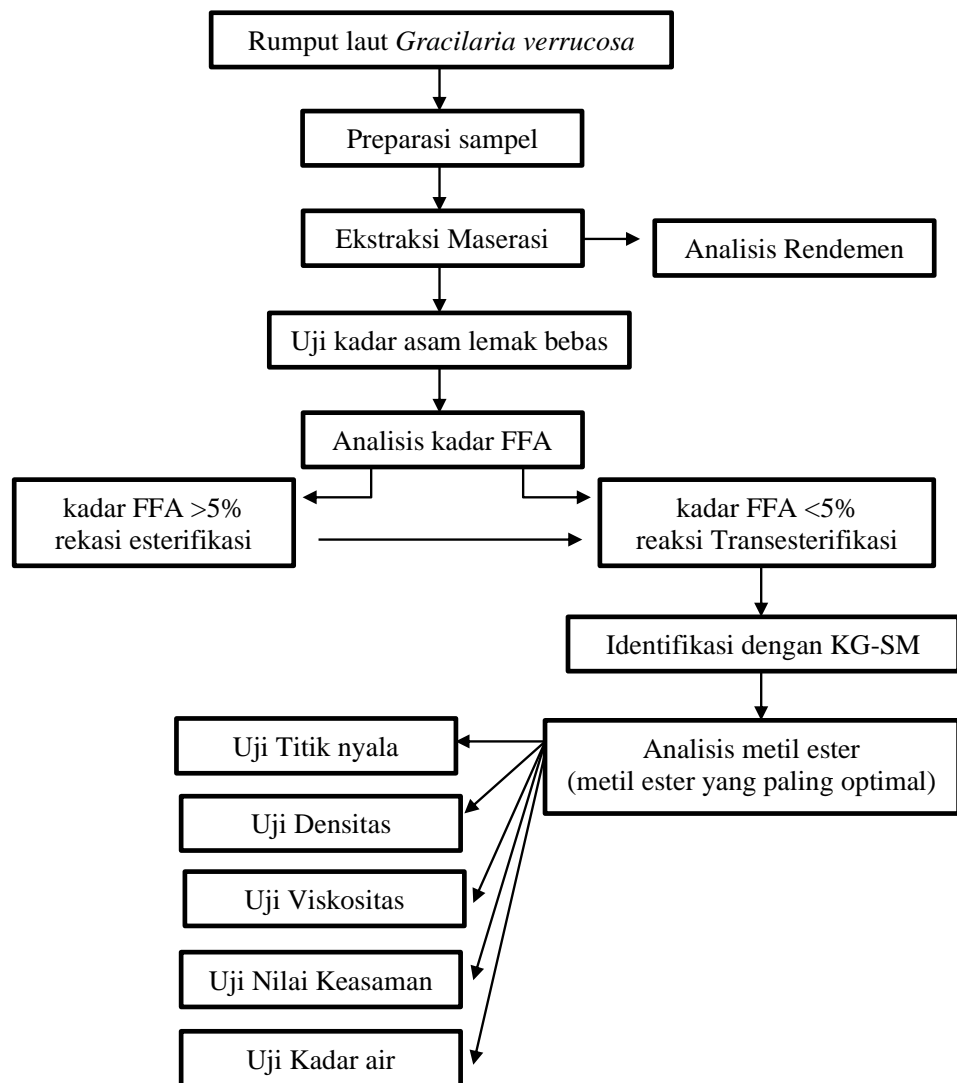
- Abdullah, M. 2007. *Tafsir Ibn Kathir Jilid 5*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Agustin, Niyar Candra., Prasdiantika, R., & Kusumawardan, Y. (2020). *Biodiesel Energi Baru Terbarukan*. Banyumas: CV. Pena Persada.
- Ahmed, Abu S. dkk. (2012). *Biodiesel Production from Macro Algae as a Green Fuel for Diesel Engine. Engineering Conference*, 393-398.
- Anggadiredja, J.T., Zatnika, A., Purwanto, H., & Istini, S. (2006). *Rumput Laut*. Penerbit Swadaya.
- Al-Mahalli, Imam Jalaludin. *Tafsir jalalain*. Surabaya: Darul Ulum.
- Almu, M. A., Syahrul., Padang Y.A. (2014). *Analisis Nilai Kalor Dan Laju Pembakaran Pada Briket Campuran Biji Nyamplung (Calopyllm Inophyllum) Dan Abu Sekam Padi*. Jurnal Dinamika Teknik Mesin, Volume 4 No. 2.
- Ashokkumar, Veeramuthu dkk. (2017). "Production of liquid biofuels (biodiesel and bioethanol) from brown marine macroalgae *Padina tetrastromatica*". *Journal Energy Conversion and Management*, 135: 351-361.
- As-Sajistani, Abu Dawud Sulaiman Bin Al-Asy, Sunan Abi Dawud, Cet.2, *Riyadh: Maktabah Al-Ma'arif*, 2007
- Ayu, Disty K. 2015. *Perbandingan Efisiensi (Uji Titik Nyala, Titik Beku dan viskositas) Biodiesel dari Minyak Rumput Laut *Ulva sp.* Dengan MInyak Ikan Patin (*Pangasius sp.*)*. Skripsi. Program Studi Budaya Perairan. Fakultas Perikanan dan Kelautan Universitas Airlangga Surabaya.
- Bacovsky, D., Korbits W., Mittelbach M, Worgetten M. 2017. *Biodiesel Production: Technologies and European Providers*. Report of IEA Bioenergy T39-B6.
- Eka, N. Q. 2021. *Pembuatan Biodiesel dari Mikroalga *Coelastrella sp.* Menggunakan Katalis Montmorillonite K-10 Pada Proses Esterifikasi*. SKRIPSI. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Syarif Hidayatullah Jakarta.
- Falah, Ahmad S. A. 2018. *Modifikasi Katalis Zeolit Menggunakan Ultrasonik Dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida Dan Aplikasinya Untuk Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak (*Ricinus communis*)*. SKRIPSI. Program Studi Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- Fukuda, H. A., Kondo, H. 2011. *Biodiesel Fuel Production by Transesterification of Oils*, J. Bioeng. 92 405-416.
- Ganjar, I. G., dan Rohman, A. 2012. *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Hadrah., Kasman, Monik., Sari, Fitria M. 2018. *Analisis Minyak Jelantah Sebagai Bahan Bakar Biodiesel dengan Proses Transesterifikasi*. Jurnal Daur Lingkungan. Vol. 1(1):16-21. ISSN 2615-1626.
- Habibi, R., Fachriyah E., Kusri D. 2010. *Sintesis Biodiesel Dari Minyak Mikroalga Nannochloropsis sp. Melalui Transesterifikasi Menggunakan Katalis Basa*. Jurnal Kimia Sains & Aplikasi ISSN:1410-8917.
- Hikmah, M.N., & Zuliyana. 2010. *Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi*. Skripsi. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Hussain, S. Z., and Maqbool, K. 2014. *GC-MS: Principle, Technique and Its Application in Food Science*. INT J CURR SCI, 13(E):116-126.
- Huda, Miftahul. 2017. *Produksi Biofuel Cair (Biodiesel dan Bioethanol) dari Makroalga Cokelat Laut Padina Tetrastrumatica*. Energy Convers. Manag: 135, 351–361.
- Ikhwan, Robit. 2021. *Uji Katalitik Asam Para Toluena Sulfonat dan CaO Pada Reaksi Sintesis Biodiesel Minyak Kopi*. Skripsi. Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Walisongo Semarang.
- Julianto, B.S., dan Badrudin. (2014). *Budidaya Rumput Laut - Gracilaria sp. di Tambak*. ISBN 978-979-1461-37-5.
- Khasanah, Noer., Triyanto, Drajad S.S., Windi A., & Alim Isnansetyo. 2015. Indonesia. *J. Chem.* 15(2): 201-209.
- Khotimchenko, S. V. 2005. *Lipids From The Alga Gracilaria verrucosa*. Chemistry of Natural Compounds, Vol. 41, No. 3, 2005.
- Kuseman, E. C., Pandey, E. V., Lohoo, H. J. 2017. *Analisis Total Bakteri Kadar Air dan pH pada Rumput Laut (Kappaphycus alvarezii) dengan Dua Metode Pengringan*. Jurnal Media Teknologi Hasil Perikanan. 5(1): 124-129.
- Kusuma, W.I., Santosa, G.W., & Pramesti, R. 2013. *Pengaruh Konsentrasi NaOH yang Berbeda Terhadap Mutu Agar Rumput Laut Gracilaria verrucosa*. Journal Of Marine Research. 2(2): 120-129.

