

**KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA
MERAH (*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI
MENGUNAKAN KATALIS KOH DENGAN VARIASI
WAKTU REAKSI**

SKRIPSI

**Oleh:
HANUNG MIRZA SALSABILA
NIM. 19630024**



**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
MENGUNAKAN KATALIS KOH DENGAN VARIASI
WAKTU REAKSI**

SKRIPSI

**Oleh:
HANUNG MIRZA SALSABILA
NIM. 19630024**

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

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

HALAMAN PERSETUJUAN

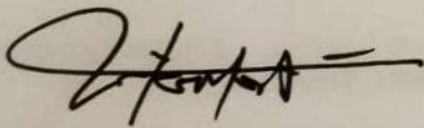
KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA
MERAH (*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI
MENGUNAKAN KATALIS KOH DENGAN VARIASI
WAKTU REAKSI

SKRIPSI

Oleh:
HANUNG MIRZA SALSABILA
NIM. 19630024

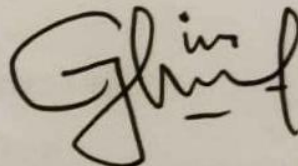
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: Desember 2023

Pembimbing I



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

Pembimbing II



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

Mengetahui,
Ketua Program Studi Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang



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

HALAMAN PENGESAHAN

KARAKTERISASI METIL ESTER (BIODIESEL) DARI ALGA
MERAH (*Gracilaria verrucosa*) HASIL TRANSESTERIFIKASI
MENGUNAKAN KATALIS KOH DENGAN VARIASI
WAKTU REAKSI

SKRIPSI

Oleh:
HANUNG MIRZA SALSABILA
NIM. 19630024

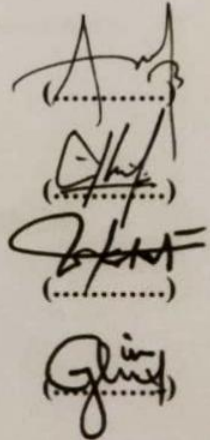
Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: Desember 2023

Penguji Utama : Dr. Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

Anggota Penguji I : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

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 dan Mengesahkan,
Ketua Program Studi Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810311 200801 2 010

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Hanung Mirza Salsabila
NIM : 19630024
Program Studi : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Skripsi : Karakterisasi Metil Ester (Biodiesel) Dari Alga Merah (*Gracilaria verrucosa*) Hasil Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH Dengan Variasi Waktu Reaksi

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa Skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan, atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka.

Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini merupakan hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 15 Desember 2023
Yang membuat pernyataan,



Hanung Mirza Salsabila
NIM.19630024

HALAMAN MOTTO

“Selalu ada harga dalam sebuah proses. Nikmati saja lelah-lelah itu. Lebarakan lagi rasa sabar itu. Semua yang kau investasikan untuk menjadi dirimu serupa yang kau impikan, mungkin tidak akan selalu lancar. Tapi, gelombang-gelombang itu yang nanti bisa kau ceritakan”
(Boy Candra)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Ku Persembahkan Skripsi Ini Untuk Yang Selalu Bertanya :

”Kapan Skripsimu Selesai ?”

Terlambat lulus atau lulus tidak tepat waktu bukanlah sebuah kejahatan, bukan pula sebuah aib. Alangkah kerdilnya jika mengukur kecerdasan seseorang hanya dari siapa yang paling cepat lulus. Bukankan sebaik-baiknya skripsi adalah skripsi yang selesai?

Karena mungkin ada suatu hal dibalik terlambatnya mereka lulus, dan percayalah, alasan saya disini merupakan alasan yang sepenuhnya baik.

Mama, Bapak Skripsi Ini Untuk Kalian.

Terimakasih tidak pernah menuntut saya untuk harus lulus 8 semester tapi saya tahu pasti kalian menantikannya, dan terimakasih atas doa dan supportnya.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan Proposal Penelitian yang berjudul **“Karakterisasi Metil Ester (Biodiesel) Dari Alga Merah (*Gracilaria verrucosa*) Hasil Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH Dengan Variasi Waktu“**. Shalawat serta salam semoga selalu tetap tercurahkan kepada baginda Nabi Muhammad SAW yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan islam. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penulisan Proposal Penelitian ini. Ucapan terima kasih ini, penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, M.A., selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Hariani, M.Si., selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Rachmawati Ningsih, M. Si., selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Dr. Tri Kustono Adi, S.Si., M. Sc., selaku pembimbing utama dan Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si., selaku pembimbing agama yang sabar memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat selama penulis menyusun proposal ini.
5. Seluruh dosen beserta staf Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Univesitas Islam Negeri (UIN)n Maulana Malik Ibrahim Malang

yang telah memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman dan wawasan yang banyak bagi penulis.

6. Orang tua tercinta dan adikku tersayang yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moral maupun materil yang tak mungkin terbalaskan
7. Rekan organisasi saya, HIMASKA HELIUM, IKAHIMKI dan DEMA FST UIN Mulana Malik Ibrahim Malang atas pengalaman dan supportnya

Akhir kata, Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh sebab itu, penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana menuangkan ide dengan memanfaatkan potensi alga merah *Gracilaria verrucosa* sebagai bahan bakar biodiesel yang terbarukan, serta menjadi sarana pembuka ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, 12 Desember 2023

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGANTAR | ii |
| HALAMAN PERSETUJUAN | iii |
| HALAMAN PENGESAHAN | iv |
| PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN | ii |
| HALAMAN MOTTO | vi |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | vii |
| DAFTAR ISI | x |
| DAFTAR GAMBAR | xii |
| DAFTAR TABEL | xiii |
| ABSTRAK | xiv |
| ABSTRACT | xv |
| ملخص البحث | xvi |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 4 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 4 |
| 1.4 Batasan Masalah | 5 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 6 |
| BAB II STUDI PUSTAKA | 7 |
| 2.1 Alga Merah (<i>Gracilaria verrucosa</i>) | 7 |
| 2.2 Biodiesel | 11 |
| 2.3 Metode Ekstraksi Maserasi | 15 |
| 2.4 Reaksi Transesterifikasi | 17 |
| 2.5 Karakterisasi Biodiesel | 20 |
| 2.5.1 Analisis Gugus Metil Ester dengan FT-IR (<i>Fourier Transform Infrared</i>) Spektroskopi | 20 |
| 2.5.2 Analisis Metil Ester dengan Kromatografi Gas – Spektrometri Massa | 21 |
| 2.5.3 Uji Titik Nyala | 24 |
| 2.5.4 Densitas | 25 |
| 2.5.5 Viskositas | 26 |
| 2.5.6 Angka Keasaman | 26 |
| 2.5.7 Kadar Air | 27 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | 28 |
| 3.1 Waktu dan Tempat | 28 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 28 |
| 3.2.1 Alat | 28 |
| 3.2.2 Bahan | 28 |
| 3.3 Rancangan Penelitian | 29 |
| 3.4 Tahapan Penelitian | 31 |
| 3.5 Pelaksanaan Penelitian | 32 |
| 3.5.1 Preparasi Sampel <i>Gracilaria verrucosa</i> | 32 |
| 3.5.2 Ekstraksi Lipid <i>Gracilaria verrucosa</i> dengan metode Maserasi | 32 |

| | |
|---|-----------|
| 3.5.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas..... | 33 |
| 3.5.4 Esterifikasi..... | 34 |
| 3.5.5 Transesterifikasi Asam Lemak Bebas Menjadi Metil Ester..... | 34 |
| 3.6 Uji Karakteristik Hasil Metil Ester (Biodiesel)..... | 35 |
| 3.6.1 Identifikasi Gugus Metil Ester dengan FT-IR (<i>Fourier Transform Infrared</i>) Spektroskopi..... | 36 |
| 3.6.2 Identifikasi Senyawa Metil Ester dengan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KG-SM)..... | 37 |
| 3.6.3 Uji Densitas Produk Metil Ester | 40 |
| 3.6.4 Uji Viskositas Produk Metil Ester..... | 41 |
| 3.6.5 Uji Titik Nyala Produk Metil Ester..... | 42 |
| 3.6.6 Uji Angka Keasaman Produk Metil Ester..... | 42 |
| BAB IV PEMBAHASAN..... | 44 |
| 4.1 Preparasi Sampel..... | 44 |
| 4.2 Ekstraksi Lipid <i>Gracilaria verrucosa</i> dengan metode Maserasi | 44 |
| 4.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) Hasil Esktraksi | 45 |
| 4.4 Proses Transesterifikasi..... | 47 |
| 4.5 Identifikasi Gugus Metil Ester dengan FT-IR (<i>Fourier Transform Infrared</i>) Spektroskopi | 50 |
| 4.6 Identifikasi Senyawa Metil Ester dengan Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KG-SM)..... | 52 |
| 4.7 Hasil Uji Karakteristik Produk Metil Ester..... | 59 |
| 4.8 Hasil Pembahasan Senyawa Metil Ester (Biodiesel) dalam Prespektif Islam .60 | |
| BAB V PENUTUP..... | 66 |
| 5.1 KESIMPULAN..... | 66 |
| 5.2 SARAN | 66 |
| DAFTAR PUSTAKA | 68 |
| LAMPIRAN..... | 73 |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2.1 <i>Gracilaria verrucosa</i> (Dokumentasi pribadi) | 9 |
| Gambar 2.2 Struktur molekul trigliserida | 10 |
| Gambar 2.3 Reaksi pembentukan senyawa biodiesel | 13 |
| Gambar 2.4 Reaksi Esterifikasi dan Transterifikasi..... | 14 |
| Gambar 2.5 Fragmentasi Metil Palmitat Hasil Identifikasi KG-SM..... | 24 |
| Gambar 4.1 Hasil Analisis Asam Lemak Bebas (FFA) | 47 |
| Gambar 4.2 Proses pemisahan (a) Proses pencucian (b)..... | 48 |
| Gambar 4.3 Spektrum FT-IR minyak <i>Gracilaria verrucosa</i> sebelum..... | 51 |
| Gambar 4.4 Hasil Kromatogram Berbagai Variasi | 54 |
| Gambar 4.5 Kromatogram Produk Biodiesel <i>Gracilaria verrucosa</i> | 55 |

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 2.1 Tabel Standar dan Mutu Biodiesel (SK Dirjen EBTKE No.189/2019) | 15 |
| Tabel 2.2 Senyawa yang dihasilkan dari Analisis KG-SM dan Pola Fragmentasinya | 22 |
| Tabel 2.3 Presentase Komposisi Senyawa Hasil Analisa KG-SM | 23 |
| Tabel 3.1 Rancangan Penelitian Analisis One Way ANOVA | 40 |
| Tabel 4.1 Rata-rata massa produk biodiesel dari variasi waktu reaksi transesterifikasi | 49 |
| Tabel 4.2 Data FT-IR minyak <i>Gracilaria verrucosa</i> hasil ekstraksi dan hasil reaksi transesterifikasi | 52 |
| Tabel 4.3 Tabel Interpretasi Hasil Kromatogram | 55 |
| Tabel 4.4 Kandungan Senyawa Produk Biodiesel <i>Gracilaria verrucosa</i> | 58 |
| Tabel 4.5 Hasil Karakteristik Produk Biodiesel | 59 |

ABSTRAK

Salsabila, Hanung M. 2022. **Karakterisasi Metil Ester (Biodiesel) dari Alga Merah (*Gracilaria verrucosa*) Hasil Transesterifikasi Menggunakan Katalis KOH dengan Variasi Waktu Reaksi.** *Skripsi*. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Dosen Pembimbing I : Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc; Pembimbing II : A. Ghanaim Fasya, M.Si

Kata kunci: *Gracilaria verrucosa*, Ekstraksi Maerasi, Biodiesel, dan KG-SM.

Biodiesel adalah salah satu alternatif yang dapat digunakan sebagai pengganti minyak diesel, yang dihasilkan dari minyak tumbuh-tumbuhan atau hewan. Biodiesel yang diperoleh dari makroalga tumbuhan *Gracilaria verrucosa* memiliki potensi sebagai bahan baku pembuatan biodiesel karena mengandung lipid yang dapat diubah menjadi biodiesel. Proses pembuatan biodiesel ini melibatkan proses esterifikasi/transesterifikasi.

Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi karakteristik metil ester yang dihasilkan dengan variasi waktu proses transesterifikasi yang optimal dalam produksi biodiesel. Untuk menghasilkan bahan baku biodiesel, lipid akan diekstraksi dari *Gracilaria verrucosa* menggunakan metode ekstraksi maserasi dengan pelarut n-heksana untuk menghasilkan asam lemak bebas. Proses transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan katalis KOH sebanyak 1% dengan perbandingan rasio mol minyak : metanol sebesar 1 : 15, pada suhu 60°C, dengan variasi waktu reaksi transesterifikasi selama 60, 90, dan 120 menit. Kualitas biodiesel dari *Gracilaria verrucosa* akan dinilai sesuai dengan SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019, dengan parameter utama yang diamati meliputi titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air. Selain itu, produk bahan baku biodiesel akan dikarakterisasi menggunakan instrumen FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Spektroskopi dan KG-SM (Kromatografi Gas - Spektrometri Massa)

Hasil penelitian menunjukkan bahwa berdasarkan penilaian kualitas biodiesel sesuai dengan spesifikasi yang tercantum dalam regulasi SK, asam lemak dari alga merah *Gracilaria verrucosa* menunjukkan potensi sebagai bahan baku biodiesel. Hasil terbaik diperoleh pada variasi waktu 90 menit, yang memenuhi standar sebagai biodiesel berdasarkan parameter titik nyala, viskositas, kadar air, dan kadar FFA sesuai dengan persyaratan dalam regulasi SK. Namun, nilai densitas pada perbandingan tersebut belum memenuhi standar mutu yang ditetapkan dalam regulasi SK yang sama.

ABSTRACT

Salsabila, Hanung M. 2022. **Characterization of Methyl Ester (Biodiesel) from Red Algae (*Gracilaria verrucosa*) Produced by Transesterification Using KOH Catalyst with Reaction Time Variation**. Undergraduate Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Dr. Tri Kustono Adi, M. Sc; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si.

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

Biodiesel is one of the alternatives that can be used as a substitute for diesel fuel, produced from plant or animal oils. Biodiesel obtained from the macroalga *Gracilaria verrucosa* has the potential as a raw material for biodiesel production because it contains lipids that can be converted into biodiesel. The biodiesel production process involves esterification/transesterification processes.

This research aims to identify the characteristics of methyl ester produced with varying transesterification process times that are optimal for biodiesel production. To obtain biodiesel raw materials, lipids will be extracted from *Gracilaria verrucosa* using the maceration extraction method with n-hexane solvent to produce free fatty acids. Transesterification is carried out using 1% KOH catalyst with a mol ratio of oil to methanol of 1:15, at a temperature of 60°C, with varying transesterification reaction times of 60, 90, and 120 minutes. The quality of biodiesel from *Gracilaria verrucosa* will be assessed in accordance with the regulations of the Directorate General of New and Renewable Energy and Energy Conservation No. 189.K/10/DJE/2019, with main parameters observed including flash point, density, viscosity, acidity number, and water content. In addition, the raw biodiesel product will be characterized using FT-IR (Fourier Transform Infrared) Spectroscopy and GC-MS (Gas Chromatography - Mass Spectrometry).

The research results indicate that based on the assessment of biodiesel quality according to the specifications outlined in the regulations, the fatty acids from the red algae *Gracilaria verrucosa* show potential as biodiesel raw materials. The best results were obtained with a 90-minute reaction time, which met the standards for biodiesel based on flash point, viscosity, water content, and FFA content as required by the regulations. However, the density value in this ratio did not yet meet the quality standards set in the same regulations.

ملخص البحث

سلسيلا، هانونغ م. ٢٠٢٣. توصيف إستر الميثيل (وقود الديزل الحيوي) من الطحالب الحمراء (جراسيلاريا فيروكوزا) نتائج الأسترة الترانسبيية باستخدام محفز KOH مع اختلاف وقت التفاعل. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: الدكتور تري كوستونو أدي، الماجستير؛ المشرف الثاني: أ. غنائم فسيا، الماجستير

الكلمات الرئيسية: جراسيلاريا فيروكوزا، استخراج التهوية، وقود الديزل الحيوي، و KG-SM وقود الديزل الحيوي هو أحد البدائل التي يمكن استخدامها كبديل لزيت الديزل، الذي يتم إنتاجه من الزيوت النباتية أو الحيوانية. وقود الديزل الحيوي الذي تم الحصول عليه من الطحالب الكبيرة النباتية (جراسيلاريا فيروكوزا) لديه القدرة كمادة خام لصنع وقود الديزل الحيوي لأنه يحتوي على الدهون التي يمكن تحويلها إلى وقود الديزل الحيوي. تتضمن عملية صنع وقود الديزل الحيوي عملية الأسترة/ الأسترة العابرة. يهدف هذا البحث إلى تحديد خصائص استرات الميثيل المنتجة مع التغيرات الزمنية المثلى لعملية الأسترة التبادلية في إنتاج الديزل الحيوي. لإنتاج مادة وسيطة للديزل الحيوي، سيتم استخراج الدهون من (جراسيلاريا فيروكوزا) باستخدام طريقة استخراج النقع مع مذيب n-hexane لإنتاج الأحماض الدهنية الحرة. تتم عملية الأسترة العابرة باستخدام محفز KOH بنسبة تصل إلى ١٪ مع نسبة مولات الزيت: الميثانول من ١ : ١٥، عند درجة حرارة ٦٠ درجة مئوية، مع اختلافات في وقت تفاعل الأسترة العابرة لمدة ٦٠ و ٩٠ و ١٢٠ دقيقة. سيتم تقييم جودة وقود الديزل الحيوي من جراسيلاريا فيروكوزا وفقا لمرسوم المدير العام ل EBTKE رقم ١٨٩ / K . ١٠ / DJE / ٢٠١٩ ، مع ملاحظة المعلمات الرئيسية بما في ذلك نقطة الوميض والكثافة واللزوجة وعدد الحموضة ومحتوى الرطوبة. بالإضافة إلى ذلك، سيتم تمييز منتجات لقيم الديزل الحيوي باستخدام التحليل الطيفي FT-IR (تحويل فورييه بالأشعة تحت الحمراء) وأدوات KG-SM كروماتوغرافيا الغاز - قياس الطيف الكتلي. أظهرت النتائج أنها بناء على تقييم جودة وقود الديزل الحيوي وفقا للمواصفات المدرجة في لائحة SK ، أظهرت الأحماض الدهنية من الطحالب الحمراء جراسيلاريا فيروكوزا إمكانات كمواد وسيطة للديزل الحيوي. تم الحصول على أفضل النتائج في اختلاف زمني قدره ٩٠ دقيقة ، والتي استوفت معايير وقود الديزل الحيوي بناء على معلمات نقطة الوميض واللزوجة ومحتوى الرطوبة ومحتوى FFA وفقا لمتطلبات لائحة SK. ومع ذلك، فإن قيمة الكثافة في المقارنة لم تستوف معايير الجودة المنصوص عليها في نفس لائحة المرسوم.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah SWT. Berfirman dalam Q.S az Zumar ayat 21:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَسَلَكَهُ يَنَابِيعَ فِي الْأَرْضِ ثُمَّ يُخْرِجُ بِهِ زَرْعًا مُخْتَلِفًا
أَلْوَانُهُ ثُمَّ يَهَيِّجُ فَتْرَهُ مُمْصَفًا ثُمَّ يَجْعَلُهُ حُطَامًا إِنَّ فِي ذَلِكَ لَذِكْرًا لِأُولِي الْأَبْصَارِ

Artinya : “Apakah engkau tidak memperhatikan, bahwa Allah menurunkan air dari langit, lalu diaturnya menjadi sumber-sumber air di bumi, kemudian dengan air itu ditumbuhkan-Nya tanam-tanaman yang bermacam-macam warnanya, kemudian menjadi kering, lalu engkau melihatnya kekuning-kuningan, kemudian dijadikanNya hancur berderai-derai. Sungguh, pada yang demikian itu terdapat pelajaran bagi orang-orang yang mempunyai akal sehat”.

Sesungguhnya Allah SWT Maha Kuasa dalam menciptakan segala sesuatu yang dikehendaki-Nya. Sebagaimana pada surah az Zumar ayat 21 bahwa telah ditunjukkan bagaimana hebatnya Allah SWT menciptakan berbagai macam tanaman. *“Kemudian, ditumbuhkan-Nya dengan air itu tanaman-tanaman yang bermacam-macam warnanya,”* yaitu, kemudian dengan air yang turun dari langit dan yang muncul dari bumi itu, dia tumbuhkan tanaman-tanaman yang bermacam-macam : yaitu warna, bentuk, rasa, bau dan manfaatnya (Atsari, 2004). Surah ini bermakna bahwa tanaman yang ada di bumi sangatlah bermacam- macam mulai dari bentuk, warna, rasa, dan kebermanfaatannya. Hal tersebut memungkinkan bahwa kandungan senyawa aktif metabolit primer yang terdapat pada tanaman berbeda-beda dan dapat dimanfaatkan oleh manusia. Salah satu contoh tanaman yang memiliki untuk dimanfaatkan sebagai sumber energi terbarukan adalah alga.

Alga merupakan tumbuhan tingkat rendah yang tidak memiliki perbedaan susunan kerangka seperti akar, batang dan daun meskipun tampak seperti ada perbedaan akan tetapi sebenarnya hanya bentuk thallus. Berdasarkan ukurannya alga dapat dibedakan menjadi dua yaitu mikroalga dan makroalga. Mikroalga berukuran sangat kecil dan hanya bisa dilihat melalui mikroskop sedangkan makroalga berukuran besar sehingga dapat dilihat tanpa bantuan alat. Makroalga merupakan sumber energi terbarukan yang potensial dalam lingkungan laut dan pesisir laut. Makroalga terbagi dalam empat golongan dasar, yaitu alga biru-hijau (*Cyanophyta/Cyanobacteria*), alga hijau (*Chlorophyta*), alga coklat (*Phaeophyta*), dan alga merah (*Rhodophyta*) (Soenardjo, 2011). Dari keempat golongan tersebut, yang paling bervariasi jenisnya adalah alga merah. Alga merah merupakan salah satu organisme laut yang dapat menyediakan sumber bahan alam dalam jumlah yang melimpah dan mudah untuk dibudidayakan. Alga merah berjenis *Gracilaria verrucosa* merupakan salah satu alga yang mempunyai 3 komponen zat utama yang terkandung didalamnya yaitu karbohidrat, protein dan trigliserida. Karbohidrat dan protein dijadikan sebagai produk industri sedangkan trigliserida dapat diubah menjadi *fatty acid*. Minyak nabati tersebut akan dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel. Biodiesel adalah bahan bakar yang terbuat dari minyak tumbuh-tumbuhan atau lemak hewan. Biodiesel dikenal sebagai bahan bakar yang ramah lingkungan dan menghasilkan emisi gas buang yang relatif lebih bersih dibandingkan bahan bakar konvensional. Biodiesel ini dapat diperoleh dari ekstrak minyak yang terdapat pada tanaman-tanaman maupun pada hewan.

Tahapan pengolahan biodiesel dari makroalga terdiri dari tahap

pengeringan, ekstraksi alga menjadi minyak nabati dan transesterifikasi minyak nabati menjadi metil ester. Pengeringan pada makroalga menggunakan oven pengering sedangkan ekstraksi minyak pada makroalga menggunakan metode maserasi dengan pelarut n-heksana. Pelarut n-heksana merupakan senyawa non polar sehingga dapat dengan efektif melarutkan minyak yang dasarnya adalah senyawa non polar. Minyak alga yang telah diekstrak merupakan senyawa trigliserida yang selanjutnya dilakukan proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi trigliserida menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) atau yang disebut dengan biodiesel, dilakukan dengan pencampuran minyak nabati dengan alkohol dan katalis yang dapat berupa basa ataupun asam (Prawita, 2017). Pada proses reaksi transesterifikasi, dapat terjadi *reversible* atau reaksi bolak balik sehingga metil ester yang terbentuk dapat bereaksi kembali menjadi trigliserida. Kadar metil ester pada biodiesel dipengaruhi oleh waktu reaksi serta katalis yang digunakan (Faizal, 2013).