- Mahfud. (2018). *BIODIESEL: Perkembangan Bahan Baku & Teknologi*. Surabaya: CV. Putra Media Nusantara.
- Musanif, Jamil. 2010. *BIO DIESEL*. Subdit Pengolahan Lingkungan.
- Ningtyas, Diah P., Budhiyanti, S. A., & sahubawa L. (2013). “*Pengaruh Katalis Basa (NaOH) Pada Tahap Reaksi Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biofuel dari Minyak Tepung Ikan Sardin*”. *Jurnal Teknosains*, 2(2): 103-114.
- Oko, Syarifuddin., Syahrir. I. 2018. *Sintesis Biodiesel Dari Minyak Sawit Menggunakan Katalis CaO Superbasa Dari Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam*. *Jurnal Teknologi Volume*. 10 No. 2 Juli 2018.
- Permana, Edwin., Naswir, A., Sinaga, M.E.T., Alfairuz H. 2020. *Kualitas Biodiesel dari Minyak Jelantah Berdasarkan Proses Saponifikasi dan Tanpa Saponifikasi*. *Jurnal Teknologi Terapan*) Vol.6. No.1. p-ISSN 2477-3506.
- Prawita, Yugo Adi. 2017. “*Analisis Makroalga Sebagai Bahan Baku Biodiesel (Kappaphycus Alvarezii)*”. SKRIPSI. Departemen Teknik Sistem Perkapalan Fakultas Teknologi Kelautan Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Prihanto, A., Irawan T.A.B. 2017. *Konsentrasi Katalis dan Rasio Molar Metanol Minyak Terhadap Yield Biodiesel dari Minyak Goreng Bekas Melalui Proses Netralisasi-Transesterifikasi*. *METANA Juni 2017 Vol.13(1):30-36*.
- Putri, P.C.E., Supriyo E. 2019. *Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Katalis Kalsium Oksida (CaO) Menjadi Biodiesel*. *METANA: Media Komunikasi Rekayasa Proses dan Teknologi Tepat Guna ISSN:1858-2907 Desember 2020. Vol. 16(2):75-80*.
- Rahardja, Istianto B., Sukarman., Ramadhan A.A. 2019. *Analisis Kalori Biodiesel Crude Palm Oil (CPO) dengan Katalis Abu Tandan Kosong Kelapa Sawit (ATKKS)*. *Jurnal Nasional Sains dan Teknologi 2019*.
- Ria, Y. B. 2011. *Pembuatan Biodiesel dari Mikroalga dengan Kapasitas 2.400.000 Ton/Tahun*. Skripsi. Jurusan Teknik Kimia. Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Saadudin, Edi, Silvy R. Fitri, Verina J. Wargadalam. 2022. *Karakteristik Asam Lemak Mikroalga Untuk Produksi Biodiesel*. *Jurnal Ketenagalistrikan Dan Energi Terbarukan*. Vol. 10. No. 2. Halaman 131-140.
- Sa'diyah. A dan Dycka Anugerah S.P. 2018. *Potensi Rumput Laut Gracilaria SP. Sebagai Alternatif Biomassa Studi Kasus Di Kawasan Tambak Tanjuangsari, Kecamatan Jabon, Sidoarjo*. *Seminar Nasional Inovasi dan Aplikasi Teknologi di Industri 2018. ISSN 2085-4218*.

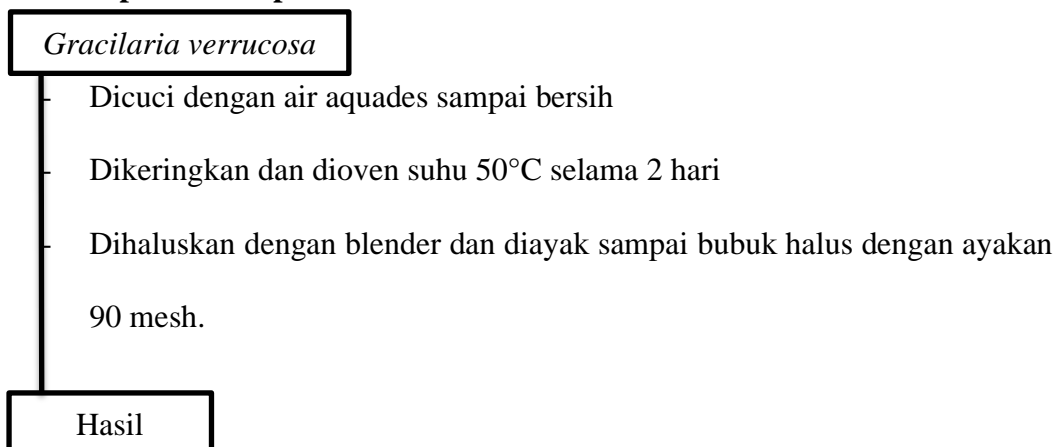
- Saputra, R. (2012). *Pengaruh Konsentrasi Alkali dan Rasio Rumput Laut Alkali Terhadap Viskositas dan Kekuatan Gel Semi Refined Carrageenan (SRC) dari Rumput Laut Eucheuma cottonii*. SKRIPSI. Makassar: Universitas Hasanuddin.
- Septianto, Azis Dwi., Aji, Saptio., dan Mirzayanti Y.W. 2020. *Produksi Biodiesel dari Mikroalga Nannochloropsis sp. Menggunakan Metode Transesterifikasi dengan Bantuan Katalis Heterogen CaO/ Hydrotalcite*. Seminar Nasional Sains dan Teknologi Terapan VIII 2020. Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya.
- 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.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Quran Volume 7*. Jakarta: Lentera Hati.
- Soerawidjaja, Tatang H. 2005. *Minyak-Lemak dan Produk-Produk Kimia Lain dari Kelapa*. Handout Kuliah Proses Industri Kimia. Program Studi Teknik Kimia. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Soenardjo, N. (2011). *Aplikasi Budidaya Rumput Laut Eucheuma cottonii (Weber van Bosse) dengan Metode Jaring Lepas Dasar (Net Bag) Model Cidaun*. J. Buletin Oseanografi Marina.
- Sudariastuty, E. (2011). *Pengolahan Rumput Laut*, Jakarta: Pusat Penyuluhan dan Perikanan.
- Supratman, U. 2010. *Elusidasi Struktur Molekul Organik*. Bandung: Widya Pajajaran.
- Surandi, K. 2009. *Tingkat Kesukaan Bakso dari Berbagai Jenis Daging Melalui Beberapa Pendekatan Statistik*. Universitas Pajajaran. Bandung.
- Syanqithi. 2007. *Tafsir Adhwa'ul Bayan. Penerjemah Fathurazi*. Jakarta: Pustaka Azam.
- Syah, A. 2012. *Biodiesel Jarak Pagar: Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan*. Agromedia Pustaka: Jakarta.
- Tim Penyusun -BTBRD-BPPT. 2020. *Pedoman Penanganan dan Penyimpanan Biodiesel dan Campuran Biodiesel dan Campuran Biodiesel (B30)*. Jakarta: DIREKTORAT BIOENERGI.
- Tim LPPT UGM. (2018). *Peralatan Laboratorium*. Yogyakarta: LPPT UGM.