Penelitian yang dilakukan oleh (Busyairi *et al.*, 2020) hasil pengujian kadar metil ester dengan katalis KOH sebesar 98,42% dan untuk penggunaan katalis NaOH didapatkan kadar metil ester sebesar 98,29%. Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh (Rezeika, 2017) telah melakukan sintesis biodiesel dengan katalis NaOH variasi waktu reaksi transesterifikasi didapatkan persen hasil tertinggi pada variasi waktu 60 sebesar 93,92%. Penelitian ini akan membahas bagaimana proses pembuatan metil ester (biodiesel) dan waktu optimal reaksi transesterifikasi dari variasi waktu 60, 90 dan 120 menit dalam menghasilkan % metil ester serta karakteristik biodiesel yang dihasilkan dari jenis *Gracilaria verrucosa* sehingga dapat diketahui karakteristik dan jumlah yang dihasilkan dari

biodiesel makroalga tersebut.

Uji FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) digunakan untuk membuktikan bahwa ada tidaknya gugus metil ester yang terdapat pada sampel dan setelah proses reaksi transesterifikasi. Kemudian dilakukan uji identifikasi biodiesel hasil sintesis dianalisis dengan instrument KG-SM (kromatografi gas spektrometri massa) untuk memastikan hasil yang diperoleh benar merupakan metil ester (biodiesel) dan % area yang paling besar dari variasi waktu. Variasi waktu paling optimal dalam menghasilkan % metil ester (biodiesel) yang telah diperoleh akan diuji karakteristiknya melalui uji lab sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 tentang standar dan mutu (spesifikasi) Bahan Bakar Nabati (Biofuel) jenis biodiesel sebagai bahan bakar lain yang dipasarkan di dalam negeri. Sifat fisika-kimia lipid dari *Gracilaria verrucosa* dilakukan uji karakterisasi, fitur yang dianalisis meliputi densitas, titik nyala, viskositas, angka keasaman, dan kadar air.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan permasalahan yang telah dipaparkan di atas dapat dirumuskan beberapa permasalahan antara lain:

1. Berapa lama waktu optimal reaksi transesterifikasi dengan katalis KOH ?
2. Bagaimana karakter fisik metil ester produk reaksi transesterifikasi tersebut?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan perumusan masalah diatas, penelitian ini memiliki tujuan sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui waktu optimal reaksi transesterifikasi tersebut.

2. Untuk mengetahui karakter metil ester produk reaksi transesterifikasi tersebut.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Sampel yang digunakan adalah alga merah berjenis *Gracilaria verrucosa* dari Jabon Sidoarjo Jawa Timur.
2. Metode pengambilan lipid menggunakan ekstraksi maserasi dengan memakai pelarut n-heksana.
3. Proses pembuatan metil ester (biodiesel) tersebut dilakukan melalui reaksi transesterifikasi asam lemak hasil ekstraksi maserasi.
4. Variasi waktu yang digunakan dalam proses transesterifikasi yaitu 60, 90 dan 120 menit.
5. Karakterisasi metil ester (biodiesel) *Gracilaria verrucosa* dianalisis dengan menggunakan FT-IR instrument (*Fourier Transform Infrared*) Spektroskopi dan KG-SM (Kromatografi Gas Spektrofotometri Massa).
6. Uji parameter dilakukan dari hasil karakterisasi KG-SM yang paling optimal dari variasi waktu.
7. Standar mutu bahan baku biodiesel yang digunakan sebagai pembanding adalah SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 tentang standar dan mutu (spesifikasi) Bahan Bakar Nabati (Biofuel) jenis biodiesel sebagai bahan bakar lain yang dipasarkan di dalam negeri.
8. Analisis yang dilakukan pada metil ester (biodiesel) yang dihasilkan meliputi uji titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman dan kadar air.

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Memberikan wawasan baru bagi penulis dan pembaca mengenai pemanfaatan makroalga *Gracilaria verrucosa* sebagai bahan alternatif energi.
2. Memberikan informasi ilmiah tentang apakah kualitas metil ester (biodiesel) dari bahan baku *Gracilaria verrucosa* telah sesuai atau tidak sesuai dengan acuan kualitas biodiesel berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019.
3. Meningkatkan IPTEK (Ilmu Pengetahuan dan Teknologi) khususnya dalam pembuatan biodiesel.
4. Memberikan informasi yang bermanfaat dan berguna dalam upaya mentadabburi firman Allah dalam QS. z Zumar ayat 21.

BAB II

STUDI PUSTAKA

2.1 Alga Merah (*Gracilaria verrucosa*)

Allah SWT. Berfirman dalam QS. al An`am ayat : 99

وَهُوَ الَّذِي أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ نَبَاتَ كُلِّ شَيْءٍ فَأَخْرَجْنَا مِنْهُ خَضِرًا
نُخْرِجُ مِنْهُ حَبًّا مُتَرَاكِبًا وَمِنَ النَّخْلِ مِنَ النَّخْلِ مِنْ طَلْعِهَا قِنْوَانٌ دَانِيَةٌ وَجَنَّاتٍ مِنْ أَعْنَابٍ
وَالزَّيْتُونِ وَالرَّيْحَانِ مُمْتَثِبَةً وَغَيْرِ مُتَشَابِهٍ أَنْظُرُوا إِلَى ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَيَنْعِهِ إِنَّ فِي ذَلِكَُمْ
لَآيَاتٍ لِقَوْمٍ يُؤْمِنُونَ

Artinya : “Dialah yang menurunkan air dari langit lalu dengannya Kami menumbuhkan segala macam tumbuhan. Maka, darinya Kami mengeluarkan tanaman yang menghijau. Darinya Kami mengeluarkan butir yang bertumpuk (banyak). Dari mayang kurma (mengurai) tangkai-tangkai yang menjuntai. (Kami menumbuhkan) kebun-kebun anggur. (Kami menumbuhkan pula) zaitun dan delima yang serupa dan yang tidak serupa. Perhatikanlah buahnya pada waktu berbuah dan menjadi masak. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang beriman”.

Berdasarkan surah al An`am ayat 99 dengan kalimat “*wahuwalladzii anzala minassamaai maan*” yang artinya Allah telah menurunkan air hujan dari langit. Makna dari kalimat tersebut adalah betapa indahnya karunia Allah yang menurunkan sesuatu (air hujan) dari langit untuk menyuburkan bagi hamba-hambaNya dan sebagai karunia dan rahmat dari Allah untuk semua makhluk. Kemudian dilanjutkan dengan kalimat “*faakhrajna bihi nabaata kulli syaiin*” artinya dari air hujan, Allah menciptakan segala sesuatu yang hidup (Ibnu Katsir, 2002), termasuk berbagai jenis tanaman-tanaman yang berbeda baik dalam bentuk maupun manfaatnya. Shihab (2002) menafsirkan bahwa tumbuhan yang baik tumbuh pada tanah yang subur dan memiliki manfaat di dalamnya. Tanah sebagai

tempat tumbuh dan air yang menyiraminya berasal dari satu sumber yang sama akan tetapi bentuk, jenis dan rasa dari setiap tumbuhan dapat beraneka ragam (Ash-Shiddieqy, 2000). Dari ayat ini dapat dipahami bahwa Allah menciptakan berbagai tumbuhan sebagai tanda kekuasaan Allah. Dengan mengetahui potensi masing-masing tumbuhan diharapkan dapat memperkuat keimanan dan ketakwaan karena orang beriman akan selalu memikirkan jenis ciptaannya yang berbeda-beda. Sebagai makhluk Tuhan yang berakal, sudah selayaknya kita memperhatikan tumbuh-tumbuhan yang diciptakan-Nya dengan berbagai manfaat. Salah satunya adalah melakukan penelitian tentang manfaat alga merah *Gracilaria verrucosa*.

Alga merah *Gracilaria verrucosa* merupakan salah satu biota laut yang tidak bisa dibedakan antara daun, batang, dan pangkal, sehingga bagian dari tubuhnya disebut talus. Talus memiliki berbagai kandungan pigmen yang terdiri dari *Chlorophyceae*, *Phaeophyceae* dan *Rhodophyceae* (Soenardjo, 2011).

Menurut Mustofa (2013) bahwa sistematika makroalga *Gracilaria verrucosa* dapat digolongkan sebagai berikut :

| | |
|-------------|-------------------------------|
| Kingdom | : <i>Plantae</i> |
| Sub Kingdom | : <i>Rhodoplantae</i> |
| Divisio | : <i>Eurhodophyta</i> |
| Kelas | : <i>Rodhopycease</i> |
| Ordo | : <i>Gigartinales</i> |
| Familia | : <i>Gracilariacease</i> |
| Genus | : <i>Gracilaria</i> |
| Species | : <i>Gracilaria verrucosa</i> |



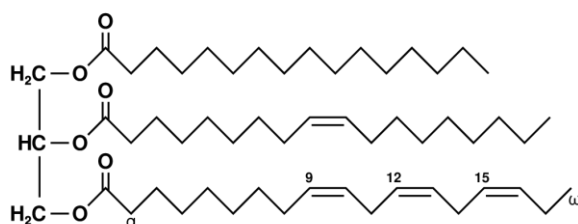
Gambar 2. 1 *Gracilaria verrucosa* (Dokumentasi pribadi)

Gracilaria merupakan salah satu jenis rumput laut yang masuk kategori *agarophytes* (Saputra, 2012). Habitat *Gracilaria* pada umumnya dapat hidup sampai 300-1000 m dari pantai, salinitas air berkisar 12-30 per mil dengan suhu air berkisar antara 20-28°C, kedalaman air 0,5-1 meter dengan kondisi air jernih sehingga sinar matahari mampu menembus ke dalam air. Oleh karenanya jenis rumput laut *Gracilaria* sebaiknya dekat dengan muara sungai (Sudariastuty, 2011).

Gracilaria verrucosa adalah salah satu jenis yang sangat populer di masyarakat petani tambak Indonesia. Alga ini sering dibudidayakan di daerah tambak dengan kondisi air payau. *Gracilaria* membutuhkan substrat sebagai tempat menempel agar tetap pada tempatnya dan membutuhkan sinar matahari untuk proses fotosintesis. *Gracilaria* umumnya tumbuh lebih baik di tempat yang dangkal daripada di tempat dalam. Substrat tempat melekat dapat berupa batu, pasir, lumpur, dan lain-lain. Kebanyakan lebih menyukai intensitas cahaya matahari yang tinggi. Suhu merupakan faktor penting untuk pembiakan dan pertumbuhan.

Suhu optimum untuk pertumbuhan adalah antara 20-28°C dan tumbuh pada kisaran kadar garam yang tinggi.

Gracilaria verrucosa mengandung berbagai senyawa metabolit primer seperti karbohidrat, protein, dan lipid. Menurut Endrawati (2012) lipid adalah senyawa makro molekul penyusun sel yang tersusun dari atom-atom hidrogen, karbon dan oksigen. Di dalam sel alga *Gracilaria verrucosa*, komposisi atom hidrogen lebih banyak dibandingkan atom karbon dan oksigen. Lipid pada *Gracilaria verrucosa* pada umumnya menghasilkan asam lemak. Asam lemak yang biasa dijumpai adalah asam palmitat, dimana asam palmitat merupakan senyawa yang berpotensi sebagai biodiesel (Becker, 1994). Lipid dalam *Gracilaria verrucosa* terdiri dari lipid netral (trigliserida, digliserida, monogliserida, asam lemak bebas dan lipid polar (Wiyarno, 2014). Triglisierida atau triasilgliserol adalah sebuah gliserida yaitu ester dari gliserol dan tiga asam lemak rantai alkil yang panjang (Herperian *et al.*, 2014). Berikut merupakan struktur trigliserida yang ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. 2 Struktur molekul trigliserida

Asam lemak bebas adalah asam lemak yang terpisah dari trigliserid, digliserida, monogliserida, dan gliserin bebas. Hal ini disebabkan karena pemanasan dan terdapat air sehingga terjadi proses hidrolisis. Selain itu, oksidasi

juga dapat meningkatkan kadar asam lemak bebas dalam minyak nabati (Handayani, 2010).

2.2 Biodiesel

Allah SWT. Berfirman dalam QS. al Jasiyah ayat 13.

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَمَكَّرُونَ

Artinya : “Dia telah menundukkan (pula) untukmu apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi semuanya (sebagai rahmat) dari-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi kaum yang berpikir”.

Berdasarkan tafsiran dari Ibnu Katsir yang mana ayat tersebut menjelaskan bahwasanya Allah SWT telah menundukkan semua yang ada di bumi dan langit untuk dimanfaatkan oleh umat manusia. Pada ayat tersebut terutama pada lafadz *وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ* menjelaskan bahwasanya Allah SWT telah menundukkan segala hal yang ada pada bumi dan juga langit sebagai rahmat dari Allah SWT. Oleh sebab itu, kewajiban sebagai manusia untuk mengambil manfaat dari rahmat yang telah dianugerahkan oleh Allah SWT dengan cara yang bermanfaat. Terdapat banyak manfaat yang bisa kita peroleh dari rahmat Allah SWT, seperti berbagai sumber daya alam yang dapat kita manfaatkan sebagai energi terbarukan. Selain itu, penggunaan sumber daya alam tersebut dapat digunakan dalam menjaga lingkungan sekitar kita dari kerusakan atau pencemaran lingkungan. Namun, dalam mengambil manfaat tersebut, kita sebagai manusia perlu merenung dan berpikir lebih mendalam agar pemanfaatan sumber daya alam yang telah diberikan oleh Allah SWT ini dapat dijalankan dengan bijaksana. Adapun tujuan dari penundukan segala hal tersebut tak lain agar manusia dapat

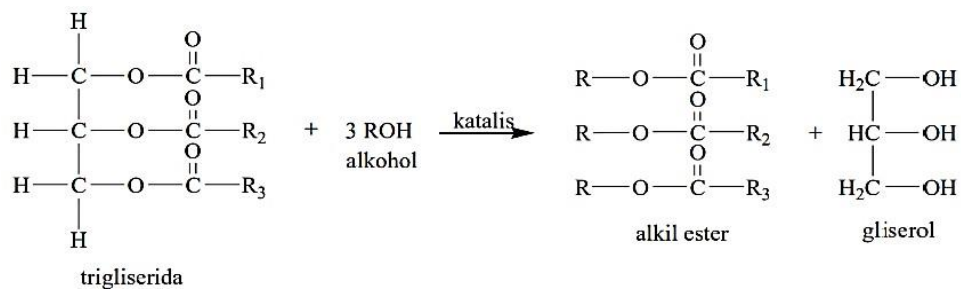
berpikir seperti pada lafadz لَا إِلَهَ إِلَّا اللَّهُ يَتَذَكَّرُونَ yang berarti benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum berfikir (Asy-Syaukani, 2012).

Berdasarkan firman Allah SWT diatas, kewajiban manusia untuk memanfaatkan sumber daya alam yang telah Allah ciptakan. Salah satu manfaat dari sumber daya alam yang telah Allah ciptakan yakni alga merah *Gracilaria verrucosa* sebagai bahan baku energi alternatif. Sumber energi alternatif dapat diperoleh dari pemanfaatan tumbuhan alga merah *Gracilaria verrucosa* karena tumbuhan memiliki klorofil (zat hijau daun) sehingga dapat mengalami fotosintesis. Selama pertumbuhannya, tumbuhan tidak hanya menghasilkan karbohidrat namun juga menghasilkan lipid. Dimana lipid tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi alternatif. Biodiesel merupakan salah bahan bakar alternatif menjanjikan yang memiliki beberapa kelebihan salah satunya sifatnya yang berkelanjutan (sustainable), adaptif dan ramah lingkungan.

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 disbanding bahan bakar fosil karena bersifat biodegradable dan tidak beracun. (Mahfud, 2018).

Biodiesel diperoleh dari reaksi minyak tanaman (trigliserida) dengan alkohol yang menggunakan katalis basa pada suhu dan komposisi tertentu,

sehingga di hasilkan dua zat yang disebut alkil ester (umumnya metil ester atau sering disebut biodiesel) dan gliserol. Proses reaksi ini disebut transesterifikasi (Hadrach *et al.*, 2018). Proses transesterifikasi adalah reaksi dari 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 *et al.*, 2020). Pada umumnya biodiesel diperoleh melalui sebuah proses reaksi kimia yakni transesterifikasi dengan katalis basa. Proses tersebut masuk ke dalam proses yang ekonomis dimana akan dihasilkan yield 98% pada tekanan dan suhu rendah. Gambar berikut menunjukkan proses reaksi kimia pembentukan senyawa biodiesel (Mahfud, 2018).

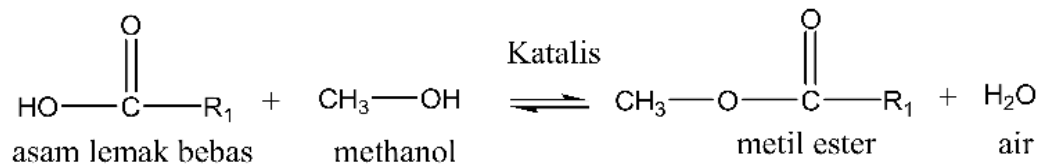


Gambar 2. 3 Reaksi pembentukan senyawa biodiesel

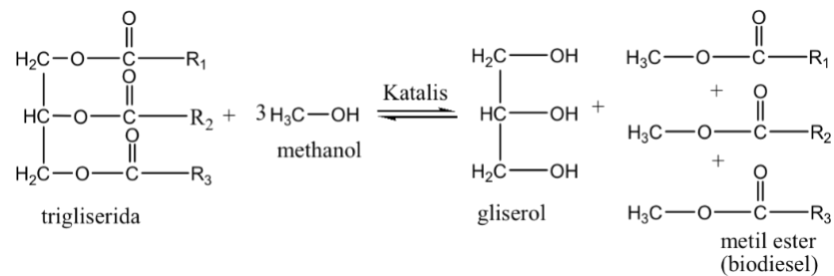
Tolak ukur berhasil atau tidaknya reaksi transesterifikasi dapat kita ketahui dengan pemisahan metil ester (biodiesel) dan lapisan gliserol setelah waktu reaksi selesai. Pembuatan biodiesel dapat dilakukan melalui dua jalur reaksi, yaitu esterifikasi dan transesterifikasi. Esterifikasi merupakan proses 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). Proses esterifikasi dengan katalis asam dilakukan jika minyak nabati

mengandung FFA diatas 5%. Karena jika FFA tinggi diatas 5% langsung dilakukan proses transesterifikasi dengan katalis basa FFA akan bereaksi dengan katalis membentuk sabun. Sedangkan transesterifikasi atau yang disebut reaksi alkoholisis merupakan proses yang merekasikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek. Berdasarkan jenis alkoholnya yang masuk kategori sumber/pemasok gugus alkil, metanol adalah yang paling umum digunakan. Selain dari segi harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi disebut metanolisis). Berikut merupakan persamaan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi.

Reaksi esterifikasi :



Reaksi transesterifikasi :



Gambar 2. 4 Reaksi Esterifikasi dan Transterifikasi

Standar mutu biodiesel ditentukan untuk menjamin bahwa biodiesel yang diproduksi aman dan layak untuk dijadikan bahan bakar. Berdasarkan 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 (Biofuel) jenis biodiesel sebagai bahan bakar lain yang dipasarkan di Dalam Negeri.

Tabel 2. 1 Tabel Standar dan Mutu Biodiesel (SK Dirjen EBTKE No. 189/2019).

| No | Parameter Uji | Satuan, Min/Maks | Standar Biodiesel |
|----|----------------------------------|--------------------------|----------------------|
| 1. | Massa jenis (Densitas) pada 40°C | Kg/m ³ | 850-890 |
| 2. | Viskositas kinematic pada 40°C | Mm ² /s (cSt) | 2,3-6,0 |
| 3. | Titik nyala (mangkok tertutup) | °C, min | 130 |
| 4. | Angka asam | % maks | 0,4 |
| 5. | Kadar air | %maks | 350 |

2.3 Metode Ekstraksi Maserasi

Penelitian ini menggunakan metode ekstraksi maserasi dalam pengambilan lipid *Gracilaria verucosa*. Maserasi merupakan salah satu proses ekstraksi simplisia yang menggunakan pelarut dengan beberapa kali pengocokan atau pengadukan pada suhu kamar. Metode maserasi digunakan untuk memperoleh komponen yang diinginkan dengan mengekstrak simplisia menggunakan pelarut tanpa suhu tinggi (Pratiwi, 2010). Proses maserasi sangat menguntungkan dalam isolasi senyawa bahan alam karena murah dan mudah dilakukan (Koirewoa & Wiyono, 2008). Maserasi cocok untuk mengekstrak komponen-komponen yang tidak tahan akan suhu tinggi (Pratiwi, 2010). Pada perendaman sampel tumbuhan akan terjadi pemecahan dinding dan membrane sel akibat perbedaan tekanan antara di dalam dan di luar sel. Pelarut yang mengalir ke dalam sel dapat menyebabkan protoplasma membengkak dan bahan kandungan sel akan larut sesuai dengan kelarutannya (Lenny, 2006). Lamanya waktu

ekstraksi menyebabkan terjadinya kontak antara sampel dan pelarut secara lebih intensif sehingga hasilnya juga bertambah sampai titik jenuh larutan. Kontak antara sampel dan pelarut dapat ditingkatkan apabila didukung dengan adanya pengocokan agar kontak antara sampel dan pelarut semakain sering terjadi, sehingga proses ekstraksi lebih sempurna.

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 suhu ruang Ekstraksi dengan metode maserasi memiliki kelebihan yaitu terjaminnya zat aktif yang diekstrak tidak rusak (Ningtyas, 2013). 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, 2014) melakukan ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella vulgaris* dengan maserasi dan sokhletasi. Dengan pelarut n-heksana. Ekstrak tersebut didapatkan rendemen minyak terbanyak pada metode maserasi dengan rendemen 15,775% sedangkan pada metode *sokhletasi* didapatkan sebesar 6,9%. (Adhik, 2011) dalam penelitiannya menyatakan bahwa ekstrak n-heksana *Chlorella sp.* menghasilkan rendemen yang lebih tinggi yakni 30,14% dibandingkan dengan ekstrak methanol 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 nheksana dapat mengekstrak minyak alga karena n-heksan memiliki kepolaran yang sama dengan kepolaran minyak (prinsip *like dissolves like*) kelarutan ini disebabkan oleh gaya tarik *Van der Waals* antara pelarut dan zat terlarut. (Adhik, 2011).

2.4 Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi lemak atau minyak dengan alkohol membentuk metil ester dan gliserol dengan bantuan katalis. Kelebihan dari metode ini adalah angka setana yang tinggi dan emisinya rendah. Menurut Marchetti *et al* (2010) transesterifikasi adalah reaksi pembentukan trigliserida, digliserida dan monogliserida yang termodifikasi ke dalam gliserol dengan katalis basa. Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi reversible dan alcohol berlebih akan bergeser ke kesetimbangan menuju sisi produk. Semakin lama waktu transesterifikasi menyebabkan trigliserida minyak semakin banyak yang terkonversi menjadi metil ester. Hal ini dikarenakan oleh jumlah trigliserida yang berkurang dan bereaksi dengan methanol membentuk asam lemak metil ester (Evy *et al.*, 2012).

Pada umumnya, reaksi transesterifikasi memiliki beberapa faktor yang sangat berpengaruh terhadap hasil akhir sintesis. Reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu :

1. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi maka metil ester yang diperoleh semakin banyak (Mahreni and Endang, 2011). 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. Pengaruh air dan asam lemak

Minyak nabati yang akan direaksikan dengan alkohol menggunakan katalis basa, harus memiliki angka asam yang lebih kecil dari 1. Kandungan asam lemak bebas yang disarankan yakni lebih kecil dari 0,5% (<0,5%). Semakin banyak air yang terdapat di dalam minyak, maka akan semakin menurunkan metil ester yang dihasilkan karena air akan bereaksi dengan katalis sehingga jumlah sisi aktif dari katalis akan semakin berkurang.

3. Perbandingan mol alkohol dan minyak

Salah satu faktor penting yang mempengaruhi hasil % rendemen biodiesel adalah perbandingan rasio molar. Perbandingan rasio molar akan berpengaruh terhadap kualitas dan rendemen biodiesel yang diperoleh. Semakin besar rasio molar minyak dan alkohol maka semakin rendah kandungan FFA yang terdapat dalam yield biodiesel. Pada penelitian yang dilakukan oleh Risa.,dkk, (2016) perbandingan mol alkohol dan minyak yaitu 1 : 3, 1 : 4, 1 : 5, dan 1 : 6 dengan durasi waktu 60 menit. Hasil metil ester

yang didapatkan pada rasio 1 : 3 yaitu 66,60% , pada rasio 1 : 4 yaitu 77,24%, pada rasio 1 : 5 yaitu 78,36% dan pada rasio 1 : 6 yaitu 80,06%.

4. Jenis alkohol

Metanol dapat menghasilkan ester lebih banyak dari pada jenis alkohol yang lainnya. Metanol merupakan gugus alkohol dengan rantai pendek, dan sering digunakan dikarenakan lebih ekonomis menghasilkan metil ester asam lemak (FAME) atau biodiesel dan gliserol sebagai produk sampingnya (Daryono, 2020). Untuk penambahan rasio metanol terhadap minyak yang tergantung dari jenis katalis yang digunakan, dan menjamin reaksi transesterifikasi berlangsung ke kanan maka perbandingan rasio molar methanol dengan minyak yang digunakan sebesar 6 : 1 untuk mendapatkan rendemen ester yang maksimum (Prihanto & Irawan, 2017).

5. Jenis katalis

Pada proses transesterifikasi akan berlangsung lambat dan membutuhkan suhu serta tekanan tinggi tanpa digunakannya katalis. Katalis basa biasanya banyak digunakan secara komersial karena proses transesterifikasi dengan katalis basa lebih cepat dibandingkan katalis asam (Fukuda *et al.*, 2001). Katalis yang sering digunakan untuk reaksi transesterifikasi yakni antara lain natrium hidroksida (NaOH), kalium hidroksida (KOH), natrium metoksida (NaOCH₃) dan kalium metoksida (KOCH₃).

6. Suhu reaksi

Reaksi transesterifikasi dilakukan pada suhu 60-70°C dengan menggunakan metanol. Semakin tinggi suhu maka jumlah metil ester yang

didapatkan akan semakin tinggi. Suhu rendah akan menghasilkan konversi yang lebih tinggi akan tetapi pada waktu reaksi yang lebih lama (Destianna, 2007).

2.5 Karakterisasi Biodiesel

Karakterisasi biodiesel meliputi analisis metil ester dengan menggunakan FT-IR dan KG-SM kemudian dilakukan uji standar dan mutu metil ester (biodiesel) yakni : uji titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman, dan kadar air.

2.5.1 Analisis Gugus Metil Ester dengan FT-IR (*Fourier Transform Infrared*)

Spektroskopi

FT-IR digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa bahan kimia organik maupun anorganik yang didasarkan pada vibrasi ikatan molekuler dan tipe ikatan molekul. Prinsip kerja FT-IR adalah interkasi antara energi radiasi elektromagnetik dengan materi yang menyebabkan terjadinya vibrasi molekul. Instrumentasi spektrum inframerah dibagi ke dalam tiga jenis radiasi yaitu inframerah dekat, inframerah pertengahan, dan inframerah jauh. Spektrum inframerah akan menghasilkan plot antara transmittan dengan bilangan gelombang (Hayati, 2007). Penelitian yang dilakukan oleh Taufiq (2015) biodiesel yang dihasilkan dari penelitian sintesis biodiesel dari minyak biji nyamplung menggunakan alat instrument FT-IR untuk membuktikan dan meyakinkan bahwa hasil penelitiannya memiliki gugus fungsi metil ester yang merupakan gugus fungsi utama dari biodiesel. Data spektrum yang dihasilkan pada masing-masing

variasi reaksi menunjukkan bahwa variasi reaksi tersebut memiliki gugus khas metil ester yaitu waktu 45 menit dan 75 menit sedangkan waktu reaksi 60 menit pita serapannya melebar dan memiliki pita serapan O-H yang sangat lebar yang mengindikasikan adanya molekul air. Pita-pita serapan khas dari asam lemak rantai panjang diantaranya vibrasi regang C-O pada daerah frekuensi sekitar 1236,37 ; 1170,79 dan 1195,87 ; pita serapan regangan C-H alkana pada frekuensi 2852,72 dan gugus metil pada frekuensi 2924,09. Pita serapan regang C=O terdeteksi pada frekuensi 1741,72 yang sangat jelas terlihat sebagai pita kuat di area pertengahan spektrum. Pita serapan vibrasi regang C=C pada panjang gelombang 1641,42 menunjukkan bahwa komponen biodiesel mengandung ikatan rangkap. Dengan demikian gugus fungsi yang terdapat pada biodiesel minyak biji nyamplung yang dianalisis dengan FTIR antara lain gugus metil, gugus ester serta gugus karbonil.

2.5.2 Analisis Metil Ester dengan Kromatografi Gas – Spektrometri Massa

Kromatografi Gas adalah alat yang digunakan untuk memisahkan komponen suatu campuran dan juga dapat digunakan untuk mengidentifikasi, penentuan kuantitas dan pengumpulan senyawa yang telah dipisahkan tersebut. KG-SM merupakan gabungan dari dua instrument dengan dua fungsi yang berbeda yaitu kromatografi gas dan spektrometri massa. Kromatografi gas berfungsi untuk memisahkan komponen-komponen senyawa dalam sampel berdasarkan titik didih dan interaksi yang terjadi antara senyawa dengan fase diam (Rohman dan Gandjar, 2007). Sedangkan spektrometri massa berfungsi sebagai detector untuk menganalisis komponen-komponen yang berhasil dipisahkan pada kromatografi gas. Kromatogram menunjukkan beberapa puncak hasil pemisahan

yang disertai dengan besarnya kelimpahan senyawa (% area). KG-SM biasanya digunakan untuk analisis kualitatif senyawa organik yang pada umumnya bersifat volatil, sehingga produk hasil esterifikasi atau transesterifikasi minyak nabati dari makroalga *Gracilaria verrucosa* 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). Seperti halnya dengan waktu retensi (rt), pola fragmentasi untuk komponen tertentu dari sampel merupakan karakteristik dari komponen tersebut. 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):

$$\text{Persen (\%)} \text{ komponen} = \frac{\text{Luas Komponen}}{\text{Jumlah Luas semua sampel}} \times 100\% \quad (2.1)$$

Penelitian yang dilakukan oleh Aziz *et al.*, (2016) mengkarakterisasi metil ester (biodiesel) dari minyak biji kemiri menggunakan metode ultrasonokimia. Menggunakan KG-SM menunjukkan data kandungan senyawa asam lemak metil ester hasil analisis dalam sampel biodiesel yakni :

Tabel 2. 2 Senyawa yang dihasilkan dari Analisis KG-SM dan Pola Fragmentasinya

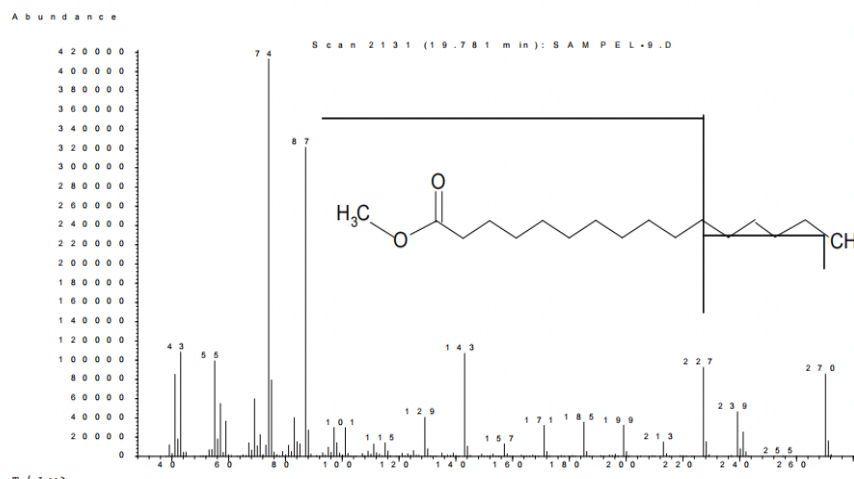
| No. | Senyawa Teridentifikasi | Rumus Molekul Senyawa | Massa Fragmentasi |
|-----|---------------------------|--|-----------------------|
| 1. | Asam Palmitat Metil Ester | C ₁₇ H ₃₄ O ₂ | 270; 227; 143; 87; 74 |
| 2. | Asam Oleat Metil Ester | C ₁₉ H ₃₆ O ₂ | 296; 264; 69; 55; 41 |
| 3. | Asam Stearat Metil Ester | C ₁₉ H ₃₈ O ₂ | 298; 255; 87; 74; 43 |
| 4. | Asam Linoleat Metil Ester | C ₁₉ H ₃₄ O ₂ | 294; 263; 67; 55; 41 |
| 5. | Asam Elaidat Metil Ester | C ₁₉ H ₃₆ O ₂ | 296; 264; 69; 55; 43 |

Senyawa utama yang merupakan komponen-komponen khas dari senyawa yang terkandung dalam biodiesel tersebut dapat dilihat dari besarnya presentase senyawa Tabel 2.3. Senyawa lain yang dihasilkan dari Analisa KG-SM merupakan turunan alkil ester dari masing-masing asam lemaknya.

Tabel 2. 3 Presentase Komposisi Senyawa Hasil Analisa KG-SM (Aziz *et al.*, 2016).

| No. | Waktu Reaksi | Puncak | Waktu Deteksi | Presentase |
|-----|--------------|--------|---------------|---------------------|
| 1. | 30 Menit | I | 19,781 | 8,37% |
| | | II | 21,439 | 41,70% |
| | | III | 21,496 | 47,05% |
| | | IV | 21,67 | 2,36% |
| | | V | 23,861 | 0,52% |
| 2. | 40 Menit | I | 14,267 | 5,41% |
| | | II | 19,781 | 14,57% |
| | | III | 21,419 | 28,40% |
| | | IV | 21,477 | 44,44% |
| | | V | 21,67 | 4,02% |
| 3. | 50 Menit | I | 14,261 | 5,57% |
| | | II | 19,781 | 16,63% |
| | | III | 21,413 | 26,85% |
| | | IV | 21,271 | 46,94% [^] |
| | | V | 21,67 | 4,01% |

Biodiesel dengan varian waktu reaksi selama 30 menit menghasilkan senyawa asam oleat metil ester ($m/z = 296$) yang merupakan senyawa yang memiliki puncak fragmentasi tertinggi diikuti oleh asam stearat metil ester ($m/z = 298$) dan asam palmitat metil ester ($m/z = 270$). Salah satu senyawa hasil analisis GCMS berdasarkan fragmen-fragmen berikut adalah metil palmitat. Metil palmitat merupakan senyawa yang memiliki massa 270 dari hasil identifikasi KG-SM. Berikut ini fragmen hasil KG-SM dari metil palmitat.



Gambar 2. 5 Fragmentasi Metil Palmitat Hasil Identifikasi KG-SM

Metil palmitat yang terlihat pada gambar tersebut mengalami penguraian. Penguraian tersebut berdasarkan hasil deteksi KG-SM dimana penguraian dari setiap puncak menunjukkan puncak ion molekul 270. Senyawa yang diidentifikasi berupa senyawa dengan rumus molekul $C_{17}H_{34}O_2$. Senyawa yang paling mendekati jika dibandingkan dengan pola fragmentasinya adalah metil palmitat berdasarkan pola fragmennya 270 dan 227 memiliki selisih 43 dimana rumus molekul yang mirip dengan jumlah selisihnya adalah C_3H_7 . Begitu pula pada pola fragmen 227-87 memiliki selisih 140 dimana rumus molekul yang mirip dengan jumlah selisihnya adalah $(CH_2)_{10}$.

2.5.3 Uji Titik Nyala

Uji titik nyala sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel, titik nyala dari biodiesel minimal $130^{\circ}C$. 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 *et al.*, 2010). titik nyala yang tinggi akan memudahkan penyimpanan bahan bakar, karena tidak akan mudah terbakar pada temperature ruang (Aziz *et al.*, 2011).

2.5.4 Densitas

Uji densitas sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 adalah 850890 kg/L pada 40 0C. Densitas berkaitan dengan nilai kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel. Densitas yang rendah akan menghasilkan nilai kalor yang tinggi. Densitas merupakan salah satu karakteristik penting dalam biodiesel karena injektor mesin diesel bekerja berdasarkan ukuran volume. Dengan demikian, saat densitas makin besar maka massa bahan bakar yang diinjeksikan ke ruang pembakaran juga semakin besar sehingga energi yang dihasilkan pembakaran semakin besar (energi biasanya dihitung berdasarkan basis massa). Massa jenis merupakan massa per unit volume fluida. Solar memiliki massa jenis sekitar 850 kg/m³ (0,850 g/ml), sedangkan biodiesel memiliki massa jenis berkisar antara 870 kg/m³ (0,870 g/ml) sampai 890 kg/m³ (0,890 g/ml) (Khaidir *et al.*, 2015).

2.5.5 Viskositas

Uji viskositas sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel adalah 2.3-6.0 CSt pada 40⁰C. Viskositas yang terlalu rendah dapat menyebabkan kebocoran pada pompa injeksi bahan bakar dan kalau terlalu tinggi dapat mempengaruhi kerja cepat alat injeksi dan mempersulit pengabutan bahan bakar (Hardjono, 2001). Pengujian viskositas merupakan salah satu uji karakteristik pada minyak untuk mengetahui tingkat kekentalan minyak tersebut. Jika viskositas semakin tinggi, tahanan untuk mengalir akan semakin besar. Jika harga viskositas terlalu tinggi maka akan besar kerugian gesekan di dalam pipa, kerja pompa akan berat, penyaringannya sulit dan kemungkinan kotoran ikut terendap dalam jumlah besar, serta sulit mengabutkan bahan bakar (Holilah *et al.*,2013). Sebaliknya jika viskositas terlalu rendah berakibat pelumasan yang tipis, jika dibiarkan terus menerus akan mengakibatkan keausan. Viskositas yang rendah akan mengakibatkan minyak mudah dialirkan, daya pompa kecil, serta pengabutan/injeksi yang baik (Tambun, 2006). Pengukuran Viskositas kinematik menggunakan alat Viscometer oswald (Syarbaini, 2005).

2.5.6 Angka Keasaman

Uji angka keasaman sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel maksimal adalah 0,4 mg-KOH/g. Bilangan asam adalah banyaknya milligram KOH yang dibutuhkan oleh gugus karboksil bebas dari setiap gram sampel biodiesel yang dihasilkan. Semakin tinggi bilangan asam biodiesel dapat menyebabkan korosi dan kerusakan pada mesin diesel. Asam lemak bebas juga dapat mengakibatkan terbentuknya abu pada saat pembakaran biodiesel. Bilangan

asam tersebut berpengaruh terhadap kualitas minyak, khususnya dalam hal ini adalah biodiesel. Semakin tinggi bilangan asam pada suatu biodiesel maka akan semakin rendah kualitas biodiesel tersebut. Tingkat keasaman biodiesel mempengaruhi daya tahannya terhadap daya simpan dan tingkat korosifitasnya terhadap mesin (Endriana, 2007).

2.5.7 Kadar Air

Uji kadar air sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 biodiesel maksimal adalah 350 mg/kg. 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 bersifat korosif (Prihandana *et al.*, 2007). Kadar air yang terkandung dalam metil ester merupakan salah satu tolak ukur mutu biodiesel.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Pelaksanaan penelitian yang akan dilakukan pada bulan Februari-Juni 2023. Pengambilan sampel *Gracilaria verrucosa* 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 beaker, gelas ukur, pipet tetes, pipet ukur, neraca analitik, labu ukur, kertas saring, buret, statif, cawan porselen, corong pisah, corong buchner, spatula, klem, stirrer, shaker, errlenmeyer, hot plate, tabung reaksi, *rotary evaporator*, tabung reaksi, viscometer ostwald, stopwatch, instrument FT-IR dan instrument KG-SM.

3.2.2 Bahan

Penelitian ini dibutuhkan beberapa bahan seperti bahan utama sebagai sampel yakni alga merah *Gracilaria verrucosa* serta bahan kimia seperti n-heksana, methanol 98%, ethanol 96%, aquades, H₂SO₄, indikator phenolphthalein (PP), KOH, aseton, dan asam asetat.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui proses pembuatan metil ester (biodiesel) serta pengaruh variasi waktu reaksi transesterifikasi terhadap metil ester (biodiesel) yang dihasilkan. Alga merah *Gracilaria verrucosa* diperoleh dari tambak Dusun Tanjungsari, Desa Kupang, Kecamatan Jabon, Sidoarjo berupa sampel basah yang kemudian dibersihkan dengan dilakukan pencucian dan perendaman air hingga bersih dari kotoran. Kemudian sampel dipreparasi di UPT Materia Medica Batu untuk dikeringkan dengan oven dan dihaluskan untuk mendapatkan bubuk halus yang berukuran 90 mesh. Selanjutnya dilakukan proses ekstraksi maserasi menggunakan pelarut n-heksana sebanyak 300 mL dengan sampel sebanyak 80 gram (4 : 15 b/b) selama 24 jam pada suhu kamar sebanyak 2-3 kali pengulangan dengan perlakuan yang sama sampai filtrat yang didapatkan bening. Setelah itu, filtrat yang diperoleh digabung menjadi satu. Kemudian diuapkan menggunakan rotary evaporator pada suhu 50-60°C untuk memisahkan antara pelarut dan filtrat. Kemudian filtrat yang didapatkan ditimbang dan dihitung nilai rendemennya. Hasil ekstraksi (lipid dalam n-heksana) dilakukan uji kadar %FFA untuk menentukan pemilihan reaksi yang digunakan pada proses esterifikasi/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 55-60°C selama 60 menit. Setelah itu dilakukan pemisahan dengan corong pisah dan didiamkan sampai metil ester dan gliserol terpisah.

Kemudian diambil lapisan atas berupa campuran minyak dan metil ester. Kemudian dilakukan proses transesterifikasi dengan alhokol (metanol) dengan katalis basa (KOH 1%). Perbandingan minyak alga dengan metanol yakni 1:15 Selanjutnya direaksikan menggunakan hot plate pada rentang suhu 50-60°C sambil dihomogenkan dengan kecepatan 120 rpm dengan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit. 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 3 kali menggunakan asam asetat glacial dan aquades hangat untuk mengambil kembali gliserin yang tersisah dalam metil esternya. Uji karakteristik gugus metil ester dilakukan dengan instrument FT-IR hasil ekstraksi dan hasil reaksi transesterifikasi untuk mengetahui apakah reaksi transesterifikasi terbentuk metil ester atau tidaknya. Kemudian dilakukan uji analisis kandungan biodiesel hasil sintesis dianalisis dengan instrument KG-SM (kromatografi gas spektrometri massa) untuk memastikan hasil yang diperoleh benar merupakan metil ester (biodiesel) dan % area yang paling besar dari variasi waktu kemudian dilakukan analisis dengan One Way Anova. Dari analisis One Way Anova tersebut didapatkan nilai yield yang paling optimal dari variasi waktu transesterifikasi dalam menghasilkan % metil ester (biodiesel) yang telah diperoleh akan diuji karakteristiknya melalui uji lab sesuai SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019 tentang standar dan mutu (spesifikasi) Bahan Bakar Nabati (Biofuel) jenis biodiesel sebagai bahan bakar lain yang dipasarkan di dalam negeri. Sifat fisika-kimia lipid dari *Gracilaria verrucosa* dilakukan uji karakterisasi, fitur yang dianalisis meliputi densitas, viskositas, titik nyala, angka keasaman, dan kadar air.

Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan faktor berbandingan waktu reaksi transesterifikasi yakni 60, 90 dan 120 menit yang mana dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan pada setiap waktu transesterifikasinya.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

1. Preparasi rumput laut *Gracilaria verrucosa*.
2. Ekstraksi asam lemak dengan metode maserasi.
3. Uji karakteristik hasil ekstraksi menggunakan FT-IR
4. Analisis rendemen asam lemak.
5. Uji kadar asam lemak bebas (%FFA).
6. Pembuatan biodiesel melalui reaksi esterifikasi/transesterifikasi.
7. Pencucian metil ester hasil proses transesterifikasi.
8. Uji karakteristik gugus metil ester menggunakan FT-IR
9. Uji karakteristik produk metil ester menggunakan KG-SM
10. Analisis data dengan uji Oneway Anova.
11. Uji densitas produk metil ester.
12. Uji viskositas produk metil ester.
13. Uji titik nyala produk metil ester.
14. Uji angka keasaman produk metil.
15. Uji kadar air produk metil ester.

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel *Gracilaria verrucosa*

Pengambilan sampel alga merah *Gracilaria verrucosa* yang masih dalam keadaan basah dicuci dengan air tawar 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 *et al.*, 2018). Setelah dicuci bersih, makroalga *Gracilaria verrucosa* dipreparasi di UPT Materia Medica Batu untuk dikeringkan dengan menggunakan oven dengan suhu 50°C selama 2 hari. Sampel yang telah kering kemudian dihaluskan dan disaring atau diayak dengan ayakan 90 mesh untuk mendapatkan tekstur yang halus sampai menjadi bubuk dan disimpan pada suhu ruang (Kusuma *et al.*, 2013).

3.5.2 Ekstraksi Lipid *Gracilaria verrucosa* dengan metode Maserasi

Metode ekstraksi yang digunakan dalam mengekstrak lipid *Gracilaria verrucosa* yakni dilakukan dengan metode maserasi. Hal pertama yang dilakukan yakni sampel *Gracilaria verrucosa* yang sudah halus ditimbang sebanyak 80 gram. Kemudian sampel yang telah ditimbang dimasukkan ke dalam beaker glass lalu ditutup dengan alumunium foil. Ekstraksi dilakukan secara maserasi menggunakan pelarut n-heksana sebanyak 300 mL dengan perbandingan 4 : 15 b/v selama 24 jam pada suhu kamar kemudian dilakukan pengocokan menggunakan shaker dengan kecepatan 120 rpm pada suhu kamar selama 24 jam. Kemudian disaring menggunakan corong Buchner untuk mendapatkan filtrat kemudian filtrat disimpan didalam botol. Sedangkan Residu yang diperoleh dimaserasi kembali menggunakan pelarut yang sama sebanyak 2-3 kali

pengulangan dengan perlakuan yang sama. Perlakuan dihentikan jika filtrat yang dihasilkan sudah menjadi bening. Setelah itu, dilakukan penyaringan, filtrat yang diperoleh digabung menjadi satu, kemudian dipekatkan menggunakan rotary evaporator vacuum pada suhu 50-60°C untuk memisahkan antara pelarut dan filtrat. Penggunaan alat ini dipilih karena mampu menguapkan pelarut di bawah titik didih, sehingga zat yang terkandung didalam minyak tidak rusak karena adanya pemanasan. Kemudian ekstrak pekat ditimbang lalu dihitung dengan persamaan 3.1.

$$\% \quad \text{Rendemen} \quad = \quad \frac{\text{berat hasil ekstraksi}}{\text{berat sampel+pelarut}} \quad \times \quad 100\%$$

.....(3.1)

3.5.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas

Hasil ekstraksi lipid dengan maserasi dimasukkan ke dalam erlenmeyer sebanyak 2 gram, kemudian ditambahkan 5 mL ethanol 96% dan dipanaskan sampai mendidih hingga suhu 40 °C selama kurang lebih 10 menit dalam penangas air sambil di aduk. Kemudian, ditambahkan 2 tetes indikator PP serta dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N hingga berwarna merah muda (konstan selama 10 detik) (Oko *et al.*, 2017).

$$\% \text{ Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)} = \frac{V \times N \times \text{BM KOH}}{\text{massa sampel (g)} \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (3.2)$$

Keterangan:

- V = volume KOH untuk titrasi sampel (mL)
- N = normalitas larutan KOH
- M = bobot sampel (g)
- 56.1 = bobot molekul KOH

3.5.4 Esterifikasi

Esterifikasi dilakukan dengan memanaskan hasil ekstraksi (lipid dalam nheksana) sebanyak 20 gram sampai suhu mencapai 55-60 °C dengan magnetic stirrer selama 60 menit (Arifin *et al.*, 2016). Kemudian sampel dicampur dengan metanol 98% 160 mL dan katalis asam H₂SO₄ 5% (b/b) ke dalam labu leher tiga yang dilengkapi thermostat dengan pengadukan konstan menggunakan magnetic stirrer hingga mencapai suhu optimum 60°C. Kemudian, campuran dipanaskan selama 1 jam. Setelah itu dimasukkan ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 1 jam, kemudian pada tahap terakhir diambil trigliserida pada lapisan paling atas (Oko *et al.*, 2017).