- Uju, J. Santoso, W. Ramadhan, F. Abrory. 2018. *Ekstraksi Native Agar dari Rumput Laut Gracilaria sp. Dengan Akselerasi Ultrasonikasi pada suhu rendah*. JPHPI. 21(3).
- Viena, Vera., Bahagia., dan Wibowo, Restu G. 2019. *Ekstraksi Satu Tahap Pda Makroalga Basah dan Kering Sebagai Bahan Baku Biodiesel*. Journal Serambi Engineering, Volume 4, 451-456.
- Wati A., Motto Sylvia A. (2011). *Ekstraksi Minyak dari Mikroalga Jenis Chlorella sp Berbantuan Ultrasonik*. Technical Report. Diponegoro University.
- Widyastuti, C.R dan Ayu C.D. 2015. *Sintesis Biodiesel Dari Mikroalga Chlorella vulgaris Dengan Reaksi Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH*. Jurnal Bahan Alam Terbarukan. Volume 1 No. 4.
- Winarno, F.G. (1996). *Teknologi Pengolahan Rumput Laut*. Jakarta: Pustaka Sinar Harapan.
- Wiratmaja, I.G. 2011. *Proses Fermentasi Limbah Rumput Laut Eucheuma Cottoni Sebagai Tahap Awal Pembuatan Etanol Generasi Kedua*. Tesis. Program Magister Program Studi Teknik Mesin. Program Pascasarjana. Universitas Udayana. Denpasar.
- Quthb, S. (2008). *Tafsir fi zhalalil Qur'an di bawah naungan Al-Qur'an Jilid VII*. Jakarta: Gema Insani.

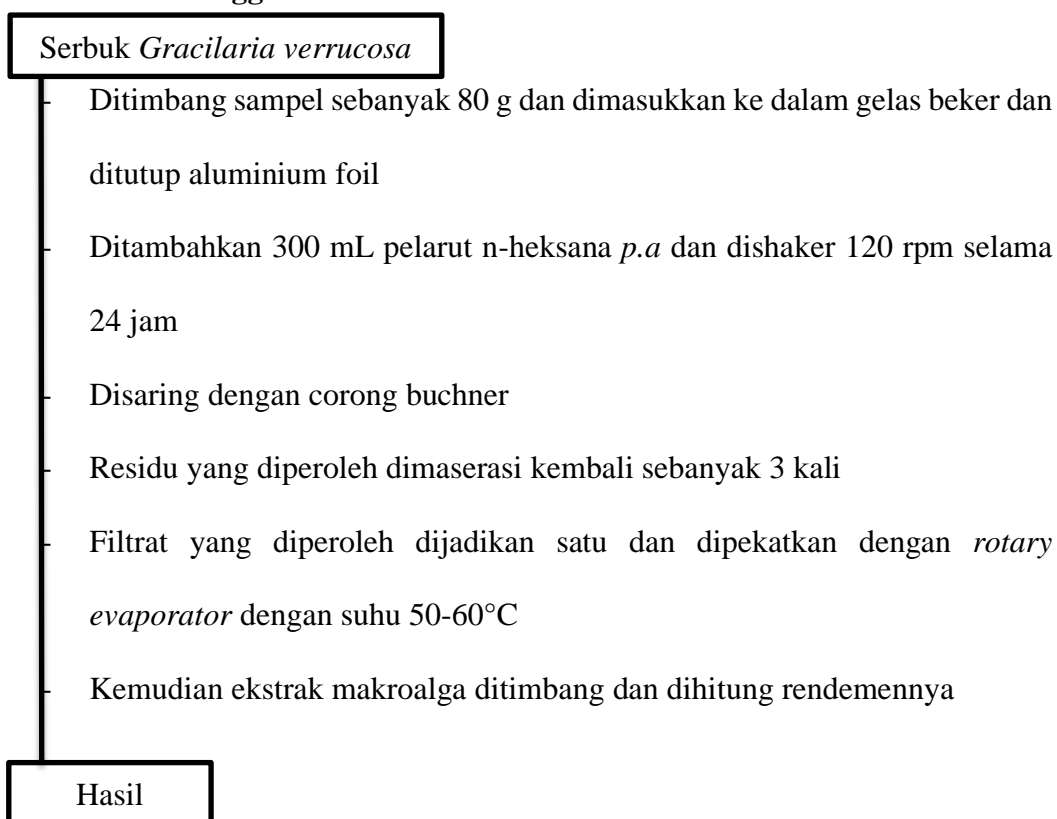
Lampiran 1. Rancangan Penelitian

Lampiran 2. Diagram Alir

L 1.1 Preparasi Sampel



1.2 Ekstraksi Menggunakan Metode Maserasi



1.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas

Hasil Ekstraksi lipid

- Dimasukkan dalam erlenmeyer 2 gram dan ditambahkan 5 mL metanol 98%
- Dipanaskan dengan suhu 40°C selama 10 menit dan diaduk
- Ditambahkan 2 tetes indikator PP (*Fenolftalein*)
- Dititrasi dengan KOH 0,1 N hingga berwarna merah muda (konstan selama 10 detik).
- Dihitung % kadar asam lemak bebas

Hasil

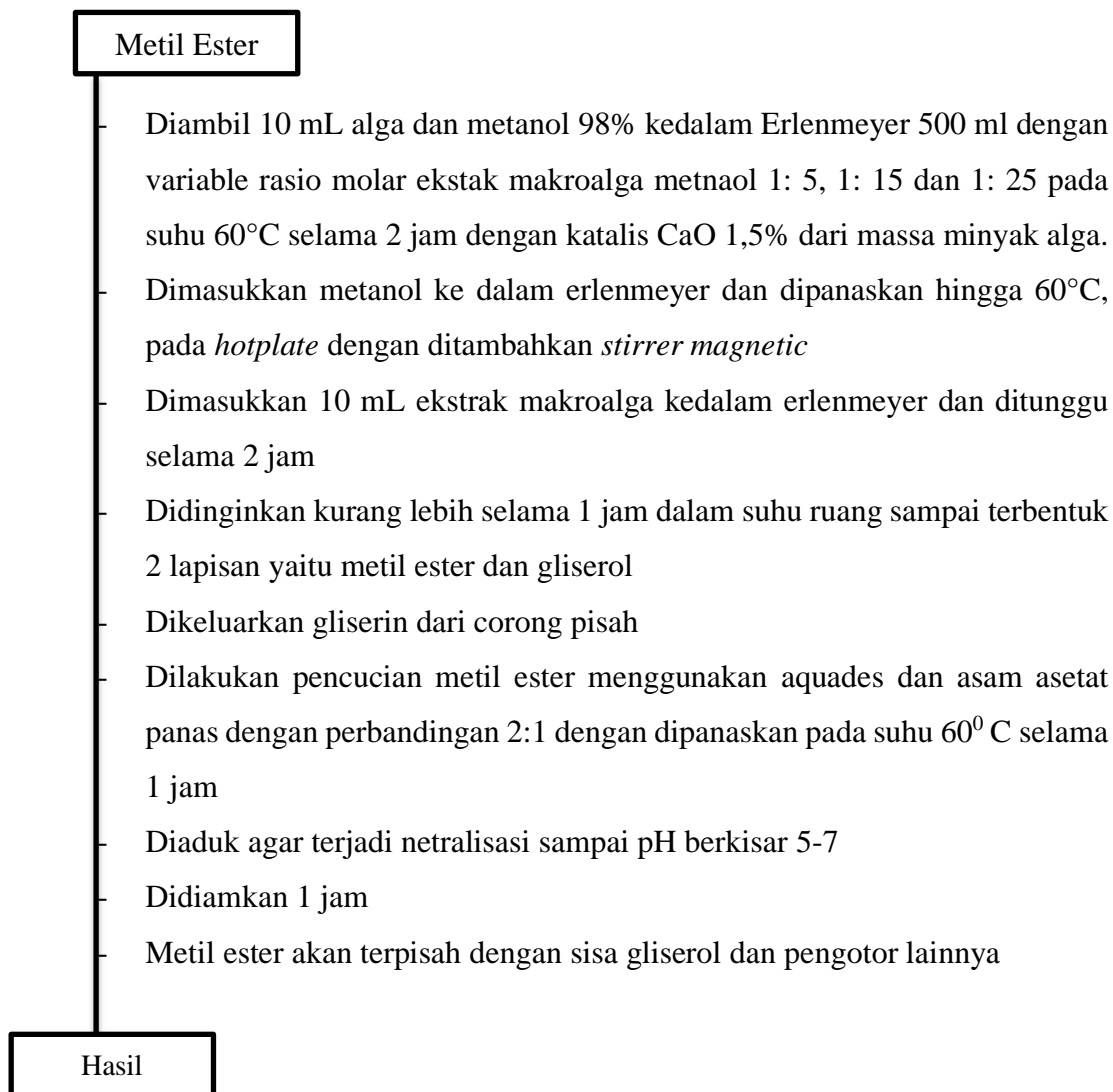
1.4 Reaksi Esterifikasi

Ekstrak Lipid

- Dimasukkan 20 gram sampel hasil ekstraksi ke dalam Erlenmeyer
- Dipanaskan dengan suhu 55-60°C
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 60 menit
- Kemudian dicampur dengan methanol 98% sebanyak 160 ml dan 5% H₂SO₄ ke dalam gelas beker
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga suhu optimum 60°C
- Dipanaskan 1 jam
- Dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 1 jam
- Diambil minyak alga (metil ester) pada lapisan atas

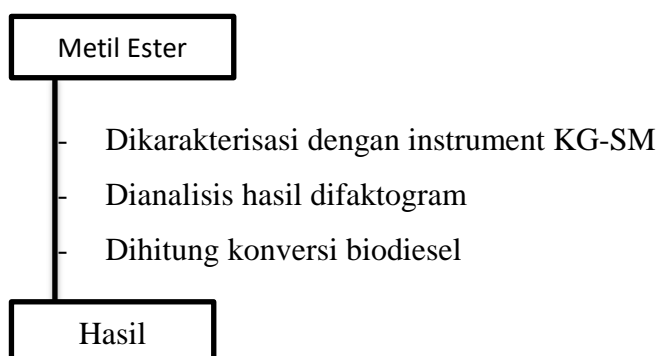
Hasil

1.6 Reaksi Transesterifikasi



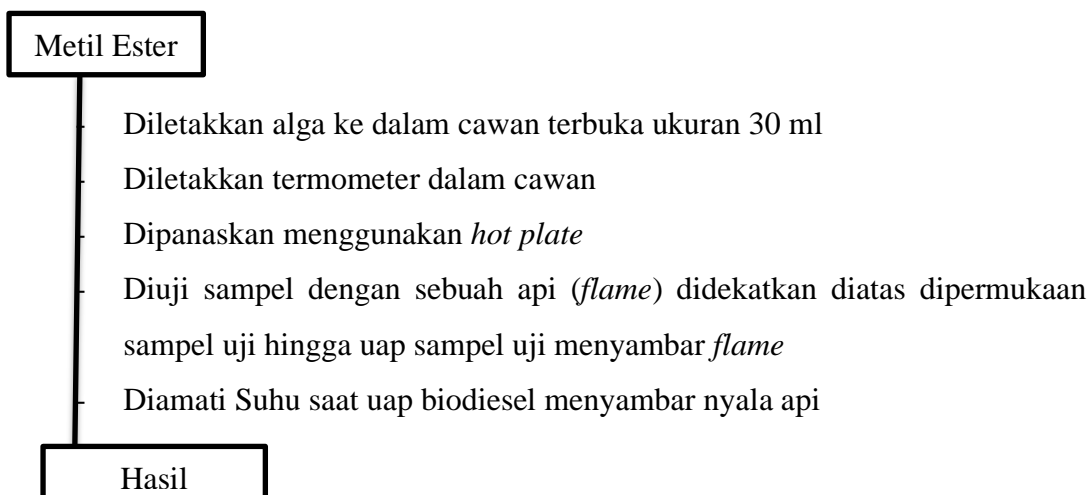
1.6 Uji Karakteristik Hasil Biodiesel

1.6.1 Uji Senyawa Metil Ester (Biodiesel) dengan KG-SM

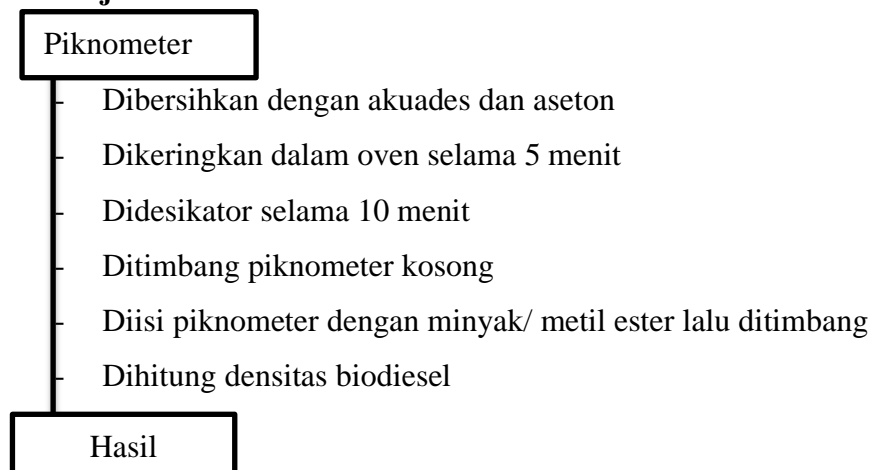


1.7 Uji Karakteristik Produk Metil Ester

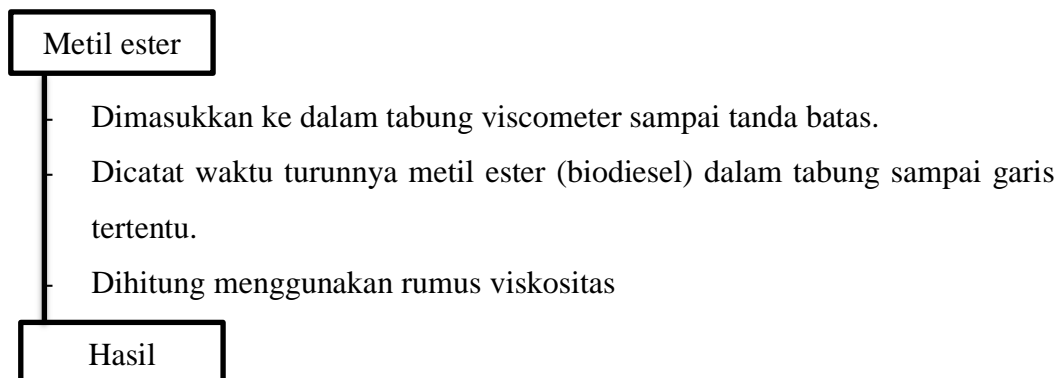
1.7.1 Uji Titik Nyala Produk Metil Ester