3.5.5 Transesterifikasi Asam Lemak Bebas Menjadi Metil Ester

Proses transesterifikasi minyak alga 10 mL dan methanol 98% dimasukkan ke dalam labu destilat 500 mL dengan variable perbandingan rasio molar minyak dan methanol yakni 1 : 15 dengan menggunakan katalis KOH 1% b/b dari massa minyak *Gracilaria verrucosa*. Dihomogenkan dengan kecepatan 120 rpm dengan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit. Dilakukan pendiaman dan pemisahan hasil transesterifikasi menggunakan corong pisah antara metil ester dengan gliserin (Ahmed *et al.*, 2012).

Pendiaman dan pemisahan metil ester (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 aquades 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 5-7. 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 metil ester (biodiesel) dengan KG-SM dari variasi waktu transesterifikasi. Hasil Variasi waktu yang terbaik akan dilakukan analisis gugus metil ester (biodiesel) dengan FT-IR. Setelah itu dilakukan pengujian densitas, viskositas, titik nyala, angka keasaman, dan kadar air (Widyastuti dan Dewi, 2014). Penentuan %yield biodiesel:

$$\%yield = \frac{\text{berat hasil ekstraksi}}{\text{berat sampel+pelarut}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.3)$$

3.6 Uji Karakteristik Hasil Metil Ester (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, densitas, viskositas, titik nyala, angka keasaman dan kadar air. Sedangkan identifikasi gugus metil ester setelah ekstraksi dan transesterifikasi dianalisis menggunakan FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) spektroskopi. Sedangkan identifikasi biodiesel hasil sintesis dianalisis dengan KG-SM untuk memastikan hasil yang diperoleh benar merupakan metil ester (biodiesel) (Huda, 2017).

3.6.1 Identifikasi Gugus Metil Ester dengan FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Spektroskopi

Identifikasi metil ester dari *Gracilaria verrucosa* dengan FT-IR atau *Fourier Transform Infrared* adalah suatu metode analisis yang dipakai untuk mengidentifikasi gugus fungsi dengan cara menentukan dan merekam hasil spektra residu dengan serapan energi oleh molekul organik dalam sinar infra merah. Biodiesel murni dianalisis FT-IR untuk membuktikan bahwa reaksi transesterifikasi telah menghasilkan metil ester. Analisis tersebut digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi yang terbentuk selain metil ester. Spektrum yang dihasilkan dari analisis tersebut berupa pita-pita serapan pada panjang gelombang tertentu. Spektroskopi FTIR adalah teknik pengukuran untuk mengumpulkan spektrum inframerah. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer. Spektrofotometer FTIR menggunakan interferometer sebagai pengolah sinar inframerah. Interferometer yang paling terkenal adalah interferometer Michelson. Daerah panjang gelombang yang digunakan pada alat spektrofotometer infra merah

adalah pada daerah infra merah pertengahan, yaitu pada panjang gelombang 2,5 – 50 μm atau pada bilangan gelombang 4000 – 200 cm^{-1} . Satuan yang sering digunakan dalam spektrofotometri infra merah adalah Bilangan Gelombang atau disebut juga sebagai Kaiser. Jika suatu senyawa organik disinari dengan infra-merah yang mempunyai frekuensi tertentu, maka akan didapat beberapa frekuensi yang diserap oleh senyawa tersebut. Sebuah alat pendetektor yang diletakkan disisi lain senyawa tersebut akan menunjukkan bahwa beberapa frekuensi melewati senyawa tersebut tanpa diserap sama sekali, tetapi frekuensi lainnya banyak yang diserap (Susanto *et al.*, 2016).

3.6.2 Identifikasi Senyawa Metil Ester dengan Kromatografi Gas Spektrometri 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 konsesntrasi 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 3.4 (Gandjar dan Rohman, 2012):

$$\text{Persen (\%)} \text{ komponen} = \frac{\text{luas komponen}}{\text{jumlah luas semua sampel}} \times 100\% \dots \dots \dots (3.4)$$

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 karakteristis 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 Variasi Waktu Reaksi (menit) | Persentase asam lemak yang dihasilkan (%) | | | Rata-rata (%) |
|--|--|-----------|-----------|---------------|
| | Ulangan 1 | Ulangan 2 | Ulangan 3 | |
| 60 | | | | |
| 90 | | | | |
| 120 | | | | |

3.6.3 Uji Densitas Produk Metil Ester

Uji densitas dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. Pengujian dilakukan dengan metil ester (biodiesel) diukur dalam gelas piknometer dengan volume tertentu (Huda, 2017). Piknometer yang akan digunakan dicuci dengan aquades. Kemudian dimasukkan ke dalam oven selama 5 menit dan setelah itu dimasukkan ke dalam desikator selama 10 menit dan ditimbang piknometer sampai diperoleh massa yang konstan. Selanjutnya piknometer tersebut diisi dengan sampel, untuk bagian luarnya dilap hingga kering dan ditimbang hingga diperoleh massa yang tetap. Densitas biodiesel dapat dihitung dengan massa sampel per volume (Permana *et al.*, 2020).

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

(3.5)

keterangan:

| | |
|--------|--|
| ρ | = berat jenis (kg/m^3) |
| W_t | = massa sampel ditambah piknometer(kg) |
| W | = massa piknometer |
| v | = volume biodiesel(m^3) |

3.6.4 Uji Viskositas Produk Metil Ester

Uji viskositas dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. 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.

$$\eta = \eta_0 \frac{\rho t}{\rho_0 t_0} \dots \dots \dots (3.6)$$

Keterangan:

| | |
|----------|---|
| η | = Viskositas cairan sampel (N/m^2) |
| η_0 | = Viskositas cairan pembanding (N/m^2) |
| 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) |

3.6.5 Uji Titik Nyala Produk Metil Ester

Uji titik nyala dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. Pengujian dilakukan dengan diletakkan metil ester (biodiesel) ke dalam cawan terbuka dan diletakkan thermometer dalam cawan tersebut. Setelah itu dipanaskan menggunakan hot plate. Sampel diuji dengan nyala api (flame) didekatkan diatas permukaan sampel dan diuji hingga uap sampel uji menyambar flame. Pemantik flame berupa batang lidi yang dibakar atau pemantik lain. Titik nyala adalah suhu yang rendah dan menyebabkan uap sampel uji menyambar, pada suhu tersebutlah dicatat sebagai titik nyala dari sampel uji (Falah, 2018).

3.6.6 Uji Angka Keasaman Produk Metil Ester

Uji viskositas dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. Pengujian angka keasaman biodiesel dilakukan dengan ditimbang 2 gram kemudian dimasukkan dalam Erlenmeyer. Kemudian ditambahkan 5 mL methanol 98% dan dipanaskan sampai mendidih hingga suhu 40°C kurang lebih 10 menit dalam pengangas air sambil diaduk. Kemudian ditambahkan 2 tetes indicator PP dan di titrasi dengan KOH 0,1 N hingga warna merah muda (konstan selama 10 detik) (Huda, 2017).

$$\% \text{ Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)} = \frac{V \times N \times \text{BM KOH}}{\text{massa sampel (g)} \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots (3.7)$$

Keterangan:

- V = volume KOH untuk titrasi sampel (mL)
- N = normalitas larutan KOH
- M = bobot contoh (g)
- 56.1 = bobot molekul KOH

3.6.7 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 *et al.*, 2017).

$$\text{Kadar air} = \frac{(B-C)}{(B-A)} \times 100\% \dots\dots\dots(3.8)$$

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

PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Penelitian ini menggunakan rumput laut merah *Gracilaria verrucosa* sebagai sampel, yang berasal dari tambak di Dusun Tanjungsari, Desa Kupang, Kecamatan Jabon, Kabupaten Sidoarjo, Provinsi Jawa Timur. Sampel yang diperoleh dibersihkan dengan air mengalir untuk mengeliminasi kotoran seperti lumut atau kerang yang dapat mengganggu proses ekstraksi. Selanjutnya, sampel dikeringkan di Materia Medica Batu dengan suhu 50°C selama 2 hari. Tujuan pengeringan sampel adalah untuk menurunkan kadar air, memudahkan penyimpanan, dan mencegah pertumbuhan jamur, sehingga sampel dapat bertahan lebih lama. Sampel yang kering kemudian diblender hingga halus. Hal ini bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sampel, sehingga interaksi sampel dengan pelarut lebih optimal dan ekstraksi lebih efisien (Lestari, 2022). Hasil sampel dari alga merah *Gracilaria verrucosa* didapatkan sebanyak 1,30 Kg dari berat sampel bersih 11,09 Kg, sehingga rendemen hasil preparasi adalah 11,72% dari sampel awal.

4.2 Ekstraksi Lipid *Gracilaria verrucosa* dengan metode Maserasi

Dalam penelitian ini, senyawa target diambil dari sampel *Gracilaria verrucosa* melalui ekstraksi lipid dengan metode maserasi. Maserasi adalah metode ekstraksi simpel yang merendam simplisia dalam pelarut tertentu tanpa pemanasan, sehingga sampel tidak mudah rusak dan terurai (Susanty, 2016). Selama proses perendaman sampel, terdapat perbedaan konsentrasi antara

lingkungan intraseluler dan ekstraseluler, yang berdampak pada kerentanan dinding dan membran sel untuk mengalami disrupsi. Pemecahan dinding dan membran sel ini selanjutnya diikuti oleh larutnya senyawa aktif sesuai dengan sifat polaritas pelarut yang digunakan. Oleh karena itu, terjadi peningkatan interaksi antara pelarut dan senyawa target yang pada gilirannya menghasilkan rendemen yang signifikan (Widyastuti dan Dewi, 2015).

Ekstraksi maserasi dari makroalga *Gracilaria verrucosa* dilakukan dengan menggunakan pelarut n-heksana, yang merupakan pelarut non-polar. Pemilihan n-heksana ini bertujuan untuk mengoptimalkan proses ekstraksi, mengingat senyawa target dalam sampel memiliki sifat hidrofobik dan mudah larut dalam pelarut non-polar. Larutnya senyawa metabolit primer ke dalam n-heksana tercermin dalam perubahan warna pelarut menjadi bening kehijauan serta residu yang tersisa. Proses ekstraksi dilakukan sebanyak tiga kali, ditunjukkan oleh penurunan intensitas warna hijau pada filtrat. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa aktif telah berhasil diekstraksi secara optimal oleh n-heksana. Hasil ekstraksi dari makroalga *Gracilaria verrucosa* menghasilkan cairan berwarna hijau tua dengan aroma karakteristik rumput laut dan sedikit n-heksana. Setelah proses pemekatan, massa ekstrak minyak yang terkumpul mencapai 193,4856 gram dengan rendemen sebesar 28,67%.

4.3 Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) Hasil Ekstraksi

Asam lemak bebas merupakan asam lemak yang secara fisik terisolasi dari trigliserida, digliserida, monogliserida, dan gliserol. Tujuan dari analisis komposisi lipid dalam makroalga *Gracilaria verrucosa* yang terlarut dalam

pelarut n-heksana adalah untuk mengevaluasi konsentrasi asam lemak bebas dalam sampel tersebut. Selain itu, penelitian ini bertujuan untuk memilih metode reaksi yang paling tepat dalam tahap awal pembuatan biodiesel, yakni antara reaksi esterifikasi atau reaksi transesterifikasi. Metode analisis yang digunakan adalah titrimetri, yang melibatkan penentuan konsentrasi senyawa dalam larutan dengan menambahkan reagen dengan konsentrasi yang telah diketahui hingga mencapai titik akhir reaksi. Untuk sampel ekstrak makroalga yang diduga mengandung asam lemak, perlu dilakukan emulsi dengan etanol agar asam lemak dapat berinteraksi dengan larutan reagen KOH. Titik akhir reaksi dicirikan oleh perubahan warna sebagai akibat penambahan indikator fenolftalein selama proses reaksi antara asam lemak dan KOH berlangsung (Gambar 4.1).

Hasil analisis menunjukkan perubahan warna larutan asam lemak dari bening menjadi merah muda sejalan dengan penambahan reagen KOH. Perubahan warna ini mengindikasikan bahwa seluruh asam lemak dalam sampel telah menjalani reaksi dengan KOH, dan titrasi mencapai titik akhir. Kandungan asam lemak bebas (FFA) yang ditemukan dalam ekstrak dari makroalga *Gracilaria verrucosa* adalah sebesar 0,028%. Angka ini menunjukkan bahwa konsentrasi asam lemak bebas dalam minyak makroalga berada pada tingkat rendah (<5%), sehingga tahapan selanjutnya yakni dilakukan reaksi transesterifikasi.



Gambar 4. 1 Hasil analisis asam lemak bebas (FFA)

4.4 Proses Transesterifikasi

Transesterifikasi (sering disebut dengan alkoholisasi) adalah tahap perubahan dari trigliserida (minyak nabati) menjadi alkil ester, melalui reaksi dengan alkohol, dan menghasilkan gliserol sebagai produk sampingan (Hadrah, 2018). Reaksi transesterifikasi pada penelitian ini dimulai dengan mereaksikan lipid dalam n-heksana dengan metanol dengan rasio 1:15 dan menggunakan katalis KOH 1% (b/v) pada suhu 60°C selama 60, 90 dan 120 menit dengan *magnetic stirrer* untuk mempercepat reaksi dan katalis dapat berinteraksi dengan reaktan. Setiap variasi waktu transesterifikasi diulang tiga kali untuk mendapatkan data yang reliabel.

Metanol adalah alkohol yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi dan memiliki atom karbon paling sedikit. Proses metanolisis dapat berlangsung pada suhu ruang yang menghasilkan ester lebih dari 80%, metanol tersedia dalam bentuk murni yang mudah didapat sehingga hidrolisis dan pembuatan sabun akibat air yang ada dalam alkohol dapat dikurangi. Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa lebih cepat daripada dengan katalis asam. Hal ini karena dalam larutan basa, suatu karbonil dapat diserang langsung oleh nukleofil tanpa perlu diprotonasi terlebih dahulu (Eka, 2021).

Sampel setelah mencapai waktu reaksi yang ditetapkan dimasukkan ke dalam corong pisah dan dibiarkan selama 1 jam agar reaksi berlangsung sempurna. Setelah 1 jam, diambil lapisan atas yang merupakan metil ester alga, tempat terbentuknya biodiesel. Lapisan bawah yang merupakan gliserol dipisahkan. Pembentukan lapisan ini disebabkan oleh perbedaan massa jenis, dimana massa jenis biodiesel ($850\text{-}890\text{ kg/m}^3$) lebih rendah daripada massa jenis gliserol (1260 kg/m^3). Kemudian, metil ester alga dicuci dengan aquades hangat dan asam asetat glasial untuk menghilangkan gliserol yang merupakan produk samping dari reaksi transesterifikasi.



Gambar 4. 2 Proses pemisahan (a) proses pencucian (b)

Gliserol harus dihilangkan karena dapat menurunkan kualitas biodiesel. Kadar gliserol tinggi dalam biodiesel dapat menyebabkan kerusakan pada mesin diesel. Lapisan atas (biodiesel) yang didapat dicuci dengan aquades hangat untuk memisahkan emulsi antara metil ester, sisa sabun dan gliserol hingga pH netral yang menunjukkan biodiesel telah bebas dari gliserol dan sabun yang terbentuk selama pembuatan biodiesel (Oktaningrum, 2010). Air yang bersifat polar dipilih untuk mengikat zat-zat pengotor yang bersifat polar juga. Massa produk hasil transesterifikasi menghasilkan minyak alga *Gracilaria verrucosa* terbanyak pada variasi waktu 90 menit dengan rata-rata massa produk 46,6496 gram (Tabel 4.1).

Variasi waktu 90 menit menggambarkan bahwa dalam proses transesterifikasi, KOH berperan penting dalam mengubah trigliserida pada asam lemak *Gracilaria verrucosa* menjadi metil ester.

Analisis One Way ANOVA dilakukan pada sampel biodiesel *Gracilaria verrucosa* untuk mengetahui hasil optimal pada persentase asam lemak yang didapat berdasarkan variasi waktu pada proses reaksi transesterifikasi menggunakan metanol dan katalis KOH 1% menunjukkan hasil yang signifikan. Hal ini dikarenakan pada hasil uji F, dimana nilai $F_{hitung} > F_{tabel}$ yaitu $F_{hitung} (373,563) > F_{tabel} (5,14)$ 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 yang menandakan variasi waktu reaksi transesterifikasi memiliki pengaruh yang signifikan terhadap persentase asam lemak yang dihasilkan.

Tabel 4. 1 Rata-rata massa produk biodiesel dari variasi waktu reaksi transesterifikasi

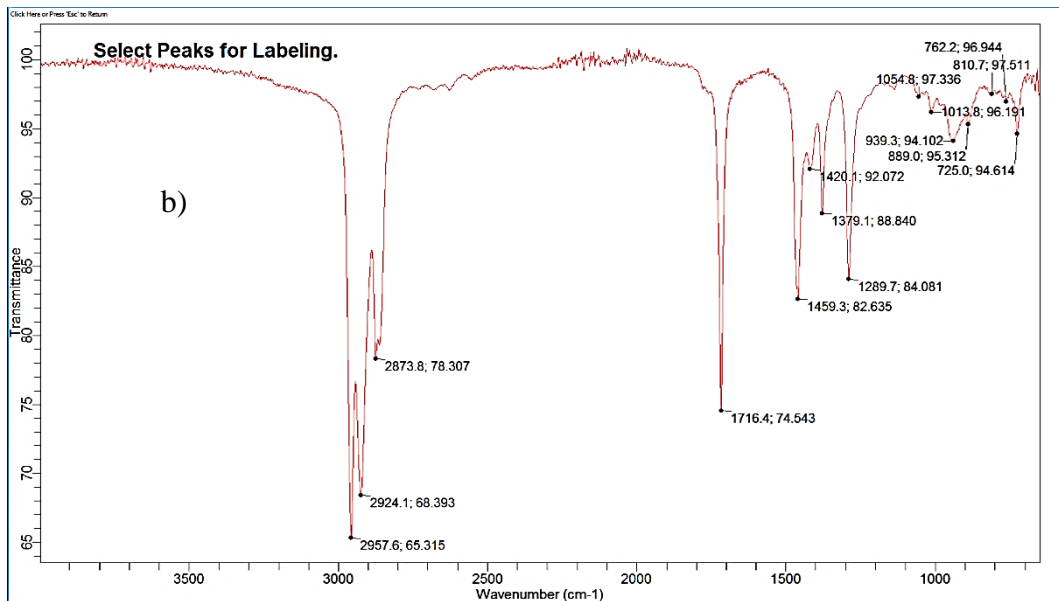
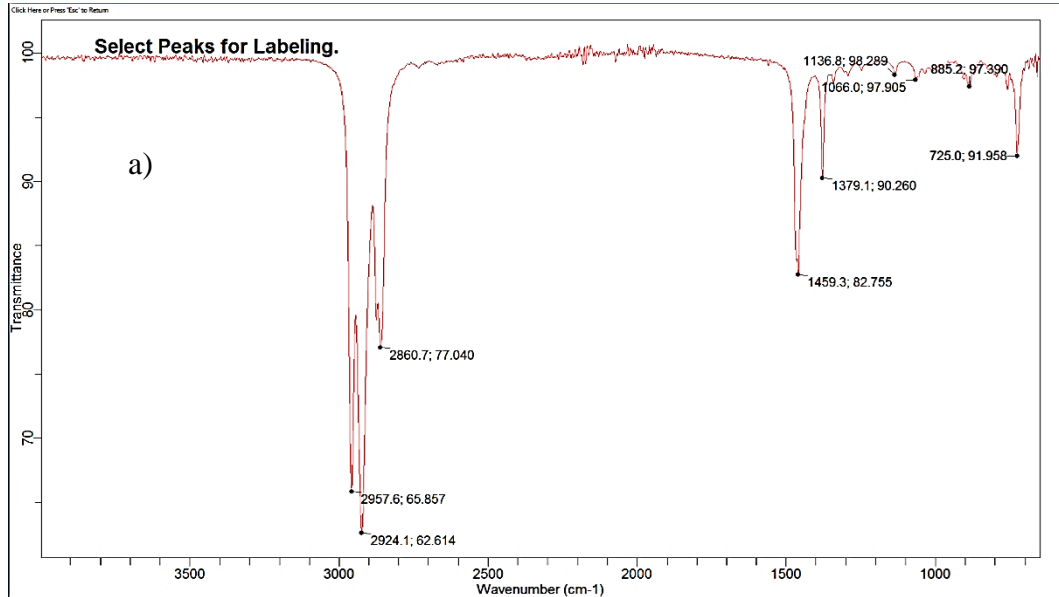
| Perlakuan Variasi Waktu Reaksi (menit) | Persentase metil ester yang dihasilkan (gram) | | Rata-rata (gram) |
|--|--|-----------|------------------|
| | Ulangan 1 | Ulangan 2 | |
| 60 | 19,6666 | 18,7720 | 19,2193 |
| 90 | 46,4422 | 46,8571 | 46,6496 |
| 120 | 43,1236 | 40,6878 | 41,9057 |

Waktu transesterifikasi berpengaruh pada kecepatan reaksi pembentukan metil ester yang dihasilkan (Suryanto *et al.*, 2015). Sebagaimana hasil dari penelitian ini menggambarkan bahwa produksi biodiesel tertinggi dari alga merah *Gracilaria verrucosa* menggunakan katalis KOH 1% dalam berbagai variasi waktu reaksi transesterifikasi menghasilkan massa biodiesel pada menit ke 90 menit, mencapai 46,6496 gram. Hal ini sejalan dengan hasil penelitian dari Andhani *et al* (2020) yang menyatakan bahwa akan terjadi penurunan berat dari hasil produk

biodiesel apabila waktu reaksi yang digunakan dalam proses transesterifikasi berlebihan. Hal tersebut terjadi karena adanya pembuatan sabun disebabkan reaksi balik atau reversibel, sehingga ada waktu transesterifikasi optimal yang dibutuhkan untuk mendapatkan hasil optimal. Oleh karena itu semakin lama reaksi tidak menjamin hasil metil ester yang lebih banyak (Mandei *et al.*, 2020).

4.5 Identifikasi Gugus Metil Ester dengan FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) Spektroskopi

Analisis FT-IR dalam penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perbedaan antara spektrum yang dihasilkan dari minyak *Gracilaria verrucosa* hasil ekstraksi dan hasil reaksi transesterifikasi (Sumartono, 2018). Alat spektrofotometer FT-IR yang digunakan yakni Shimadzu 1000 PC dapat menunjukkan serapan gugus fungsi pada panjang gelombang antara 450 sampai 4000 cm^{-1} . Hasil analisis FT-IR yang diperoleh terlihat beberapa perubahan spektrum antara minyak *Gracilaria verrucosa* hasil ekstraksi dan hasil reaksi transesterifikasi. Perubahan tersebut yakni penghilangan beberapa puncak spektrum pada gugus fungsi tertentu. Adapun perubahan-perubahan puncak spektrum dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan Tabel 4.2.



Gambar 4. 3 Spektrum FT-IR minyak *Gracilaria verrucosa* (a) sebelum transesterifikasi dan (b) setelah transesterifikasi

Tabel 4. 2 Data FT-IR minyak *Gracilaria verrucosa* hasil ekstraksi dan hasil reaksi transesterifikasi

| Bilangan gelombang cm^{-1} | | Jenis Ikatan |
|-------------------------------------|---------------------------|----------------------------------|
| Sebelum Transesterifikasi | Setelah Transesterifikasi | |
| 2957-2924 | 2957-2924 | C-H sp^2 |
| 2860 | 2873 | -CH ₂ - sp^3 |
| - | 1716 | C=O |
| 1459 | 1459 | C-C bend |
| 1379 | 1379 | C-O bend |

Data hasil spektra FTIR saat ekstraksi dan setelah dilakukannya reaksi transesterifikasi menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 2957-2924 cm^{-1} yang menunjukkan gugus C-H sp^2 , kemudian pada bilangan gelombang 2860-2873 cm^{-1} yang menandakan vibrasi asimetris -CH₂- sp^3 , kemudian pada bilangan gelombang 1716 cm^{-1} yang menandakan adanya gugus C=O, kemudian pada bilangan 1459 cm^{-1} merupakan serapan gugus C-C bend dan gugus C-O bend terdapat pada bilangan gelombang 1379 cm^{-1} . Tidak teramati adanya panjang gelombang sebelum reaksi transesterifikasi, yang seharusnya muncul pada sekitar 1700 cm^{-1} , karena sedikitnya kandungan metil ester yang ada didalam sampel sehingga tidak terbaca oleh alat. Kemudian pada gugus fungsi yang lain terdeteksi sebelum dan sesudah reaksi transesterifikasi mempertahankan karakteristiknya dalam rentang yang sama, menunjukkan bahwa gugus fungsi yang muncul dalam produk reaksi sebelum dan setelah transesterifikasi memiliki kemiripan dengan gugus metil ester.