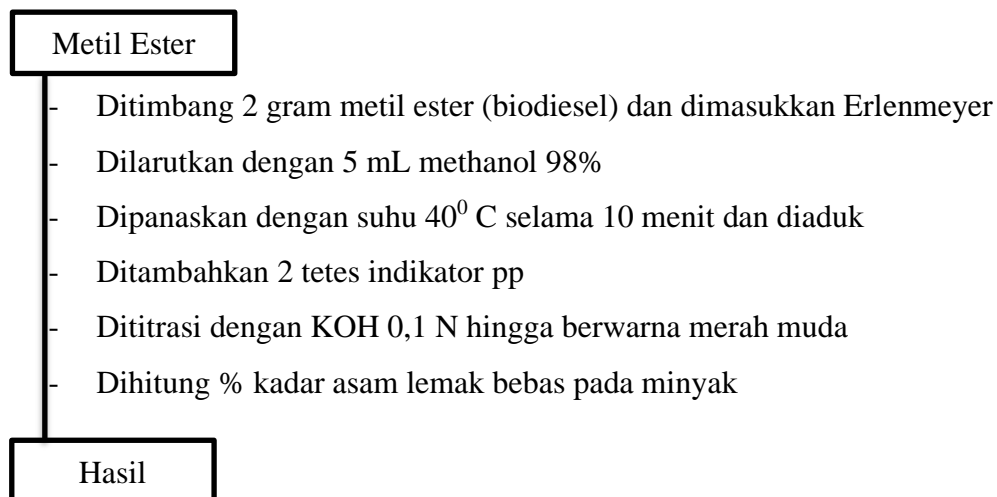
1.7.2 Uji Densitas Produk Metil Ester



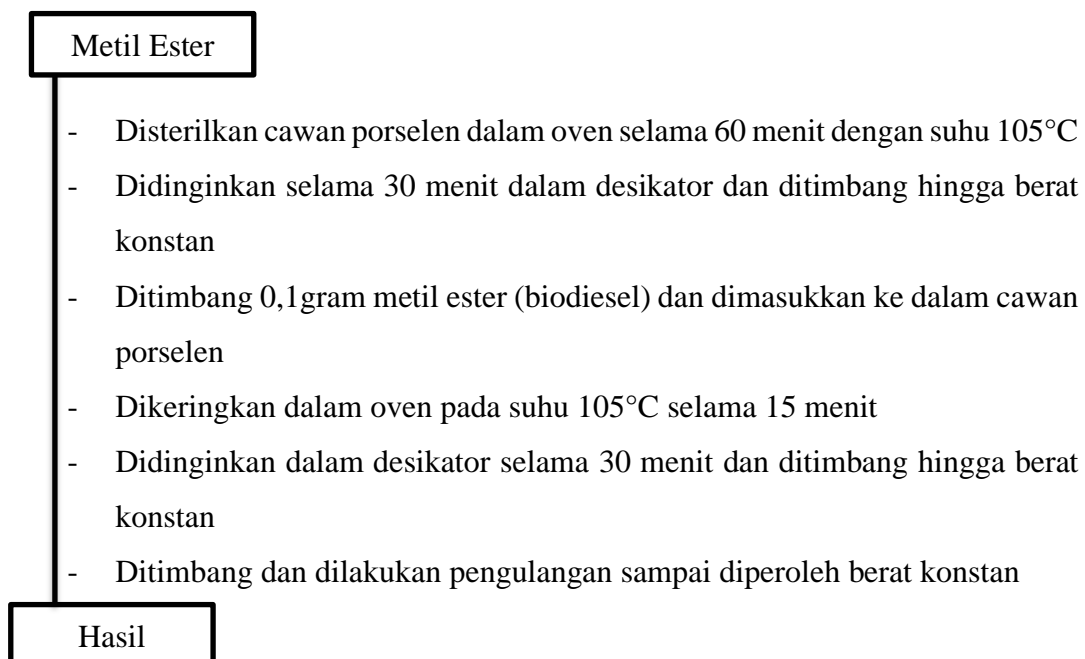
1.7.3 Uji Viskositas Produk Metil Ester



1.7.4 Uji Kadar Asam Lemak Bebas Produk Metil Ester



1.7.5 Uji Kadar Air Produk Metil Ester



Lampiran 3. Perhitungan

L 3.1 Pembuatan KOH 0,1N

$$\begin{aligned}
 N \text{ KOH} &= 0,1N \\
 \text{Volume larutan} &= 500 \text{ ml} \\
 N &= \frac{\text{Massa KOH}}{\text{Mr KOH}} \times \frac{1000 \text{ (ml)}}{\text{volume larutan}} \\
 0,1 N &= \frac{\text{Massa KOH}}{56 \text{ g/mol}} \times \frac{1000 \text{ (ml)}}{500 \text{ ml}} \\
 0,1N &= \frac{m}{112 \text{ g/mol}} \\
 \text{Massa KOH} &= 11,2 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Adapun prosedur pembuatannya adalah ditimbang KOH sebanyak 11,2 gram, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 ml, lalu ditambah akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

L.3.2 Persen H₂SO₄ 5 % dalam Minyak Alga

$$\begin{aligned}
 \% \text{ (b.v) Alkali} &= 5\% \\
 \text{Minyak alga yang digunakan} &= 20 \text{ gram} \\
 \text{Perbandingan} &= 5\% \times 20 \text{ gram} = 1 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Adapun prosedur pembuatannya adalah ditimbang H₂SO₄ sebanyak 1 gram, kemudian dimasukkan ke dalam Erlenmeyer.

L.3.3 Persen CaO 5% dalam Minyak Alga

$$\begin{aligned}
 \text{Perbandingan mol minyak dengan methanol} &1:5, 1:15, 1:25 \\
 \% \text{ (b.v) Alkali} &= 5\% \\
 \text{Minyak alga yang digunakan} &= 10 \text{ gram} \\
 \text{Perbandingan} &= 5\% \times 10 \text{ gram} = 0,5 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Adapun prosedur pembuatannya adalah ditimbang CaO sebanyak 0,5 gram, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer.

L. 3.4 Perhitungan Rendemen Preparasi

$$\begin{aligned}
 \% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{berat serbuk halus}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \\
 &= \frac{1,30 \text{ gram}}{11,09 \text{ gram}} \times 100\% \\
 &= 11,72\%
 \end{aligned}$$

L. 3.5 Perhitungan Rendemen Ekstraksi

$$\begin{aligned}
 \text{Massa jenis N-heksana} &= 661 \text{ kg/m}^3 \\
 &= \frac{661 \times 1000 \text{ gram}}{1000000 \text{ ml}} = 0,661 \text{ gram/ ml}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Rendemen} &= \frac{\text{berat hasil ekstraksi}}{\text{berat sampel+pelarut}} \times 100\% \\ &= \frac{193,49 \text{ gram}}{674,9 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 28,67\% \end{aligned}$$

L. 36 Perhitungan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)

Volume KOH yang digunakan dalam titrasi = 0,1 ml

$$\begin{aligned} \% \text{ FFA} &= \frac{V \times N \times \text{BM KOH}}{\text{massa sampel (g)} \times 1000} \times 100 \\ \% \text{ FFA} &= \frac{0,1 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N} \times 56,1 \text{ g/mol}}{2 \text{ g} \times 1000} \times 100 \\ &= 0,02805\% \end{aligned}$$

L. 3.7 Perhitungan Transesterifikasi Lipid Makroalga *Gracilaria verrucosa*

1. Rasio 1:5 (1) (massa makroalga : metanol)

Ulangan 1

- volume methanol = 50 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 13,8970 gram

Ulangan 2

- volume metanol = 50 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 19,6666 gram

Ulangan 3

- volume metanol = 50 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 18,7720 gram

2. Rasio 1:15 (1)

Ulangan 1

- volume methanol = 150 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 53,3679 gram

Ulangan 2

- volume metanol = 150 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 46,4422 gram

Ulangan 3

- volume metanol = 150 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 53,4434 gram

3. Rasio 1:25 (1)

Ulangan 1

- volume metanol = 250 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 46,8571 gram

Ulangan 2

- volume methanol = 250 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 43,1236 gram

Ulangan 3

- volume metanol = 250 mL
- volume makroalga = 10 mL
- massa FAME = 40,6878 gram

L. 3.6 Perhitungan Karakterisasi Biodiesel Makroalga

- **Densitas**

- $m = (\text{Volume pikno} + \text{sampel}) - (\text{volume pikno kosong})$
 $= 23,9122 - 15,2205 = 8,3922 \text{ gram}$
- $\rho = \frac{m}{v} = \frac{8,3922 \text{ g}}{10 \text{ ml}} = 0,83922 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$
 $= 839,22 \text{ kg/m}^3$

- **Viskositas**

No	Nama Zat Cair	Volume (ml)	Pengukuran Waktu (s)			Rerata Waktu (s)
			I	II	III	
1.	Aquades	5	1,4	1,3	1,3	1,33
2.	Sampel	5	4,0	4,2	4,1	4,1

$$\eta = \eta_0 \frac{\rho t}{\rho_0 t_0}$$

$$= 0,95 \frac{0,839 \times 4,1}{0,996 \times 1,33}$$

$$= 0,95 \frac{3,4399}{1,3247}$$

$$= 0,95 \times 2,5967$$

$$= 2,4669 \text{ N/m}^2$$

- **Kadar FFA**

Volume KOH yang digunakan dalam titrasi 3,1 ml

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

$$\% \text{ FFA} = \frac{1,3 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N} \times 56,1 \text{ g/mol}}{2 \text{ g} \times 1000} \times 100\%$$

$$= 0,36465\%$$

- **Kadar Air %** = $\frac{w_2 - w_3}{w_1} = \frac{44,3654 - 44,3597}{3,099} \times 100\% = 0,0484\%$

Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian

Preparasi Sampel



Sampel sebelum
dicuci



Sampel setelah
dicuci



Sampel ditimbang
dan akan di oven



Sampel setelah di
oven kemudian di
ayak 90 mesh

Ekstraksi Alga Merah *Gracilaria verrucosa*



Sampel + Pelarut n-
heksana



Proses maserasi



Proses
penyaringan
hasil maserasi



Hasil maserasi
1,2 dan 3



Proses rotary
evaporator



Sampel setelah
dirotary

Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)



Sampel
dipanaskan



Penambahan
indicator PP



Dititrasikan dengan
KOH 0,1 N



Hasil titrasi

Transesterifikasi Asam Lemak Bebas Menjadi Metil Ester



Sampel + methanol 98% perbandingan 1:5, 1:15, 1:25 dan katalis CaO 5% dipanaskan sampai suhu 60°C



Proses transesterifikasi 120 menit



Proses pemisahan produk biodiesel denan katalis CaO (Kalsium Oksida)



Proses pendiaman sampel selama 1 jam



Proses pencucian sampel dengan aquades panas : asam asetat dengan perbandingan 2:1



Hasil proses transesterifikasi dengan perbandingan 1:5, 1:15, 1:25

Uji Karakteristik Hasil Metil Ester Uji Titik Nyala (*Flash point*)



Proses pemanasan sampel dengan hotplate

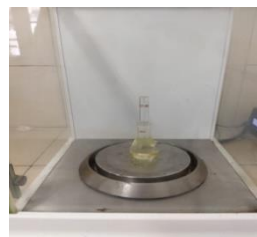


Api menyambar sampel pada suhu 145°C

Uji Densitas



Penimbangan piknometer kosong



Piknometer dengan minyak *Gracilaria verrucosa* dan ditimbang

Uji Viskositas

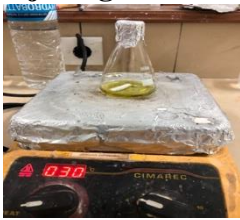


Minyak alga *Gracilaria verrucosa* dimasukkan ke dalam viscometer ostwald



Waktu turunnya minyak alga *Gracilaria verrucosa* dalam tabung sampai garis batas dicatat kemudian dihitung

Uji Angka Keasaman



Sampel dipanaskan



Penambahan indicator PP



Dititrasi dengan KOH 0,1 N



Hasil titrasi

Uji Kadar Air



Penimbangan cawan kosong



Penambahan sampel kemudian pengovenan

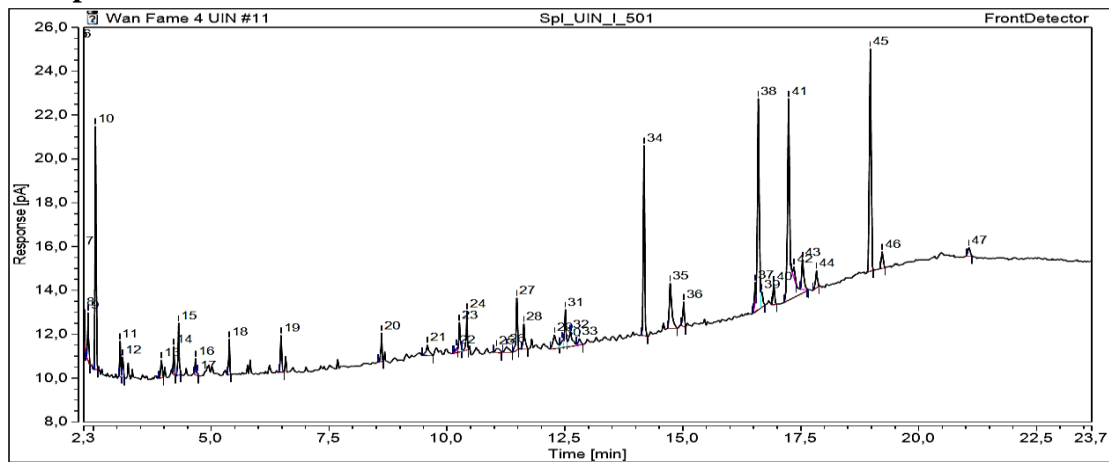


Pendinginan didesikator 30 menit

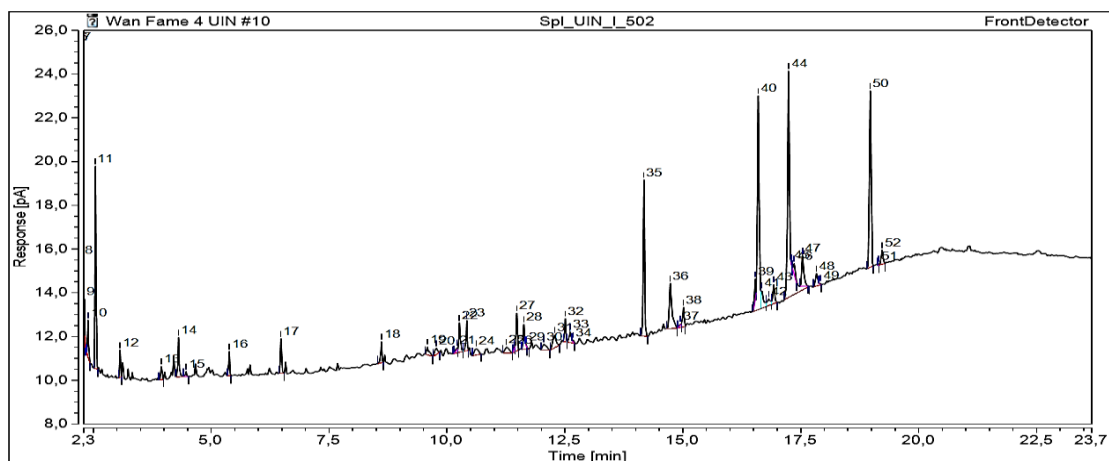


Penimbangan setelah cawan dingin dan dicatat hasilnya

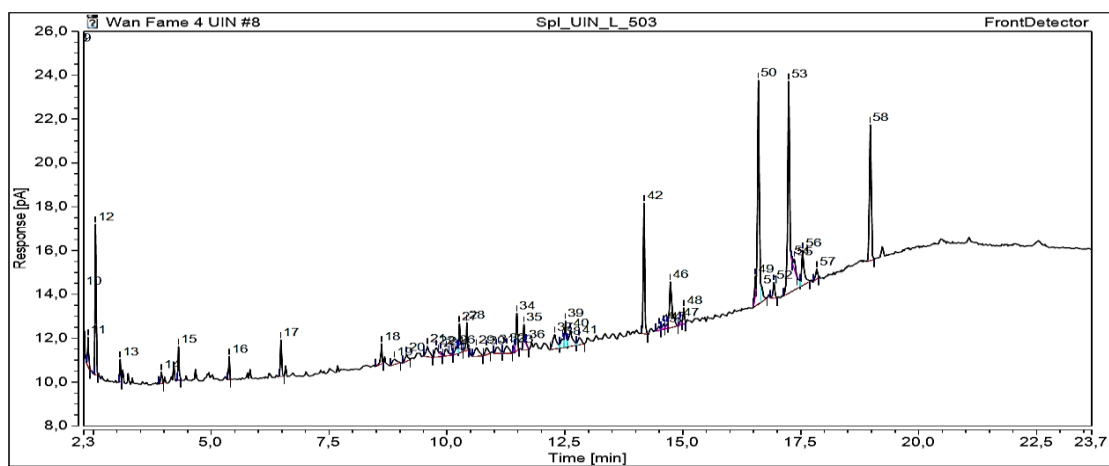
Lampiran 5. Metil Ester Hasil KG



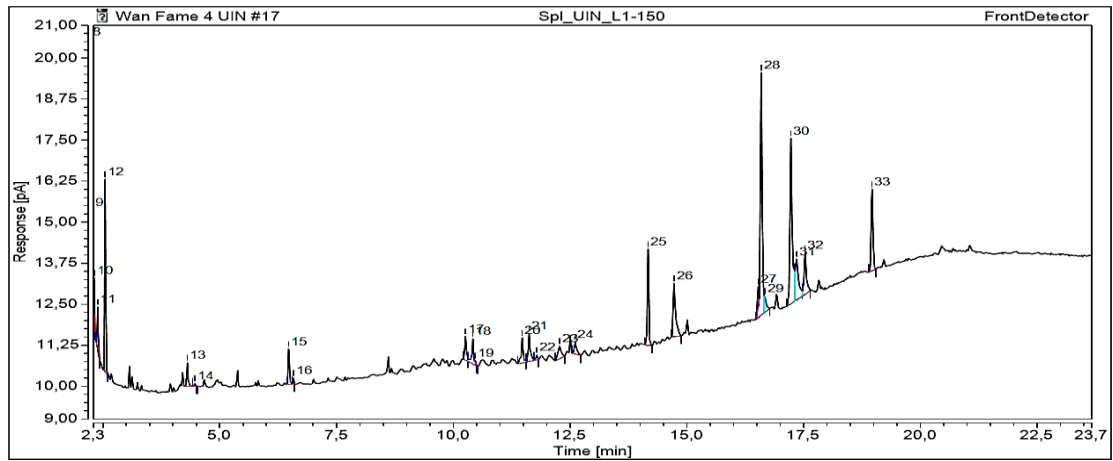
Gambar Kromatogram Ratio 1:5 (1)