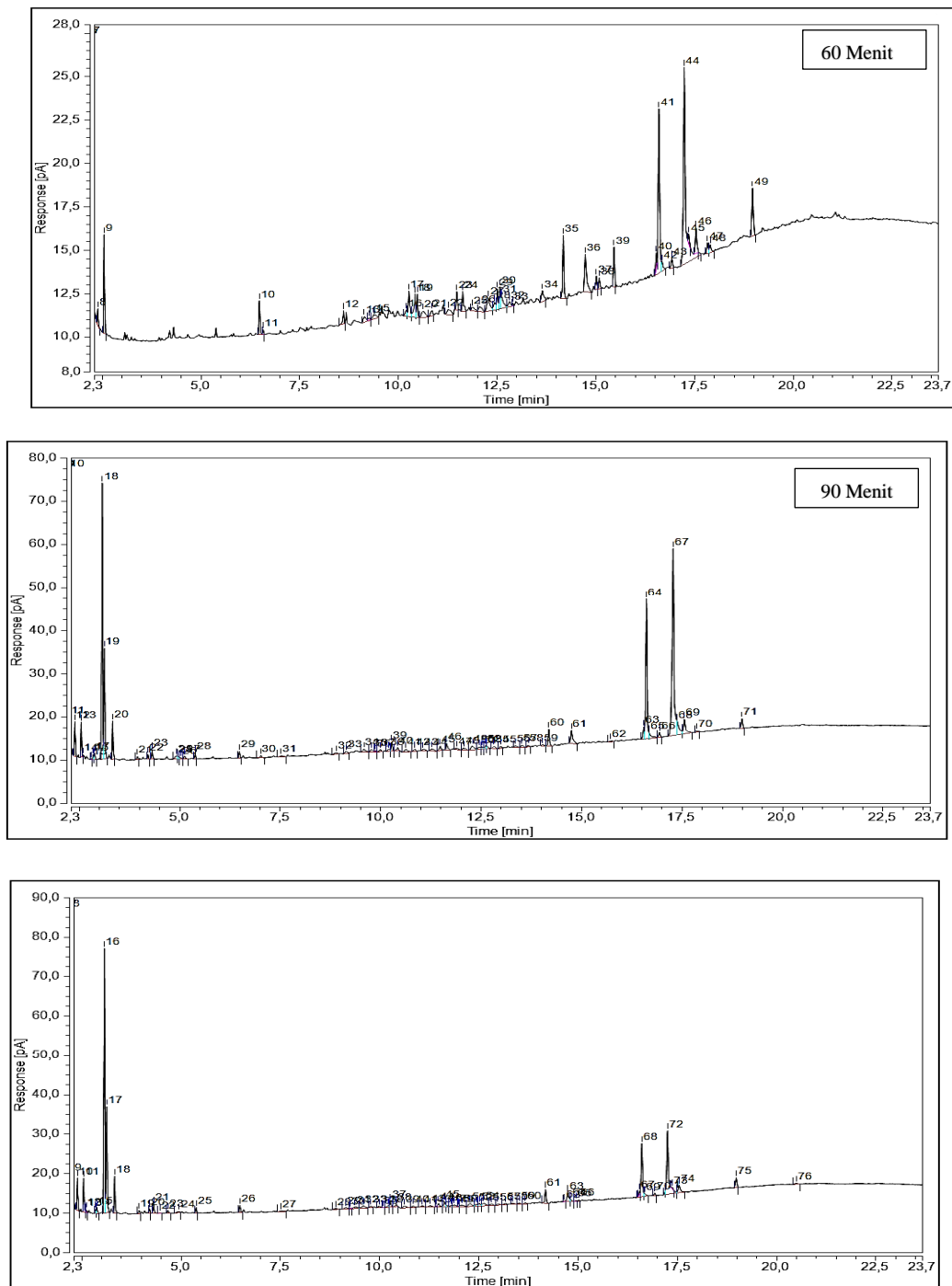
4.6 Identifikasi Senyawa Metil Ester dengan Kromatografi Gas Spektrometri

Massa (KG-SM)

Analisa KG (kromatografi gas) dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia Politeknik Negeri Malang, Provinsi Jawa Timur. KG-SM digunakan untuk

mengetahui komponen asam lemak yang terdapat dalam biodiesel (Bintang, 2015). Untuk mengetahui komponen-komponen penyusun biodiesel pada penelitian ini, dilakukan analisa Kromatografi Gas Spektrometri Massa (KG-SM). Hasil KG yang terbaik dalam proses transesterifikasi dapat diketahui dari respons [pA] dari puncak kromatogram paling mayor yang mana pada variasi 90 menit Gambar 4.4 dan Tabel 4.4 kemudian digunakan sebagai uji lanjutan KG-SM yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.

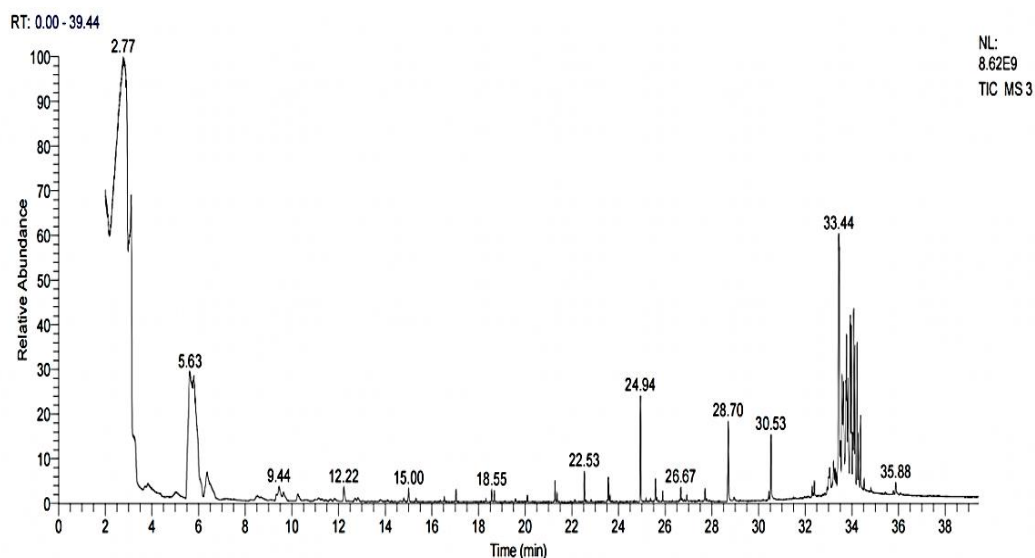
Hasil KG yang terbaik dalam proses transesterifikasi dapat diketahui dari respons [pA] dari puncak kromatogram paling mayor yang mana pada variasi 90 menit. Kemudian digunakan sebagai uji lanjutan KG-SM. Analisa KG-SM dilakukan di Laboratorium Balai Penelitian Kacang-Kacangan dan Umbi-Umbian (BALITKABI) Malang, Provinsi Jawa Timur.



Gambar 4. 4 Hasil kromatogram berbagai variasi

Tabel 4. 3 Tabel interpretasi hasil kromatogram

| Pengulangan | Puncak Ke- | Waktu Retensi (Menit) | Respons [pA] |
|-------------|------------|-----------------------|--------------|
| 60 | 41 | 16,595 | 23 |
| | 44 | 17,235 | 25,5 |
| | 49 | 18,968 | 18,5 |
| 90 | 64 | 16,610 | 49 |
| | 67 | 17,275 | 59 |
| | 71 | 18,967 | 19,5 |
| 120 | 68 | 16,602 | 29 |
| | 72 | 17,252 | 30 |
| | 75 | 18,978 | 19 |

Gambar 4. 5 Kromatogram Produk Biodiesel *Gracilaria verrucosa*

Hasil kromatogram KG-SM yang tergambar pada Gambar 4.5 mengindikasikan adanya serangkaian puncak yang kemudian diidentifikasi dengan menggunakan *library* yang disediakan oleh lembaga terkait. Puncak utama yang muncul pada menit ke-2,77 teridentifikasi sebagai 3-Nonen-1-ol, (Z) dan pada menit ke-5,63 teridentifikasi sebagai Benzene, 1, 1`-[oxybis(methylene)]bis- yang mana bukan termasuk metil ester. Sementara itu, pada menit ke-33,44 teridentifikasi sebagai Isoflavone-7-O-á-D-glucopyranoside atau isoflavone

glikosida yang termasuk bukan metil ester. Selain itu, pada menit ke-33,44 teridentifikasi sebagai 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester (Diisononyl phthalate atau DINP), yang juga bukan metil ester.

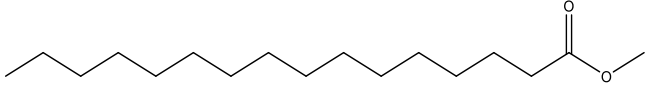
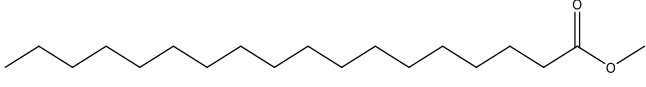
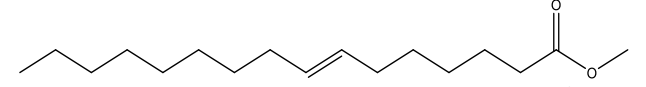
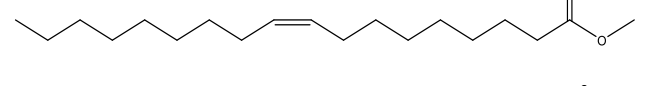
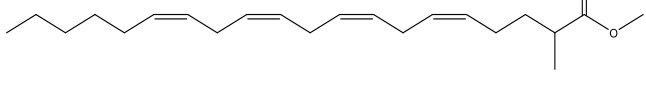
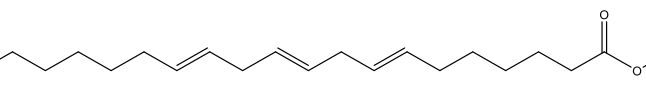
Komponen metil ester yang teramati dalam kromatogram muncul pada titik waktu retensi yang berbeda. Puncak pertama terletak pada waktu retensi 24,74 menit, yang berhasil diidentifikasi sebagai metil 7-heksadekanat. Selanjutnya, pada waktu retensi 24,94 menit, terdapat komponen lain yang diidentifikasi sebagai metil heksadekanat. Di samping itu, komponen metil ester yang lainnya muncul pada waktu retensi 26,67 menit dan diidentifikasi sebagai metil 9-oktadekanat, sedangkan pada waktu retensi 26,93 menit diidentifikasi sebagai metil oktadekanat. Pada waktu retensi 28,70 menit terdapat metil 5,8,11,14-eikosatetranat dan pada waktu retensi 28,95 menit diidentifikasi sebagai metil 7,10,13-eikosatrienat.

Perbedaan dalam retensi waktu antara berbagai senyawa disebabkan oleh variasi dalam distribusi antara fase diam dan fase bergerak. Keberhasilan dalam kromatografi dipengaruhi oleh sejumlah faktor, termasuk suhu, tekanan, konsentrasi fase bergerak, dan dimensi kolom. Selain itu, pemilihan yang tepat dari fase diam dan fase bergerak juga berperan penting. Senyawa asam lemak dalam bentuk metil ester yang memiliki rantai lebih panjang biasanya memiliki karakteristik nonpolar karena memiliki jumlah karbon yang lebih banyak. Oleh karena itu, metil ester dengan rantai karbon lebih pendek akan memiliki waktu retensi yang lebih awal. Perbedaan ini berasal dari struktur molekuler, dimana panjang ikatan karbon dalam senyawa mempengaruhi titik didihnya. Senyawa dengan ikatan karbon yang lebih panjang cenderung memiliki titik didih yang

lebih tinggi dan karakteristik yang lebih nonpolar. Akibatnya, senyawa-senyawa ini akan memiliki waktu retensi yang lebih lama dalam kolom fase diam yang bersifat nonpolar, seperti metil 7-heksadekanoat, metil heksadekanoat, metil 9-oktadekanoat, metil oktadekanoat, metil 5,8,11,14-eikosatetranoat dan metil 7,10,13-eikosatrienoat. Faktor lain yang memengaruhi retensi waktu adalah jumlah ikatan rangkap dalam senyawa. Senyawa dengan lebih banyak ikatan rangkap cenderung memiliki titik didih yang lebih rendah dan karakteristik yang lebih polar, karena karbon sp^2 memiliki sifat lebih elektronegatif dibandingkan karbon sp^3 . Oleh karena itu, senyawa-senyawa seperti ini akan lebih banyak didistribusikan ke dalam fase bergerak, menghasilkan waktu retensi yang lebih singkat (Efendy, 2006).

Hasil analisis Struktur Molekuler (SM) pada minyak alga merah *Gracilaria verrucosa* menunjukkan metil heksadekanoat sebagai komponen utama (1,27% dari minyak jenuh) dan metil 5,8,11,14-eikosatetranoat (1,57% dari minyak tak jenuh). Minyak jenuh dianggap lebih optimal sebagai bahan baku biodiesel karena memiliki komposisi asam lemak yang lebih sederhana, menghasilkan viskositas rendah, stabilitas oksidatif tinggi, dan umur simpan lebih lama. Sebaliknya, biodiesel dari minyak tak jenuh cenderung memiliki viskositas tinggi, memerlukan peningkatan kualitas atau pemurnian tambahan.

Tabel 4. 4 Kandungan Senyawa Produk Biodiesel *Gracilaria verrucosa*

| No | Waktu Retensi (menit) | Area % | Nama Senyawa | Rumus Molekul | Berat Molekul | Gambar Struktur |
|-----------------------|-----------------------|--------|---|--|---------------|---|
| Metil Ester Jenuh | | | | | | |
| 1. | 24,94 | 1,27 | <i>Hexadecanoic acid, methyl ester</i> (Metil Palmitat) | C ₁₇ H ₃₄ O ₂ | 270 |  |
| 2. | 26,93 | 0,09 | <i>Octadecanoic acid, methyl ester</i> (Metil Stearate) | C ₁₉ H ₃₈ O ₂ | 298 |  |
| TOTAL | | 1,36% | | | | |
| Metil Ester Tak Jenuh | | | | | | |
| 1. | 24,74 | 0,01 | <i>Methyl (7E)-7-Hexadecenoate</i> (Metil Palmitat) | C ₁₇ H ₃₂ O ₂ | 268 |  |
| 2. | 26,67 | 0,26 | <i>9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester</i> (Metil Oleat) | C ₁₉ H ₃₆ O ₂ | 296 |  |
| 3. | 28,70 | 1,57 | <i>5,8,11,14-eicosa-tetraen-ic acid, methyl ester</i> (Metil Arakidonat) | C ₂₁ H ₃₄ O ₂ | 318 |  |
| 4. | 28,95 | 0,09 | <i>7,10,13-Eicosatrienoic acid, methyl ester</i> (Metil Arakidonat) | C ₂₁ H ₃₆ O ₂ | 320 |  |
| TOTAL | | 1,93% | | | | |

4.7 Hasil Uji Karakteristik Produk Metil Ester

Uji karakteristik pada minyak *Gracilaria verrucosa* perlu dilakukan untuk mengetahui kelayakan dari minyak tersebut sebagai bahan baku biodiesel. Beberapa karakteristik yang perlu diketahui adalah titik nyala, densitas, viskositas, angka keasaman dan kadar air yang mana nilainya dapat menjadikan indikasi kualitas setelah diolah menjadi biodiesel. Karakteristik metil ester yang dihasilkan alga merah *Gracilaria verrucosa* dari reaksi transesterifikasi menggunakan variasi waktu ditampilkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4. 5 Hasil karakteristik produk biodiesel

| Parameter | Nilai | |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|
| | Hasil Penelitian | SNI |
| Massa jenis (Densitas) pada 40°C | 809,92 Kg/m ³ | 850-890 Kg/m ³ |
| Viskositas kinematic pada 40°C | 2,3786 N/m ² | 2,3-6,0 N/m ² |
| Titik nyala (mangkok tertutup) | 140°C | 130 °C, min |
| Angka asam | 0,34% | 0,4% maks |
| Kadar air | 0,03% | 0,05 % maks |

Uji karakteristik produk biodiesel dilakukan berdasarkan SK Dirjen EBTKE No. 189/2019. Hasil uji densitas dari minyak *Gracilaria verrucosa* yaitu 809,92 Kg/m³. Hal ini menunjukkan bahwa biodiesel yang dihasilkan tidak sesuai dengan standar baku mutu. Ketidaksesuaian nilai densitas dapat disebabkan oleh beberapa faktor salah satunya pengotor yang terkandung dalam produk biodiesel yang dihasilkan seperti gliserol, air serta sisa metanol yang tidak menguap secara keseluruhan. Faktor lainnya yaitu dipengaruhi oleh ketidaksesuaian suhu pada produk biodiesel pada saat penimbangan, sehingga menyebabkan nilai densitas tidak sesuai dengan standar baku mutu biodiesel.

Hasil uji viskositas yang telah dilakukan didapatkan nilai viskositas produk biodiesel *Gracilaria verrucosa* sebesar 2,3786 N/m². Sehingga produk yang didapatkan memiliki nilai kelayakan kualitas bahan baku biodiesel dalam aspek nilai viskositas. Sedangkan hasil uji titik nyala didapatkan api menyambar pada suhu 140 °C. Kemudian pada hasil uji angka keasaman volume NaOH rata-rata digunakan untuk titrasi tersebut yakni 1,2 mL. Nilai angka keasaman dari minyak *Gracilaria verrucosa* yakni 0,34% dan hasil uji kadar air produk metil ester *Gracilaria verrucosa* yakni 0,03%. Sehingga dari hasil uji viskositas, titik nyala, angka keasaman, dan kadar air telah sesuai dengan standar baku mutu.

4.8 Hasil Pembahasan Senyawa Metil Ester (Biodiesel) dalam Prespektif

Islam

Allah Swt. Berfirman dalam surah Al-Quran Surat al Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya : “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka” (Q.S Ali Imran 190-191).

Surah al Imran ayat 190-191 di atas memerintahkan manusia untuk melihat, merenung, dan mengambil kesimpulan pada tanda-tanda ke-Tuhanan. Pada ayat ini Allah SWT menyebutkan *لَايَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ* “terdapat tanda-tanda bagimorang-orang yang berakal.” Inilah salah satu fungsi akal yang diberikan kepada seluruh manusia, yaitu agar mereka menggunakan akal tersebut serta merenungi tanda-tanda kekuasaan Allah SWT (Qurthubi, 2009). Ayat tersebut juga menjelaskan bahwa segala sesuatu yang diciptakan Allah tidak ada yang sia-sia, artinya Allah menciptakan segala sesuatu dengan manfaat yang terkandung didalamnya. Salah satu tumbuhan ciptaan Allah yang memiliki sumber manfaat adalah alga merah *Gracilaria verrucosa*. *Gracilaria verrucosa* merupakan salah satu tumbuhan laut yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel. Sebagaimana firman Allah dalam surah al An`am ayat 99 :

وَهُوَ الَّذِي أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ نَبَاتٍ كُلِّ شَيْءٍ فَأَخْرَجْنَا مِنْهُ خَضِرًا
 نُخْرِجُ مِنْهُ حَبًّا مُتَرَاكِبًا وَمِنَ النَّخْلِ مِنَ طَلْعِهَا قِنْوَانٌ دَانِيَةٌ وَجَنَّاتٍ مِّنْ أَعْنَابٍ
 وَالزَّيْتُونَ وَالرُّمَّانَ مُشْتَبِهًا وَغَيْرَ مُتَشَابِهٍ انظُرُوا إِلَى ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَيَنْعِهِ إِنَّ فِي ذَلِكُمْ
 لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يُؤْمِنُونَ

Artinya : “Dialah yang menurunkan air dari langit lalu dengannya Kami menumbuhkan segala macam tumbuhan. Maka, darinya Kami mengeluarkan tanaman yang menghijau. Darinya Kami mengeluarkan butir yang bertumpuk (banyak). Dari mayang kurma (mengurai) tangkai-tangkai yang menjuntai. (Kami menumbuhkan) kebun-kebun anggur. (Kami menumbuhkan pula) zaitun dan delima yang serupa dan yang tidak serupa. Perhatikanlah buahnya pada waktu berbuah dan menjadi masak. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang beriman”.

Berdasarkan surah al An`am ayat 99 dengan kalimat “*wahuwalladzii anzala minassamaai maan*” yang artinya Allah telah menurunkan air hujan dari langit. Makna dari kalimat tersebut adalah betapa indahnya karunia Allah yang menurunkan sesuatu (air hujan) dari langit untuk menyuburkan bagi hamba-hambaNya dan sebagai karunia dan rahmat dari Allah untuk semua makhluk. Kemudian dilanjutkan dengan kalimat “*faakhraina bihii nabaata kulli syaiin*” artinya dari air hujan, Allah menciptakan segala sesuatu yang hidup (Tafsir Ibnu Katsir, 2002), termasuk berbagai jenis tanaman-tanaman yang berbeda baik dalam bentuk maupun manfaatnya. Shihab (2002) menafsirkan bahwa tumbuhan yang baik tumbuh pada tanah yang subur dan memiliki manfaat di dalamnya. Tanah sebagai tempat tumbuh dan air yang menyiraminya berasal dari satu sumber yang sama akan tetapi bentuk, jenis dan rasa dari setiap tumbuhan dapat beraneka ragam (Ash-Shiddieqy, 2000). Dari ayat ini dapat dipahami bahwa Allah menciptakan berbagai tumbuhan sebagai tanda kekuasaan Allah.

Dengan mengetahui potensi masing-masing tumbuhan diharapkan dapat memperkuat keimanan dan ketakwaan karena orang beriman akan selalu memikirkan jenis ciptaannya yang berbeda-beda. Sebagai makhluk Tuhan yang berakal, sudah selayaknya kita memperhatikan tumbuh-tumbuhan yang diciptakan-Nya dengan berbagai manfaat. Salah satunya adalah melakukan penelitian tentang manfaat alga merah *Gracilaria verrucosa*. Kandungan lipid yang cukup tinggi dalam tumbuhan ini menjadikannya salah satu kandidat yang menjanjikan dalam upaya diversifikasi sumber energi dan mengurangi ketergantungan pada bahan bakar fosil. Sebagaimana dijelaskan dalam Al-Qur`an surah al Jasyah ayat 13.

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

Artinya : “Dia telah menundukkan (pula) untukmu apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi semuanya (sebagai rahmat) dari-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi kaum yang berpikir”.

Berdasarkan tafsiran dari Ibnu Katsir yang mana ayat tersebut menjelaskan bahwasanya Allah SWT telah menundukkan semua yang ada di bumi dan langit untuk dimanfaatkan oleh umat manusia. Pada ayat tersebut terutama pada lafadz وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ menjelaskan bahwasanya Allah SWT telah menundukkan segala hal yang ada pada bumi dan juga langit sebagai rahmat dari Allah SWT. Oleh sebab itu, kewajiban sebagai manusia untuk mengambil manfaat dari rahmat yang telah dianugerahkan oleh Allah SWT dengan cara yang bermanfaat. Terdapat banyak manfaat yang bisa kita peroleh dari rahmat Allah SWT, seperti berbagai sumber daya alam yang dapat kita manfaatkan sebagai energi terbarukan. Selain itu, penggunaan sumber daya alam tersebut dapat digunakan dalam menjaga lingkungan sekitar kita dari kerusakan atau pencemaran lingkungan. Namun, dalam mengambil manfaat tersebut, kita sebagai manusia perlu merenung dan berpikir lebih mendalam agar pemanfaatan sumber daya alam yang telah diberikan oleh Allah SWT ini dapat dijalankan dengan bijaksana. Adapun tujuan dari penundukan segala hal tersebut tak lain agar manusia dapat berpikir seperti pada lafadz لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ yang berarti benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum berfikir (Asy-Syaukani, 2012).

Berdasarkan firman Allah SWT diatas, kewajiban manusia untuk memanfaatkan sumber daya alam yang telah Allah ciptakan. Salah satu manfaat dari sumber daya alam yang telah Allah ciptakan yakni alga merah *Gracilaria verrucosa* sebagai bahan baku energi alternatif. Sumber energi alternatif dapat diperoleh dari pemanfaatan tumbuhan alga merah *Gracilaria verrucosa* karena tumbuhan memiliki klorofil (zat hijau daun) sehingga dapat mengalami fotosintesis. Selama pertumbuhannya, tumbuhan tidak hanya menghasilkan karbohidrat namun juga menghasilkan lipid. Dimana lipid tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber energi alternatif. Biodiesel merupakan salah bahan bakar alternatif menjanjikan yang memiliki beberapa kelebihan salah satunya sifatnya yang berkelanjutan (sustainable), adaptif dan ramah lingkungan.

Pemanfaatan sumber daya alam selain dikatakan sebagai bentuk beriman kepada Allah SWT juga bisa dikatakan sebagai manusia yang bermanfaat bagi manusia lain. Yang mana dari pemanfaatan tumbuhan alga merah *Gracilaria verrucosa* menjadi bahan baku energi alternatif (biodiesel) tentunya menjadi kebermanfaatn bagi orang lain dan bagi alam karena terjaga dari pencemaran lingkungan akibat bahan bakar fosil. Sebagaimana yang dikatakan oleh Rasulullah SAW kepada umatnya.

خَيْرُ النَّاسِ أَنْفَعُهُمْ لِلنَّاسِ

Artinya : “*Sebaik-baiknya manusia adalah yang paling bermanfaat bagi orang lain.*” (Hadits Riwayat ath-Thabrani, Al-Mu`jam al-Ausath, juz VII, hal. 58, dari Jabir bin Abdullah r.a,.. Dishahihkan Muhammad Nashiruddin al-Albani dalam kitab: Silsilah Ash-Shahihah).

Menjadi pribadi yang bermanfaat adalah salah satu karakter yang dimiliki oleh seorang Muslim. Seorang Muslim diperintahkan untuk memberkan manfaat

bagi orang lain, bukan hanya mencari manfaat dari orang atau memanfaatkan orang lain. Terkait dengan kebermanfaatannya alga *Gacilaria verrucosa* sebagai bahan baku biodiesel, konsep "*Sebaik-baiknya manusia adalah yang paling bermanfaat bagi orang lain*" dapat diterapkan dengan cara memahami dan mengimplementasikan potensi manfaat yang dapat diberikan oleh alga tersebut kepada masyarakat dan lingkungan secara luas. Pendekatan ilmiah dan teknologi menghasilkan adanya beberapa penelitian yang telah dilakukan pada tumbuhan khususnya alga merah *Gracilaria verrucosa* sehingga diperoleh bahwa tumbuhan tersebut mengandung senyawa kimia yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel yang dapat dibuktikan melalui proses reaksi transesterifikasi. Proses reaksi transesterifikasi mampu menghasilkan produk metil ester (biodiesel).

BAB V

PENUTUP

5.1 KESIMPULAN

1. Kondisi optimal kadar metil ester dari variasi waktu 60, 90 dan 120 menit pada reaksi transesterifikasi didapat pada variasi waktu 90 menit yakni berdasarkan hasil analisis rendemen yang didapatkan dari hasil transesterifikasi dan analisis GC hasil respons [pA].
2. Berdasarkan penentuan karakter fisik biodiesel menurut SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019, pada variasi waktu 90 menit memiliki nilai titik nyala, viskositas, kadar air, dan kadar FFA yang memenuhi persyaratan sebagai biodiesel. Namun, pada parameter densitas nilai yang didapat belum memenuhi syarat mutu SK Dirjen EBTKE No. 189.K/10/DJE/2019.

5.2 SARAN

1. Diperlukan peningkatan kualitas sampel sebelum tahap ekstraksi, dengan tujuan untuk memperoleh hasil ekstraksi yang memiliki tingkat kemurnian metil ester yang lebih tinggi. Proses optimasi ini juga diharapkan akan menghasilkan performa yang lebih baik dalam tahap transesterifikasi, menghasilkan metil ester dengan sifat-sifat yang memenuhi standar mutu yang ditetapkan.
2. Perlu dilakukan uji kualitas biodiesel tambahan untuk memastikan bahwa biodiesel yang dihasilkan dari makroalga *Gracilaria verrucosa* memenuhi persyaratan sebagai bahan baku biodiesel.

3. 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.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, L; Aziz, I; Nurbayti, S; Oktaviana, C.O. (2016). Pembuatan Biodiesel dengan Cara Adsorpsi dan Transesterifikasi dari Minyak Goreng Bekas. *J. Kim. Val. 2*, 71–80.
- Adhik, W; dan Sylvia, A. M. (2011). Ekstraksi Minyak Dari Mikroalga Jenis *Chlorella sp* Berbantuan Ultrasonik.
- Agustin, N. C; Prasdiantika, R; dan Kusumawardani, Y. (2021). Biodiesel Energi Baru Terbarukan. Banyumas: Cv. Pena Persada.
- Ahmed, A. S. (2010). Biodiesel Production From Macro Algae As A Green Fuel For Diesel Engine. *Journal of Energy and Environment*, 2(1).
- Anam, K. (2015). Isolasi senyawa triterpenoid dari Alga Merah (*Euclima cottonii*) menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT) dan analisisnya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan FTIR. *Skripsi, Malang*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ashokkumar, V; Salim, M. R; Salam, Z; Sivakumar, P; Chong, C. T; Elumalai, S; dan Ani, F. N. (2017). Production of liquid biofuels (biodiesel and bioethanol) from brown marine macroalgae *Padina tetrastrum*. *Energy conversion and Management*, 135, 351-361.
- Ash-Shiddieqy., Muhammad H., Teungku. 2000. Tafsir Al-Quran Majid An-Nur. Semarang: Pustaka Rizki Putra.
- Astra, M. D. T; Aini, N ; dan Bintari, Y. R. (2022). Pengaruh Metode Ekstraksi (Maserasi, Digerasi, Sokhlektasi) Terhadap Aktivitas Antioksidan Rumput Laut *Gracilaria Verrucosa*. *Jurnal Kedokteran Komunitas (Journal Of Community Medicine)*, 10(2).
- Asy-Syaukani, I. (2012). Tafsir Fathul Qadir. Jakarta : Pusaka Azzam.
- Atsari, Al Abu Ihsan; M Abdul Ghoffar E.M. (2004) .Tafsir Ibnu Katsir Jilid 7 Terjemahan. Mu-Assasah Daar Al-Hilaal Kairo.
- Becker, E. W. (1994). *Microalgae: biotechnology and microbiology* (Vol. 10). Cambridge University Press.
- Busyairi, M; Za'im Muttaqin, A; Meicahyanti, I; dan Saryadi, S. (2020). Potensi Minyak Jelantah Sebagai Biodiesel dan Pengaruh Katalis Serta Waktu Reaksi Terhadap Kualitas Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi. *Jurnal Serambi Engineering*, 5(2).
- Eka, N. Q. (2021). Pembuatan Biodiesel Dari Mikroalga *Coelastrella Sp*. Menggunakan Katalis Montmorillonite K-10 Pada Proses Ester. *Skripsi, Jakarta*. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta.

- Faizal, M; Maftuchah, U; dan Auriyani, W. A. (2013). Pengaruh Kadar Metanol, Jumlah Katalis, dan Waktu Reaksi Pada Pembuatan Biodiesel Dari Lemak Sapi Melalui Proses Transesterifikasi. *Jurnal Teknik Kimia*, 19(4).
- Falah, A. S. A. (2018). Modifikasi Katalis Zeolit Menggunakan Ultrasonik Dengan Variasi Konsentrasi Kalium Hidroksida Dan Aplikasinya Untuk Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jarak (*Ricinus Communis*). *Skripsi, Malang.*, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Fukuda, H; Kondo, A; dan Noda, H. (2001). Biodiesel fuel production by transesterification of oils. *Journal of bioscience and bioengineering*, 92(5), 405-416.
- Gandjar, I. G; dan Rohman, A. (2012). Analisis Obat Secara Spektrofotometri Dan Kromatografi. *Yogyakarta: Pustaka Pelajar*, 316, 368-381.
- Hadrah, H; Kasman, M; dan Sari, F. M. (2018). Analisis minyak jelantah sebagai bahan bakar biodiesel dengan proses transesterifikasi. *Jurnal Daur Lingkungan*, 1(1), 16-21.
- Herperian, Kurniawaty E; Susantiningsih T. (2014) Pengaruh Pemberian Ekstrak Etanol Biji Jengkol (*Pithecellobium lobatum* Benth.) Terhadap Kadar Trigliserida Tikus Putih (*Rattus norvegicus*) Jantan Galur Sprague Dawley yang Diinduksi Aloksan. *Jurnal Majority*, 3(5).
- Huda, Miftahul. (2017). Produksi Biofuel Cair (Biodiesel Dan Bioethanol) Dari Makroalga Cokelat Laut Padina Tetrastrumatica. *Energy Convers. Manag*: 135, 351–361.
- Hussain, S. Z; dan Maqbool, K. (2014). GC-MS: Principle, Technique and its application in Food Science. *International Journal of Current Science*, 13, 116-126.
- Kasanah, N; dan Triyanto, D. S. (2015). Antibacterial Compounds From Red Seaweeds (Rhodophyta). *Indones. J. Chem*, 15(2), 201-209.
- Katsir, I. 2002. Tafsir Ibnu Katsir or Tafsir al Qur'ān al Adzīm, edited by Sayyid Muhammad Sayyid et all. Cairo: Dar al Hadith, Vol.1.
- Koirewoa, Y. A; Fatimawali, F., dan Wiyono, W. (2012). Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid Dalam Daun Beluntas (*Pluchea Indica* L.). *Pharmacon*, 1(1).
- Kumesan, E. C; Pandey, E. V; dan Lohoo, H. J. (2017). Analisa Total Bakteri, Kadar Air Dan Ph Pada Rumput Laut (*Kappaphycus Alvarezii*) Dengan Dua Metode Pengeringan. *Media Teknologi Hasil Perikanan*, 5(1), 30-35.
- Kusuma, W. I; Santosa, G. W ; dan Pramesti, R. (2013). Pengaruh konsentrasi NaOH yang berbeda terhadap mutu agar rumput laut *Gracilaria verrucosa*. *Journal of marine research*, 2(2), 120-129.

- Lenny, S. (2006). Isolasi dan Uji Bioaktivitas Kandungan Kimia Utama Puding Merah dengan Metoda Uji Brine Shrimp.
- Lestari, D. A. (2022). Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Agar Dari Alga Merah *Gracilaria Verrucosa* Hasil Ekstraksi Sonikasi Dengan Variasi Pelarut Dan Konsentrasi Perendaman. *Skripsi, Malang*. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Mahfud, M. (2018). Biodiesel Perkembangan Bahan Baku Dan Teknologi. *Surabaya: PMN*.
- Mahreni, M; dan Endang Sulistyawati, S. (2011). Pemanfaatan Kulit Telur Sebagai Katalis Biodisel Dari Minyak Sawit Dan Metanol. In *Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses, 26 Juli 2011* (Pp. C-09). Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Diponegoro, Semarang.
- Mandei, J. H; Edam, M; Assah, Y; Makalalag, A; dan Silaban, D. P. (2020). Metil ester minyak kelapa murni yang telah diekstrak senyawa fenolik dengan variasi waktu transesterifikasi. *Jurnal Riset Teknologi Industri*, 14(2), 309-319.
- Mustofa. (2013). Efek Spektrum Cahaya Terhadap Pertumbuhan *Gracilaria Verrucosa*. *Skripsi, Jember*, Universitas Jember. <https://repository.unej.ac.id/bitstream/handle/123456789/2533/Mustofa%20-%20071810201100.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- Ningtyas, D. P. (2013). Pengaruh katalis basa (NaOH) pada tahap reaksi transesterifikasi terhadap kualitas biofuel dari minyak tepung ikan sardin. *Jurnal Teknosains*, 2(2).
- Oko, S., dan Syahrir, I. (2018). Sintesis Biodiesel Dari Minyak Sawit Menggunakan Katalis CaO Superbasa Dari Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam. *Jurnal Teknologi*, 10(2), 113-122.
- Oktaningrum, G. N. (2010). Pengaruh Konsentrasi Katalis Koh Dan Suhu Pada Proses Transesterifikasi In Situ Bungkil Wijen (Sesame Cake) Terhadap Produksi Biodiesel.
- 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.
- Prastyo, P; dan Rahayoe, A. S. (2018). Penyaringan Metode Buchner Sebagai Alternatif Pengganti Penyaringan Sederhana Pada Percobaan Adsorpsi Dalam Pratikum Kimia Fisika. *Indonesian Journal of Laboratory*, 1(1), 24-28.

- Pratiwi, E. (2010). Perbandingan Metode Maserasi, Remaserasi, Perkolasi dan Reperkolasi dalam Ekstraksi Senyawa Aktif Andrographolide dari Tanaman Sambiloto (*Andrographis paniculata* (Burm. F.) Nees).
- Prawita, Yugo Adi. (2017). Analisis Makroalga Sebagai Bahan Baku Biodiesel (*Kappaphycus Alvarezii*. Skripsi, Surabaya, Departemen Teknik Sistem Perkapalan Fakultas Teknologi Kelautan Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Prihandana, R; Hendroko, R; dan Nuramin, M. (2006). Menghasilkan biodiesel murah: Mengatasi polusi & kelangkaan BBM. *Jakarta: Agromedia22*.
- Prihanto, A; dan Irawan, T. B. (2018). Pengaruh Temperatur, Konsentrasi Katalis Dan Rasio Molar Metanol-Minyak Terhadap Yield Biodiesel Dari Minyak Goreng Bekas Melalui Proses Netralisasi-Transesterifikasi. *Metana, 13*(1), 30-36.
- Putri, P. C. E; dan Supriyo, E. (2020). Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit menggunakan Katalis Kalsium Oksida (CaO) menjadi Biodiesel. *METANA, 16*(2), 75-80.
- Rezeika, S. H. (2017). Sintesis Biodiesel Dari Minyak Jelantah Dengan Katalis Naoh Dengan Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi Dan Uji Performanya Pada Mesin Diesel. Skripsi . Departemen Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.
- 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.
- Setiawati, E; dan Edwar, F. (2012). Teknologi pengolahan biodiesel dari minyak goreng bekas dengan teknik mikrofiltrasi dan transesterifikasi sebagai alternatif bahan bakar mesin diesel. *Journal of Industrial Research (Jurnal Riset Industri), 6*(2), 1-11.
- Shihab, M. Q. 2002. Tafsir Al-Mishbah Pesan, Kesan Dan Keserasian Al-Quran. Jakarta : Lentera Hati.
- Soenardjo, N. (2011). Aplikasi Budidaya Rumput Laut *Eucheuma cottonii* (Weber van Bosse) Dengan Metode Jaring Lepas Dasar (Net Bag) Model Cidaun. *Buletin Oseanografi Marina 1*(1).
- 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.
- Suaniti, N. M ; Suaniti, N. M; Rustini, N. L ; dan Rustini, N. L. (2015). Bilangan Peroksida, Bilangan Asam, Dan Kadar Ffa Biodiesel Dengan Penambahan

Antioksidan Dari Kulit Buah Pisang Kepok (*Musa Paradisiaca* Linn).
Jurnal Kimia (Journal Of Chemistry), 9(2).

Sudariastuty, E. (2011). Pengolahan Rumput Laut. Jakarta: Pusat Penyuluhan dan Perikanan.

Sumarlin LO; Muawanah A; Wardhani P; dan Masitoh. Aktivitas Antikanker Dan Antioksidan Madu Di Pasaran Lokal Indonesia. Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia. 2014;19(3):136-144

Sumartono, N. W; Wahyono, J; Latifah, S; Pratiwi, A. R; dan Siswani, E. D. (2018). Sintesis Dan Karakterisasi Metil Ester Minyak Biji Carica Dieng (*carica Candamarcensis*) Sebagai Bahan Bakar Biodiesel. Jurnal Sains Dasar, 7(1), 17-22.

Supratman, U. (2010). Elusidasi struktur senyawa organik. *Widya Padjadjaran. Bandung.*

Susanty, S; dan Bachmid, F. (2016). Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi Dan Refluks Terhadap Kadar Fenolik Dari Ekstrak Tongkol Jagung (*Zea Mays L.*). Jurnal Konversi, 5(2), 87-92.

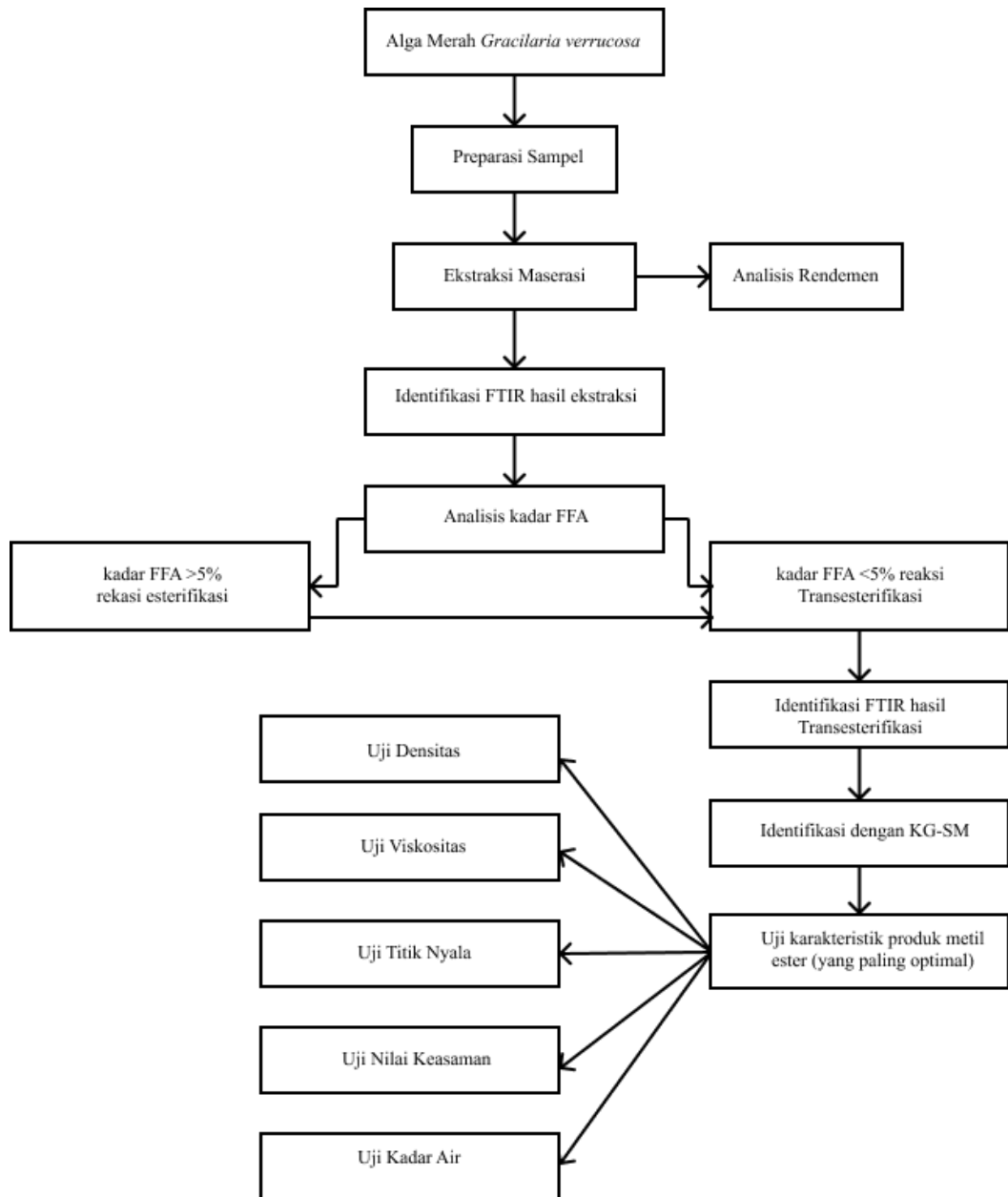
Uju, S. J; Ramadhan, W; dan Abrory, M. F. (2018). Ekstraksi native agar dari rumput laut *Gracilaria sp.* dengan akselerasi ultrasonikasi pada suhu rendah. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 21(3), 414-422.

Wahyuni, S. (2015). Pengaruh suhu proses dan lama pengendapan terhadap kualitas biodiesel dari minyak jelantah (The influence of process temperature and deposition time on biodiesel quality of cooking oil). *Pillar of Physics*, 6(2).

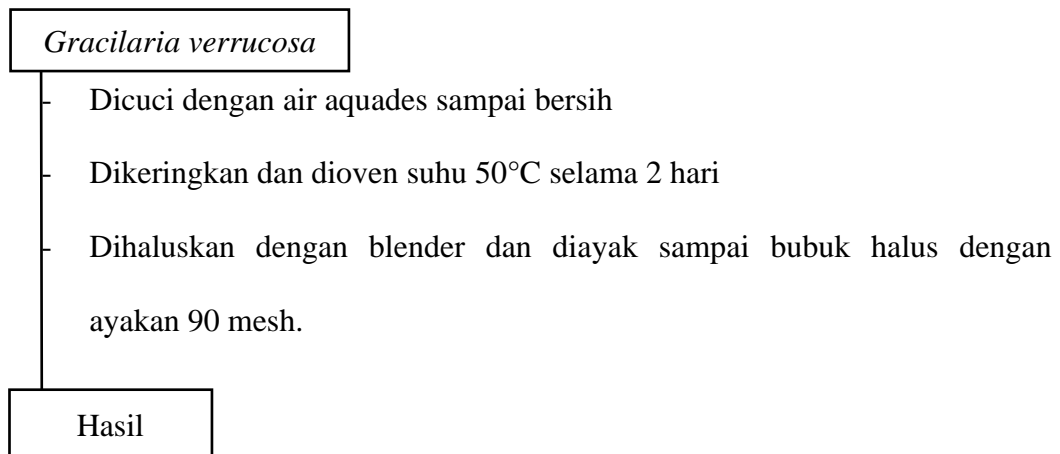
Widyastuti, C. R; dan Dewi, A. C. (2014). Sintesis biodiesel dari minyak mikroalga *Chlorella vulgaris* dengan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis KOH. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 3(1), 29-33.

Wiyarno B. (2009) . Oil Algae Extraction From *Nannochloropsis Sp*: A Study Of Soxhlet Extraction And Ultrasonic Assisted Extraction. Jurnal Fakultas Teknik Kimia Universitas Pahang Malaysia.