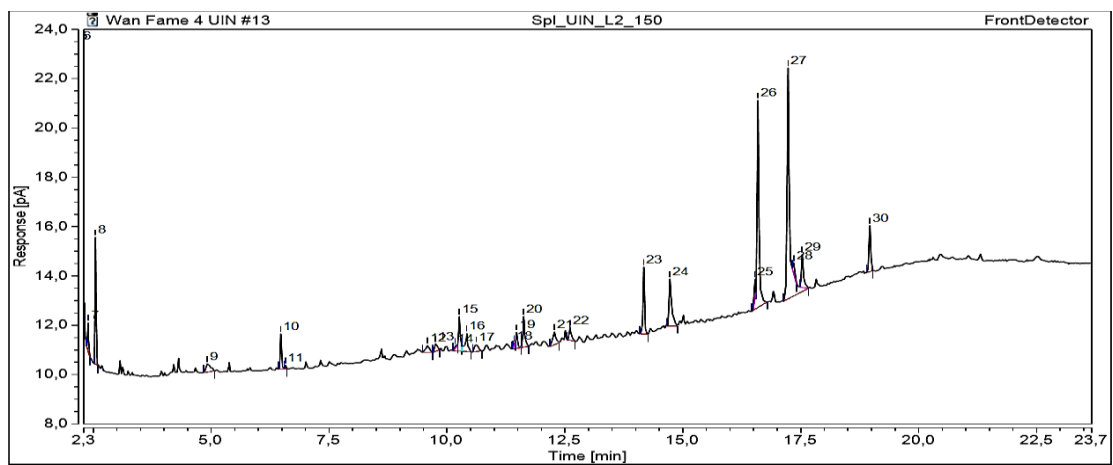
Gambar Kromatogram Ratio 1:5 (2)



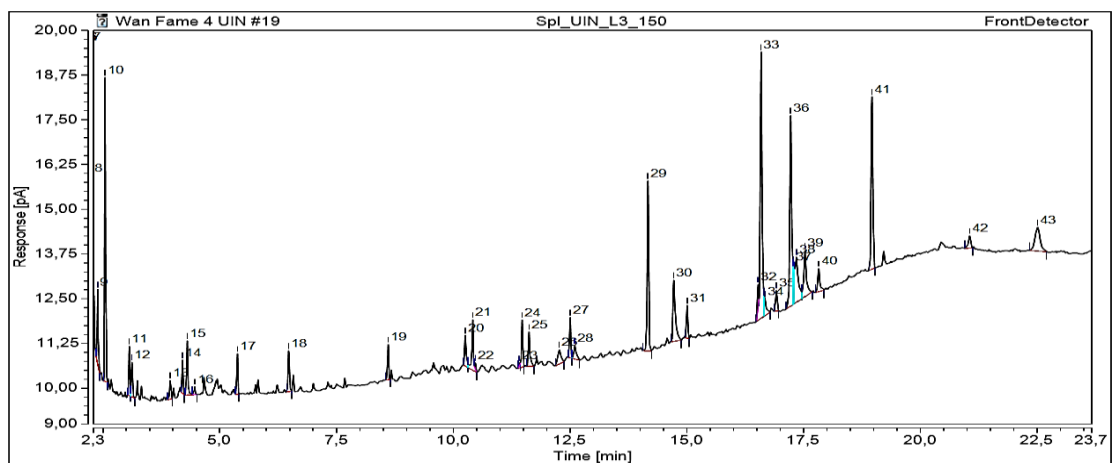
Gambar kromatogram ratio 1:5 (3)



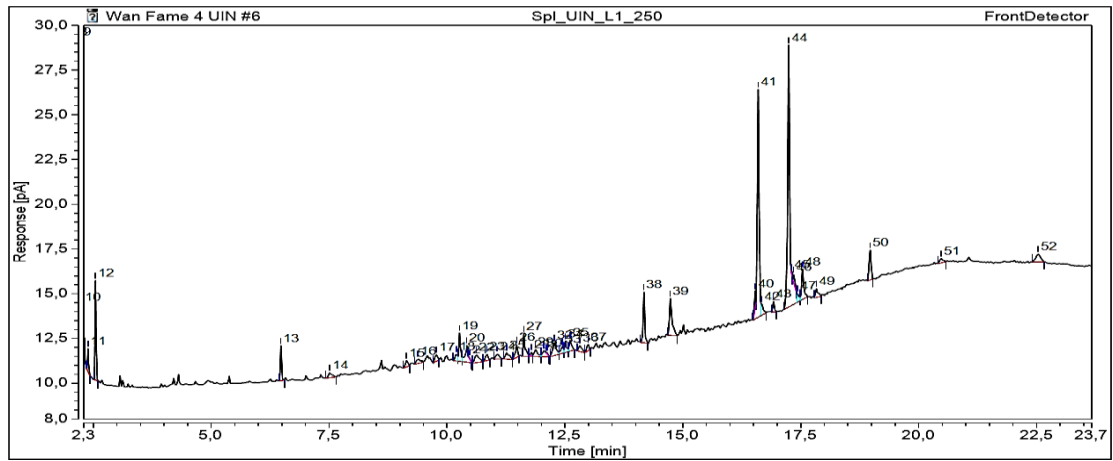
Gambar kromatogram ratio 1:15 (1)



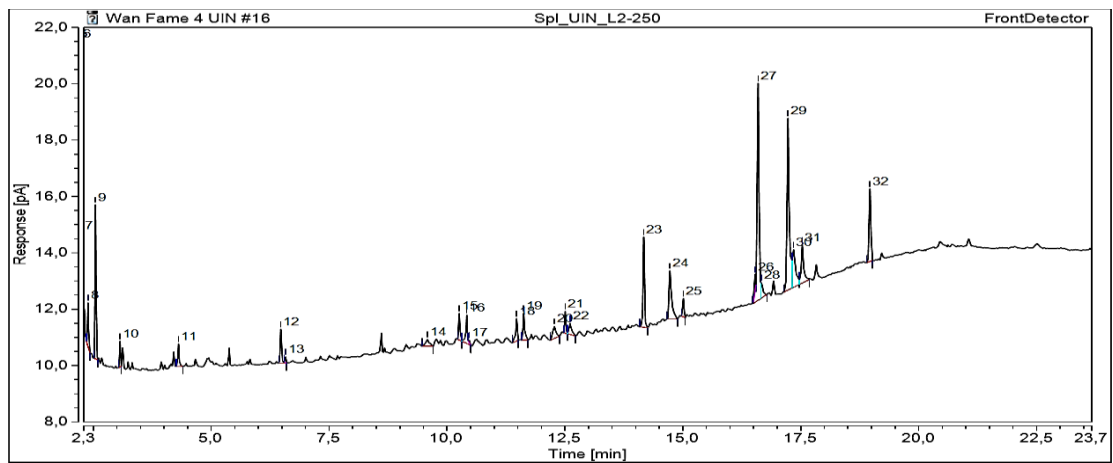
Gambar kromatogram 1:15 (2)



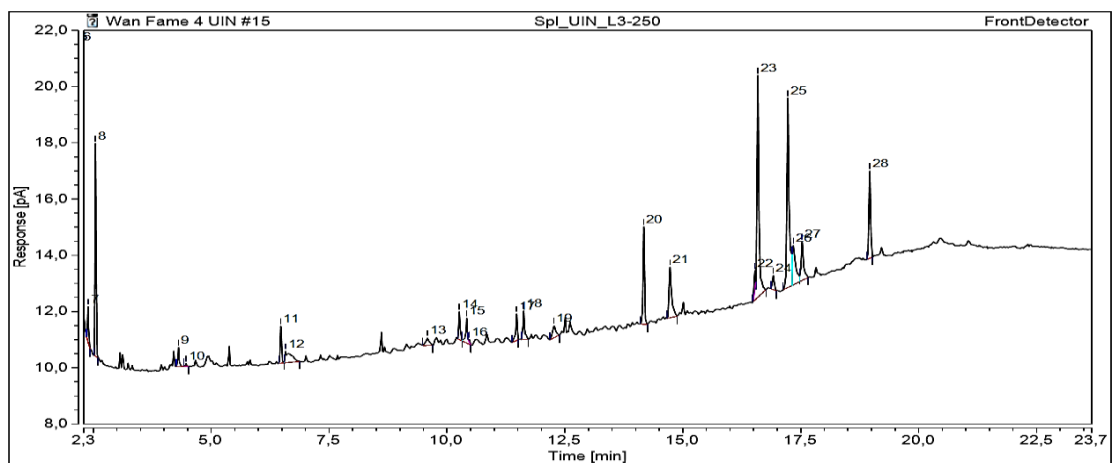
Gambar kromatogram 1:15 (3)



Gambar kromatogram 1:25 (1)



Gambar kromatogram 1:25 (2)

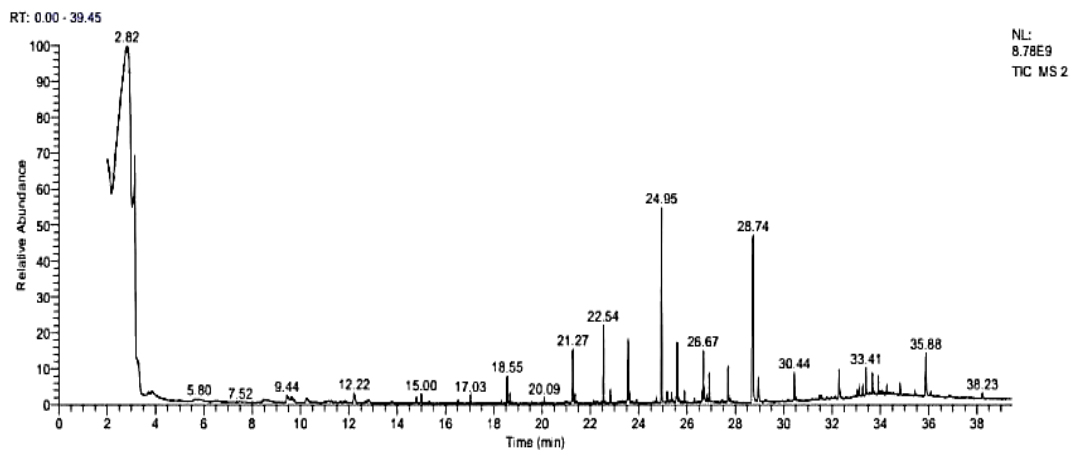


Gambar kromatogram 1:25 (3)

Tabel interpretasi hasil kromatogram pada ratio (1:5), (1:15), (1:25)

Ratio	Retention Time (min)	Area pA*min	Height pA	Relative Area %	Relative Height %
1:5 (1)	17,238	0,583	9,190	0,0359	0,01
1:5 (2)	17,238	0,634	10,348	0,0389	0,01
1:5 (3)	17,240	0,595	9,667	0,0463	0,01
1:15					
(1)	17,227	0,273	5,044	0,0224	0,00
1:15					
(2)	17,230	0,594	9,355	0,0270	0,01
1:15					
(3)	17,223	0,240	5,323	0,0207	0,00
1:25					
(1)	17,240	0,811	14,637	0,0157	0,01
1:25					
(2)	17,228	0,312	6,092	0,0140	0,00
1:25					
(3)	17,227	0,354	6,737	0,0163	0,01

Lampiran 6. Hasil KG-SM



Gambar Kromatogram dari variasi rasio optimum (1:5)

Tabel interpretasi oleh data base spektra massa pada puncak-puncak terpilih

No	Retention Time	Area %	Compound Name	Molecular Formula	Molecular Weight
SATURATED					
1.	20.42	0.03	Dodecanoic acid	C ₁₃ H ₂₆ O ₂	214
2.	22.82	0.28	Myristic acid	C ₁₅ H ₃₀ O ₂	242
3.	24.56	0.03	Pentadecanoic acid	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270
4.	24.56	0.03	Hexadecenoic acid	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270
5.	24.56	0.03	Octadecanoic acid	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298
6.	24.95	5.72	Hexadecanoic acid	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270
7.	26.93	0.72	Methyl stearate	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298
8.	29.22	0.10	Hexadecadienoic acid	C ₁₇ H ₃₀ O ₂	266
9.	36.39	0.06	Oxalic acid	C ₂₁ H ₃₈ O ₄	354
TOTAL		8.00%			
UNSATURATED					
1.	23.23	0.07	9-octadecanoic acid	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	282
2.	24.50	0.02	17-Octadecyonic acid	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	280
3.	24.56	0.03	Cyclopentanetridecanoic acid	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296
4.	24.74	0.14	9-Hexadecanoic acid	C ₁₇ H ₃₂ O ₂	268
5.	26.67	1.80	11-Octadecanoic Acid	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296
6.	28.73	8.66	5,8,11,14-Eicosatetraenoic Acid (all-z) Arachidonic Acid	C ₂₁ H ₃₄ O ₂	318
7.	28.95	0.86	7,10,13-Eicosatrienoic acid	C ₂₁ H ₃₆ O ₂	320
8.	29.22	0.10	11,14-eicosadienoic acid	C ₂₁ H ₃₆ O ₂	322
9.	29.29	0.06	CIS-11-Eicosenoic acid	C ₂₁ H ₄₀ O ₂	324
10.	29.63	0.03	Eicosanoic acid	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	326
11.	31.10	0.03	8,11,14-Docosatrienoic acid	C ₂₃ H ₄₀ O ₂	348
12.	31.18	0.09	5,8,11,14-Eicosa-tetraenoic acid	C ₂₁ H ₃₄ O ₂	318
13.	33.12	0.17	15-Tetracosenoic acid	C ₂₅ H ₄₈ O ₂	380
14.	33.27	0.21	Tetracosanoic acid	C ₂₅ H ₅₀ O ₂	382
15.	36.39	0.06	Fumaric acid	C ₂₉ H ₅₄ O ₄	466
TOTAL		15,23%			

Lampiran 7. Hasil Tabel ANOVA

Analisis ANOVA Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi

ANOVA					
perbandingan					
	Sum of Squares	Df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	1870.061	2	935.030	79.100	.000
Within Groups	70.925	6	11.821		
Total	1940.986	8			

Hasil diatas menunjukkan nilai (signifikasnsi) Sig. 0,000 dimana $< 0,05$ sehingga dapat diinterpretasikan variasi antar grup berbeda secara signifikan.

Multiple Comparisons

Dependent Variable: perbandingan

Tukey HSD

(I) ulangan	(J) ulangan	Mean Difference (I- J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
50	150	-33.6393000*	2.8072291	.000	-42.252650	-25.025950
	250	-26.1109667*	2.8072291	.000	-34.724316	-17.497617
150	50	33.6393000*	2.8072291	.000	25.025950	42.252650
	250	7.5283333	2.8072291	.081	-1.085016	16.141683
250	50	26.1109667*	2.8072291	.000	17.497617	34.724316
	150	-7.5283333	2.8072291	.081	-16.141683	1.085016

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

Analisis ANOVA Produk Metil Ester pada Kromatogram

ANOVA					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.001	2	.000	36.125	.000
Within Groups	.000	6	.000		
Total	.001	8			

Hasil diatas menunjukkan nilai (signifikasnsi) Sig. 0,000 dimana $< 0,05$ sehingga dapat diinterpretasikan variasi antar grup berbeda secara signifikan.

Multiple Comparisons

Dependent Variable: perbandingan

Tukey HSD

(I) ulangan	(J) ulangan	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
50	150	.0170000*	.0030074	.003	.007772	.026228
	250	.0250333*	.0030074	.000	.015806	.034261
150	50	-.0170000*	.0030074	.003	-.026228	-.007772
	250	.0080333	.0030074	.082	-.001194	.017261
250	50	-.0250333*	.0030074	.000	-.034261	-.015806
	150	-.0080333	.0030074	.082	-.017261	.001194

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.