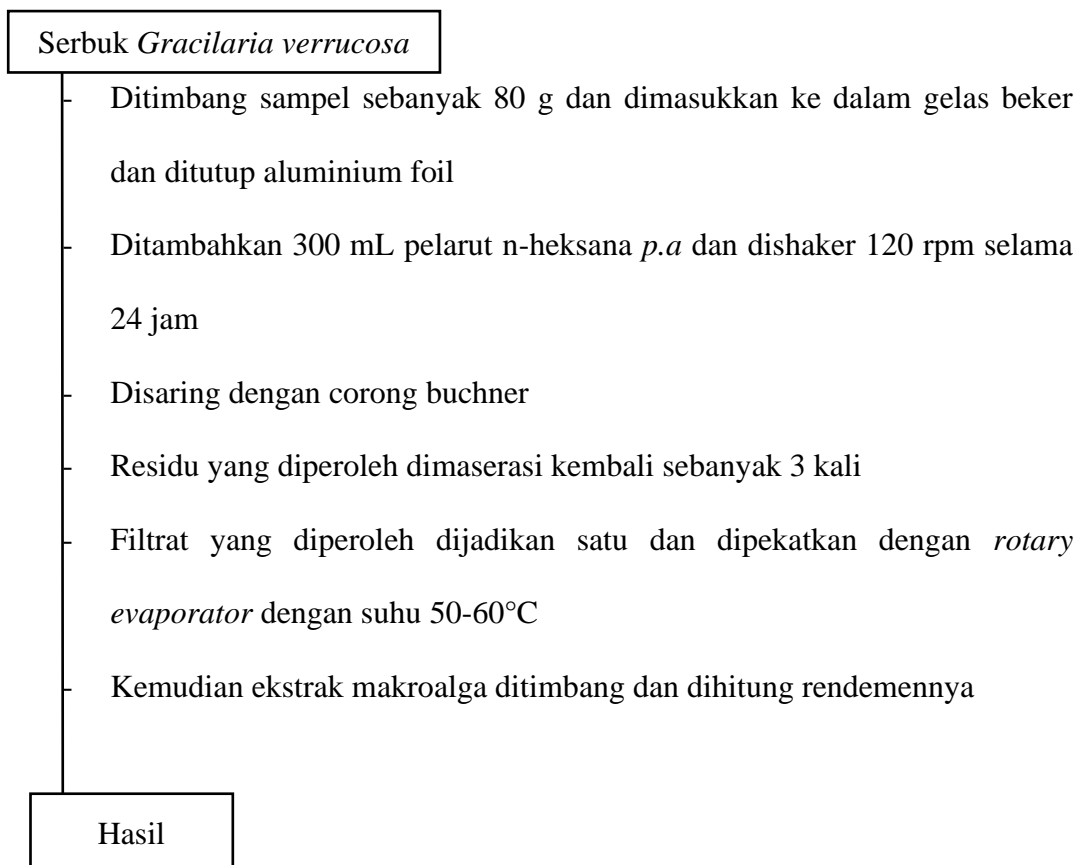
LAMPIRAN
Lampiran 1. Rancangan Penelitian



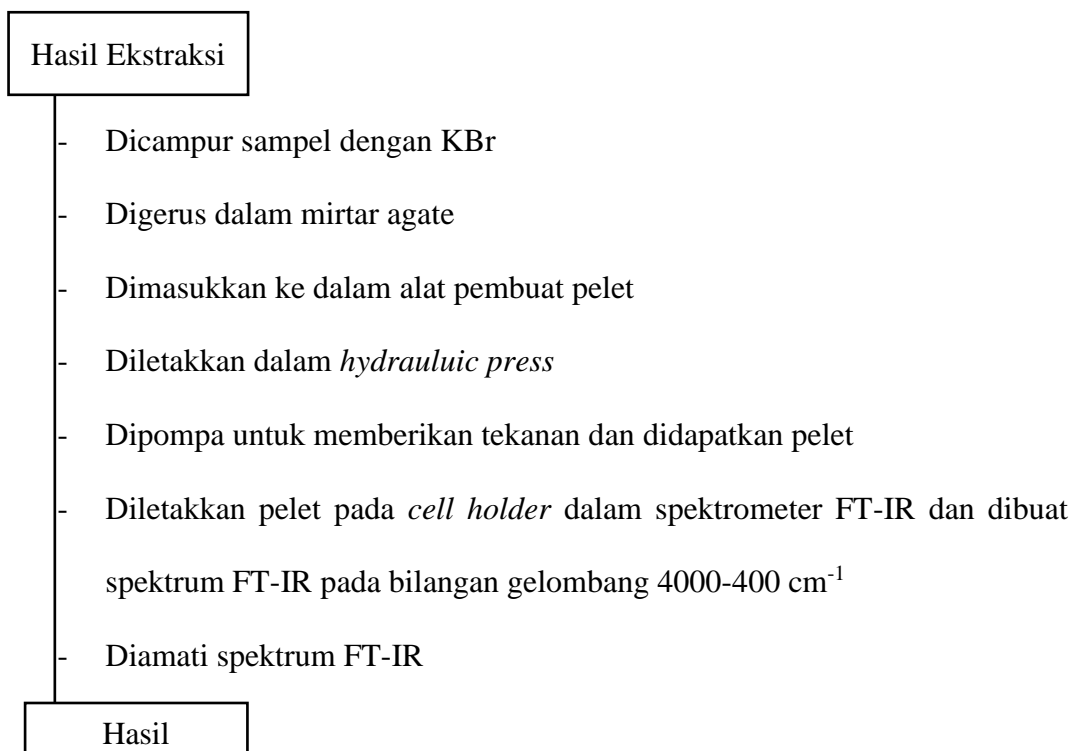
Lampiran 2. Diagram Alir Preparasi Sampel



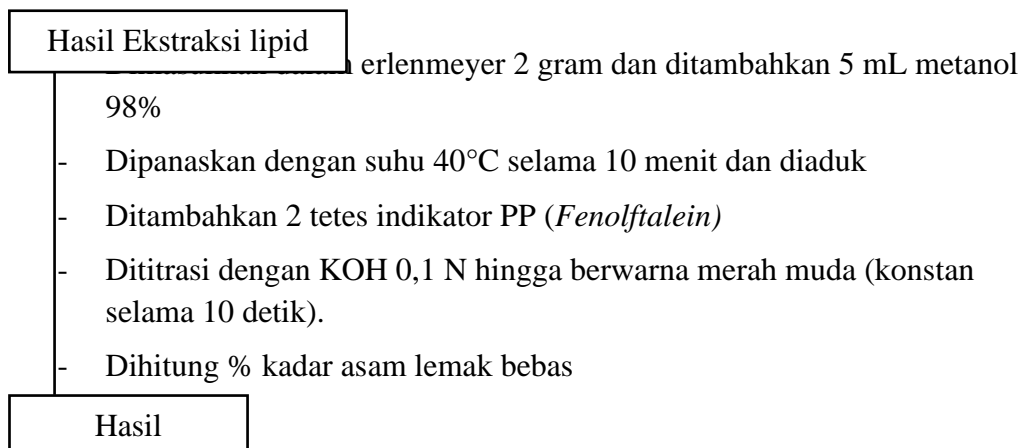
Ekstraksi Menggunakan Metode Maserasi

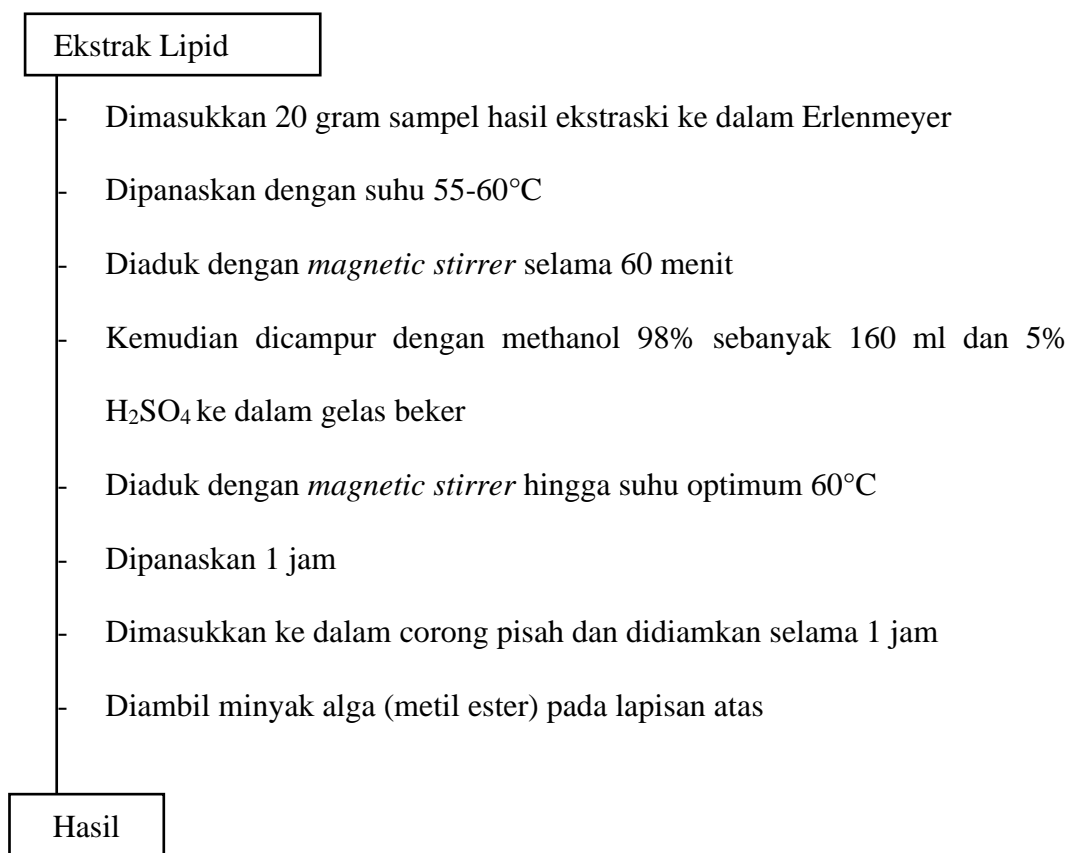


Uji Karakteristik Gugus Metil Ester Hasil Ekstraksi Menggunakan FT-IR



Analisis Kadar Asam Lemak Bebas



Reaksi Esterifikasi

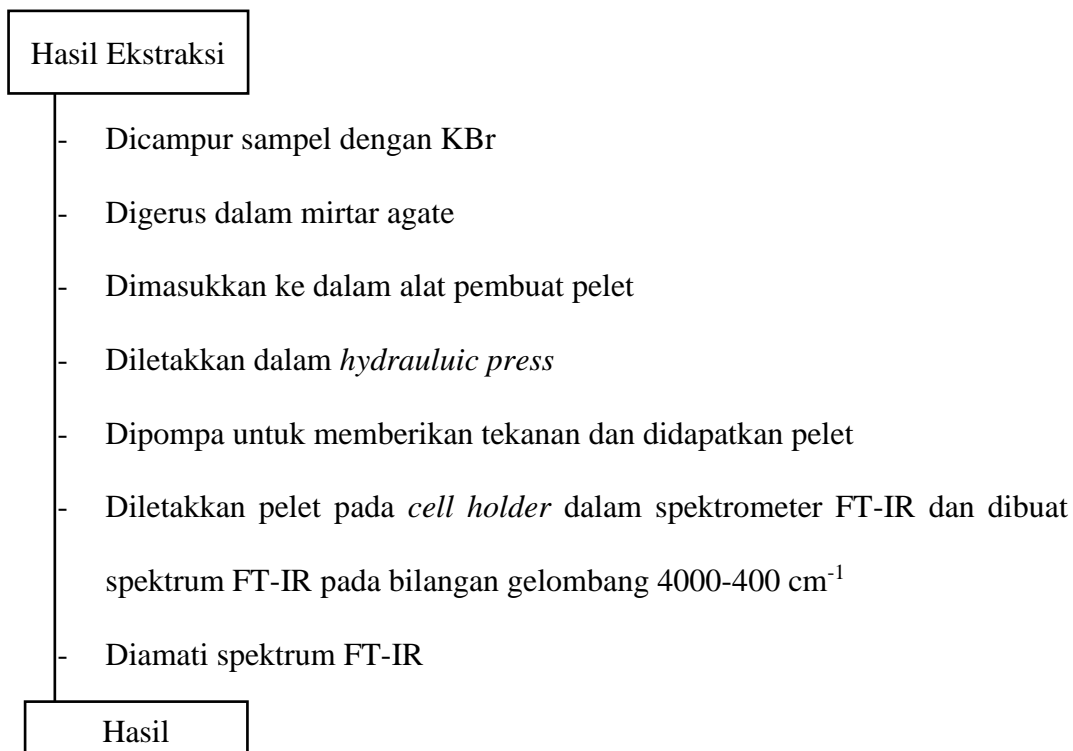
Reaksi Transesterifikasi

Metil Ester

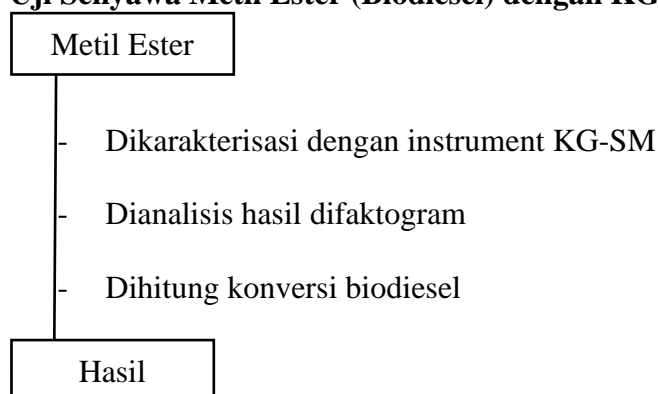
- Diambil 10 mL alga dan metanol 98% kedalam Erlenmeyer 500 ml dengan variable rasio molar ekstrak makroalga metnaol 1: 15 pada suhu 60°C selama 60, 90 dan 120 menit dengan katalis CaO 1,5% dari massa minyak alga.
- Dimasukkan metanol ke dalam erlenmeyer dan dipanaskan hingga 60°C, pada *hotplate* dengan ditambahkan *stirrer magnetic*
- Dimasukkan 10 mL ekstrak makroalga kedalam erlenmeyer dan ditunggu selama 2 jam
- Didinginkan kurang lebih selama 1 jam dalam suhu ruang sampai terbentuk 2 lapisan yaitu metil ester dan gliserol
- Dikeluarkan gliserin dari corong pisah
- Dilakukan pencucian metil ester menggunakan aquades dan asam asetat panas dengan perbandingan 2:1 dengan dipanaskan pada suhu 60⁰ C selama 1 jam
- Diaduk agar terjadi netralisasi sampai pH berkisar 5-7
- Didiamkan 1 jam
- Metil ester akan terpisah dengan sisa gliserol dan pengotor lainnya

Hasil

Uji Karakteristik Gugus Metil Ester Hasil Reaksi Transesterifikasi Menggunakan FT-IR

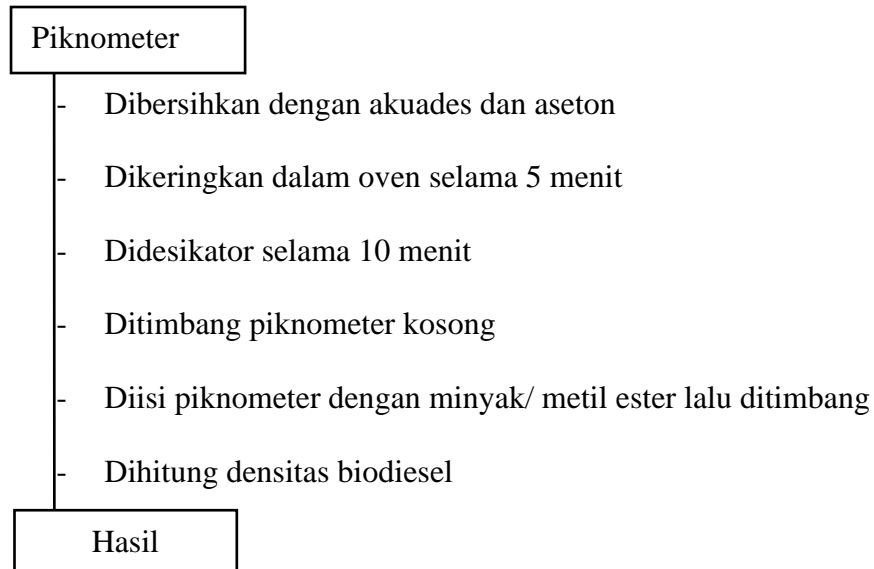


Uji Karakteristik Hasil Biodiesel Uji Senyawa Metil Ester (Biodiesel) dengan KG-SM

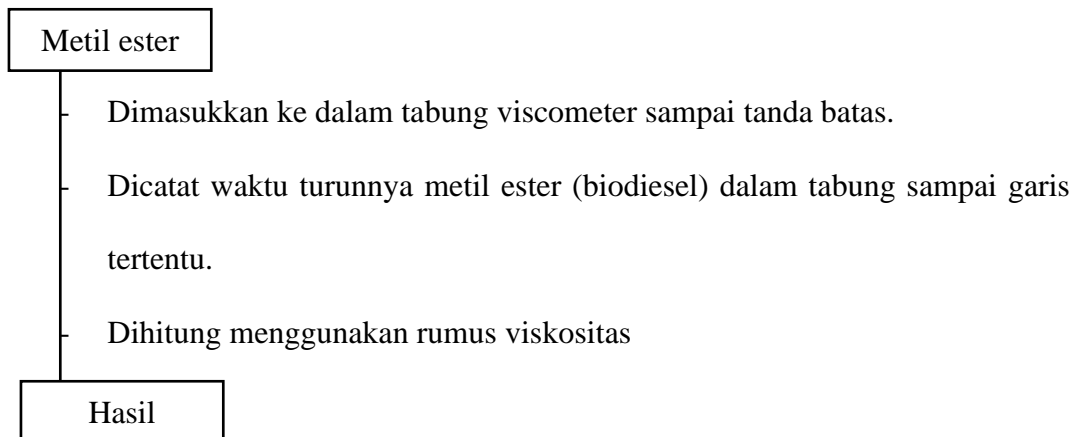


Uji Karakteristik Produk Metil Ester

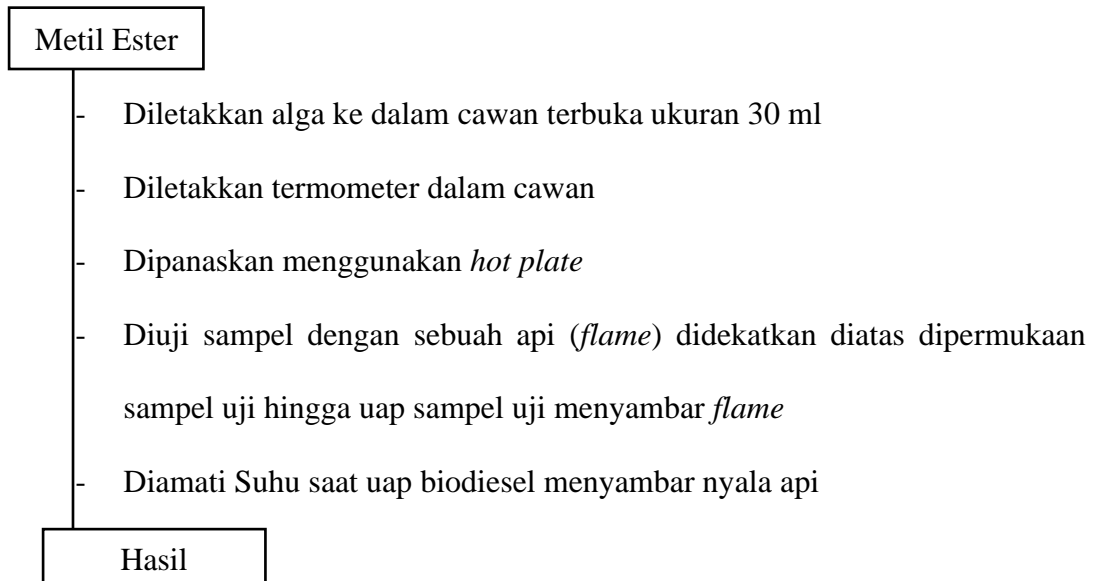
Uji Densitas Produk Metil Ester



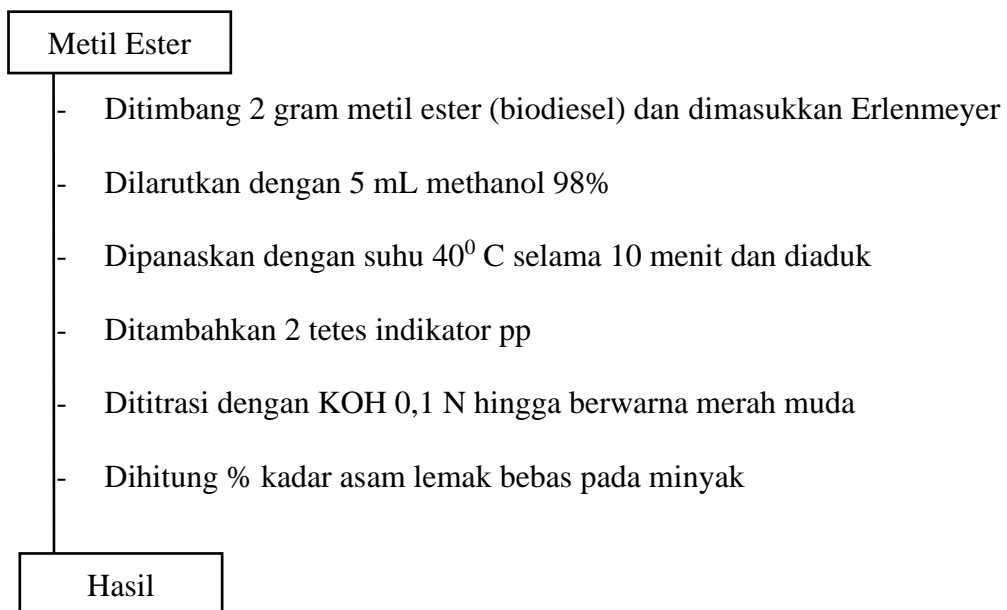
Uji Viskositas Produk Metil Ester



Uji Titik Nyala Produk Metil Ester



Uji Angka Keasaman Produk Metil Ester



Uji Kadar Air Produk Metil Ester**Metil Ester**

- Disterilkan cawan porselen dalam oven selama 60 menit dengan suhu 105°C
- Didinginkan selama 30 menit dalam desikator dan ditimbang hingga berat konstan
- Ditimbang 0,1gram metil ester (biodiesel) dan dimasukkan ke dalam cawan porselen
- Dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 15 menit
- Didinginkan dalam desikator selama 30 menit dan ditimbang hingga berat konstan
- Ditimbang dan dilakukan pengulangan sampai diperoleh berat konstan

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

L 3.1 Pembuatan KOH 0,1N

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

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 KOH 1% dalam Minyak Alga

Perbandingan mol minyak dengan methanol 1:15

$$\begin{aligned}
 \% \text{ (b.v) Alkali} &= 1\% \\
 \text{Minyak alga yang digunakan} &= 10 \text{ gram} \\
 \text{Perbandingan} &= 1\% \times 10 \text{ gram} = 0,1 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

Adapun prosedur pembuatannya adalah ditimbang KOH sebanyak 0,1 gram, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer.

L. 3.3 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

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

L. 3.6 Perhitungan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)

Volume KOH yang digunakan dalam titrasi = 0,1 ml

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

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

$$= 0,02805\%$$

L. 3.7 Perhitungan Transesterifikasi Lipid Alga Merah *Gracilaria Verrocosa*

1. Variasi waktu 60 Menit

Rasio 1 : 15 (massa alga : metanol)

Ulangan 1

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 13,8970 gram

Ulangan 2

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 19,6666 gram

Ulangan 3

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 18,7720 gram

2. Variasi waktu 90 Menit

Rasio 1 : 15 (massa alga : metanol)

Ulangan 1

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 53,3679 gram

Ulangan 2

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 46,4422 gram

Ulangan 3

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 53,4434 gram

3. Variasi waktu 120 Menit

Rasio 1 : 15 (massa alga : metanol)

Ulangan 1

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 46,8571 gram

Ulangan 2

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 43,1236 gram

Ulangan 3

- Volume metanol = 150 ml
- Massa alga = 10 gram
- Massa FAME = 40,6878 gram

L. 3.8 Perhitungan Karakterisasi Biodiesel Makroalga

- **Densitas**

$$- m = (\text{Volume pikno} + \text{sampel}) - (\text{volume pikno kosong})$$

$$= 23,3055 - 15,2063 = 8,0992 \text{ gram}$$

$$- \rho = \frac{m}{v} = \frac{8,0992 \text{ g}}{10 \text{ ml}} = 0,80992 \frac{\text{g}}{\text{ml}}$$

$$= 809,92 \text{ kg/m}^3$$

- **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 | 4,1 | 4,2 | 4,2 | 4,1 |

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

$$= 0,95 \frac{0,809 \times 4,1}{0,996 \times 1,33}$$

$$= 0,95 \frac{3,3169}{1,3247}$$

$$= 0,95 \times 2,5038$$

$$= 2,3786 \text{ N/m}^2$$

- **Kadar FFA**

Volume KOH yang digunakan dalam titrasi 3,1 ml

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

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

$$= 0,3366\%$$


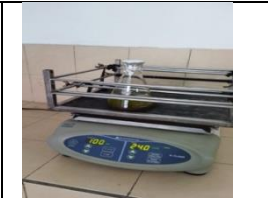

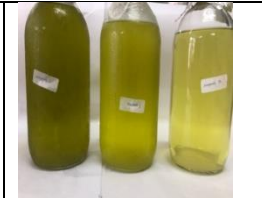
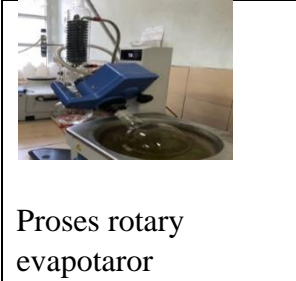

- **Kadar Air %** = $\frac{w_2 - w_3}{w_1} = \frac{43,3458 - 43,3448}{3,0123} \times 100\% = 0,033\%$

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 |




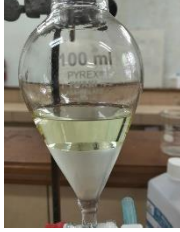

Ekstraksi Alga Merah *Gracilaria verrucosa*

| | | | |
|---|---|---|--|
|  |  |  |  |
| Sampel + Pelarut n-heksana | Proses maserasi | Proses penyaaringan hasil maserasi | Hasil maserasi 1,2 dan 3 |
|  |  | | |
| Proses rotary evapotaror | Sampel setelah dirotary | | |

Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)



| | | | |
|---|---|--|---|
|  |  |  |  |
| Sampel dipanaskan | Penambahan indicator PP | Dititrasi dengan KOH 0,1 N | Hasil titrasi |

Transesterifikasi Asam Lemak Bebas Menjadi Metil Ester

| | | |
|---|---|---|
|  |  |  |
| <p>Sampel + methanol 98% perbandingan 1:15 dan katalis KOH 1% dipanaskan sampai suhu 60°C</p> | <p>Proses transesterifikasi variasi waktu reaksi 60,90 dan 120 menit</p> | <p>Proses pendiaman sampel selama 1 jam</p> |
|  | <p>Proses pencucian sampel dengan aquades panas : asam asetat dengan perbandingan 2:1</p> |  |
| | | <p>Hasil proses transesterifikasi dengan variasi waktu transesterifikasi</p> |

Uji Karakteristik Hasil Metil Ester

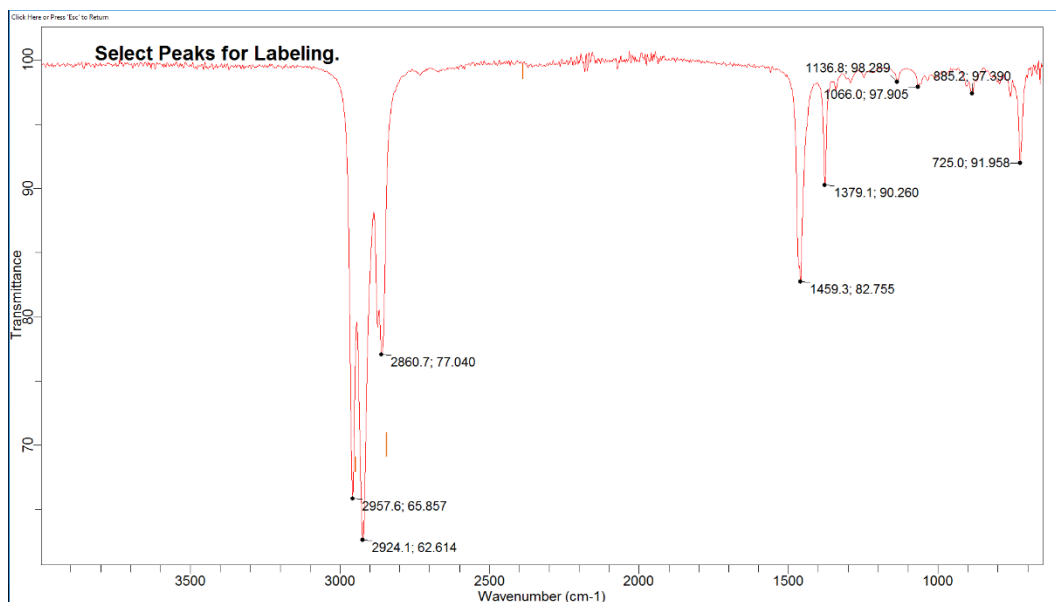
Uji Titik Nyala (*Flash point*)

| | | | |
|---|--|--|---|
|  | <p>Proses pemanasan sampel dengan hotplate</p> |  | <p>Api menyambar sampel pada suhu 145°C</p> |
| <p>Uji Densitas</p> | | | |

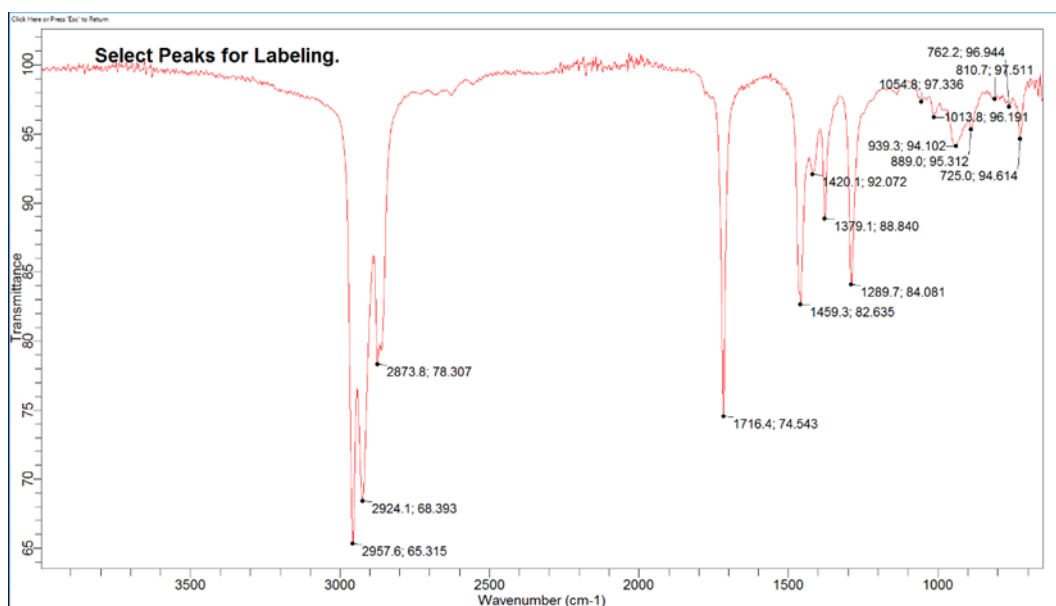
| | | | |
|---|---|---|---|
|  | <p>Penimbangan piknometer kosong</p> |  | <p>Piknometer dengan minyak <i>Gracilaria verrucosa</i> dan ditimbang</p> |
| <p>Uji Viskositas</p> | | | |
|  |  | <p>Minyak alga <i>Gracilaria verrucosa</i> dimasukkan ke dalam viscometer ostwald</p> | <p>Waktu turunnya minyak alga <i>Gracilaria verrucosa</i> dalam tabung sampai garis batas dicatat kemudian dihitung</p> |
| <p>Uji Angka Keasaman</p> | | | |
|  |  |  |  |
| <p>Sampel dipanaskan</p> | <p>Penambahan indicator PP</p> | <p>Dititrasi dengan KOH 0,1 N</p> | <p>Hasil titrasi</p> |
| <p>Uji Kadar Air</p> | | | |
|  |  |  |  |
| <p>Penimbangan cawan kosong</p> | <p>Penambahan sampel kemudian pengovenan</p> | <p>Pendinginan didesikator 30 menit</p> | <p>Penimbangan setelah cawan dingin dan dicatat hasilnya</p> |

Lampiran 5. Hasil Uji Karakteristik Gugus Metil Ester menggunakan FT-IR

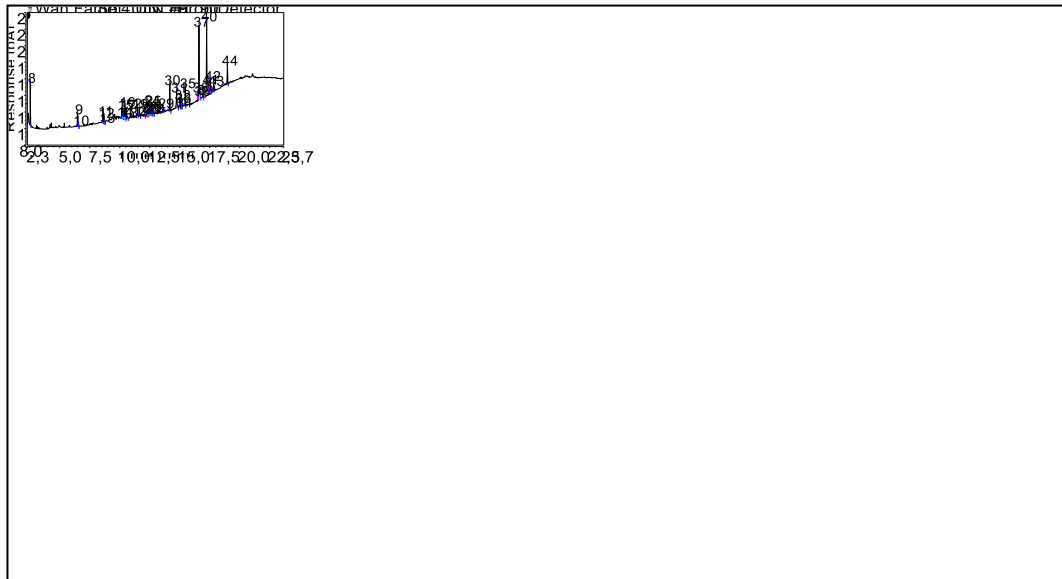
L.5.1 Uji Karakteristik Gugus Metil Ester Sebelum Reaksi Transesterifikasi



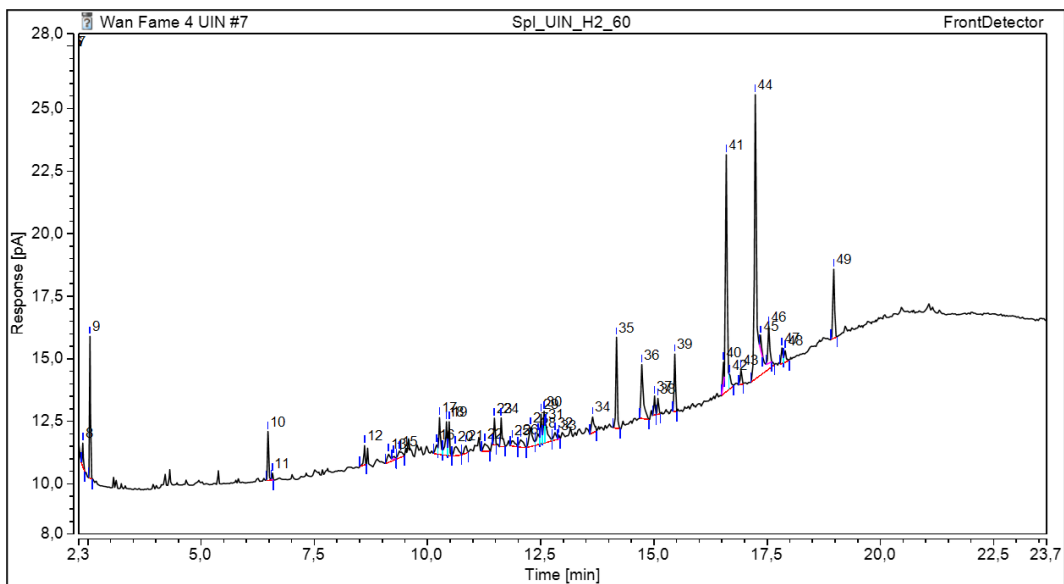
L.5.2 Uji Karakteristik Gugus Metil Ester Setelah Reaksi Transesterifikasi



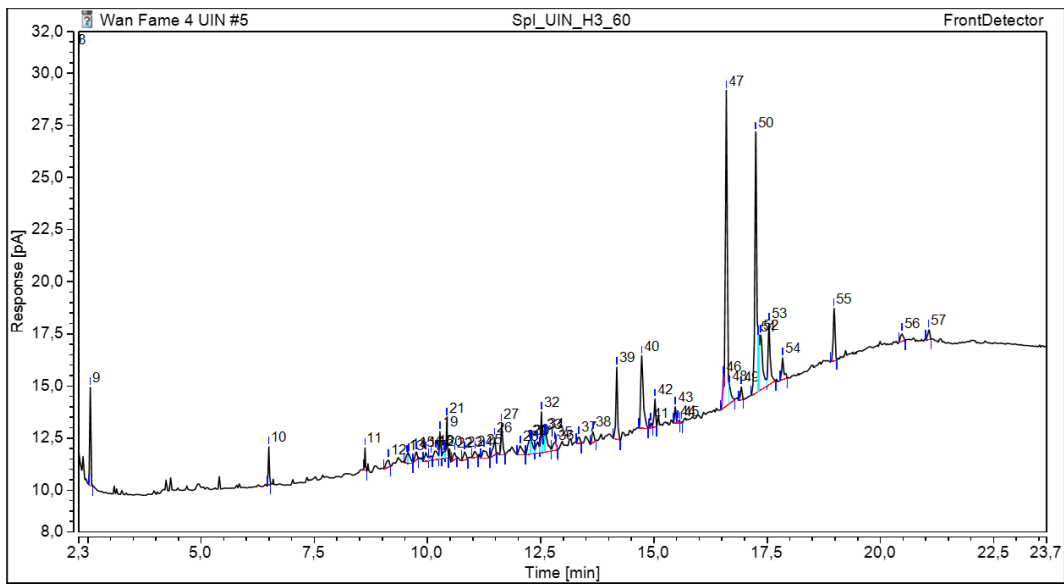
Lampiran 6. Hasil Uji Karakteristik Produk Metil Ester Menggunakan KG



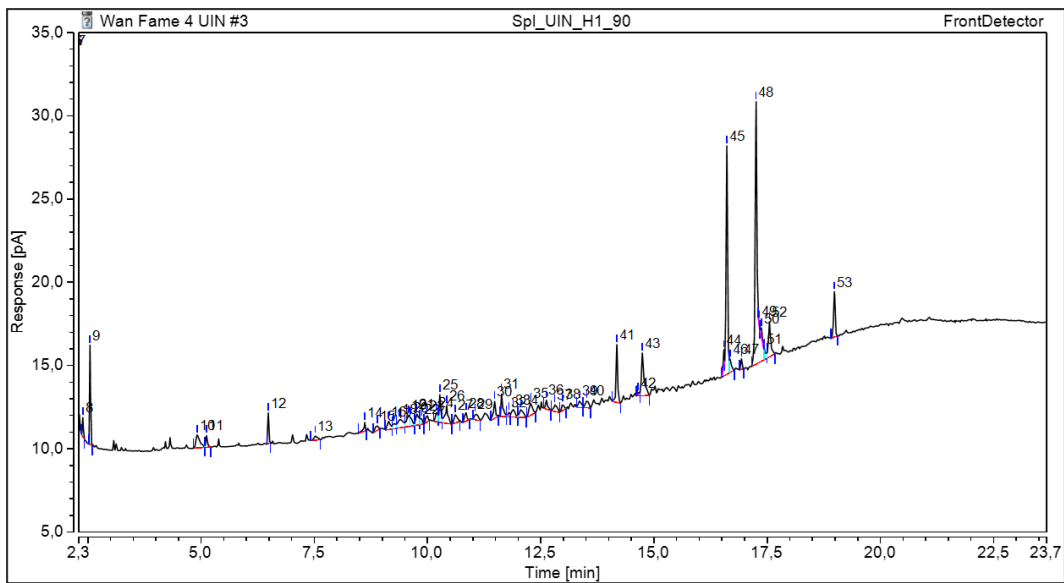
Gambar Kromatogram Variasi 60 menit Ulangan 1



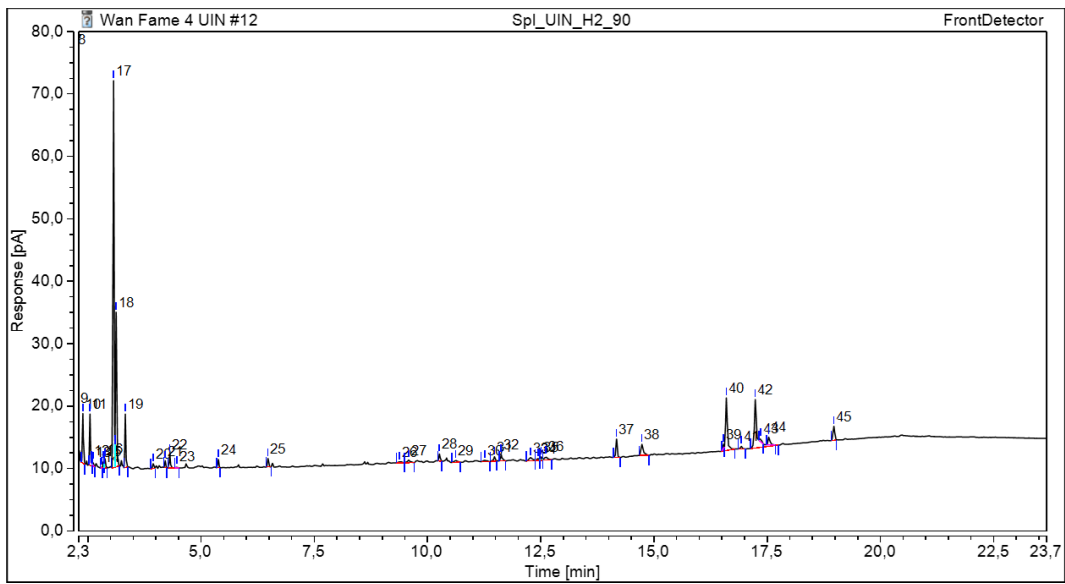
Gambar Kromatogram Variasi 60 menit Ulangan 2



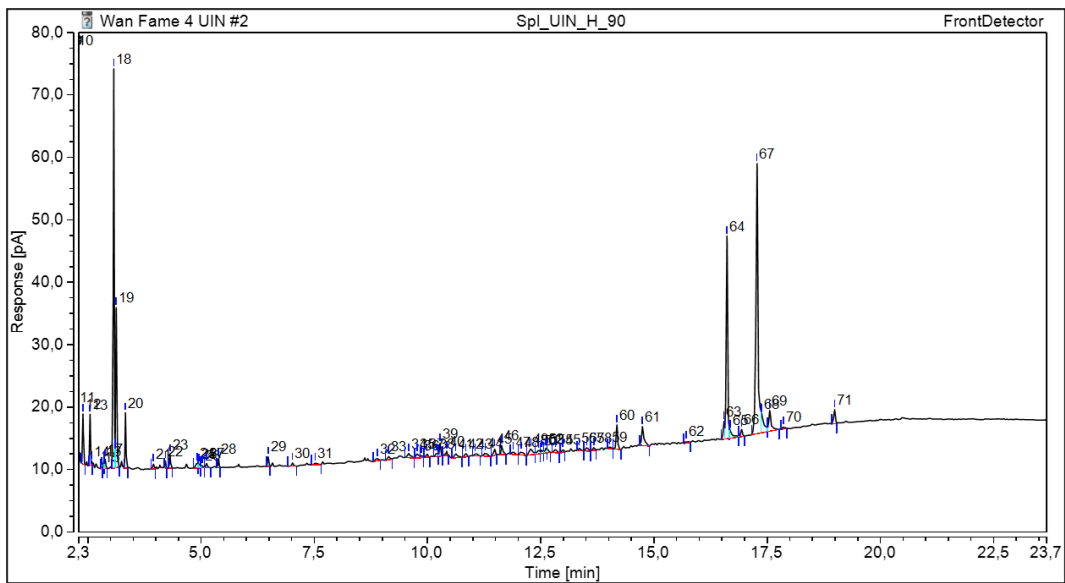
Gambar Kromatogram Variasi 60 menit Ulangan 3



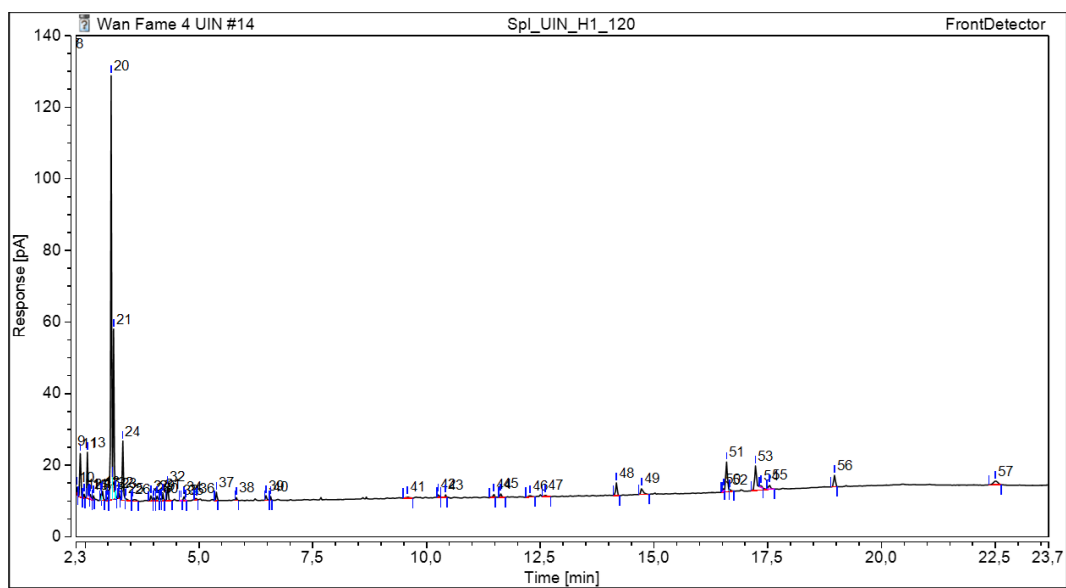
Gambar Kromatogram Variasi 90 menit Ulangan 1



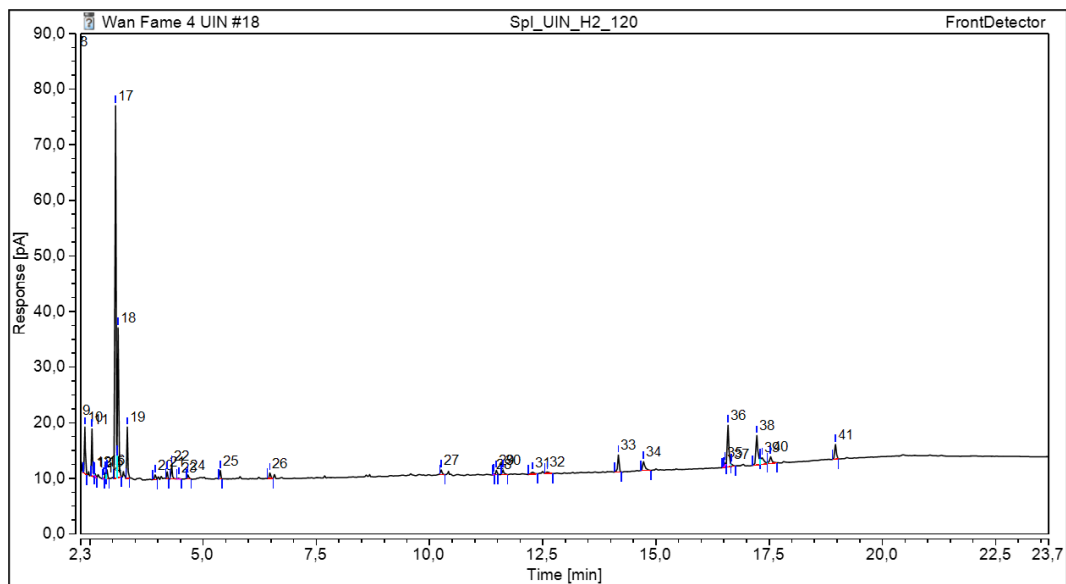
Gambar Kromatogram Variasi 90 menit Ulangan 2



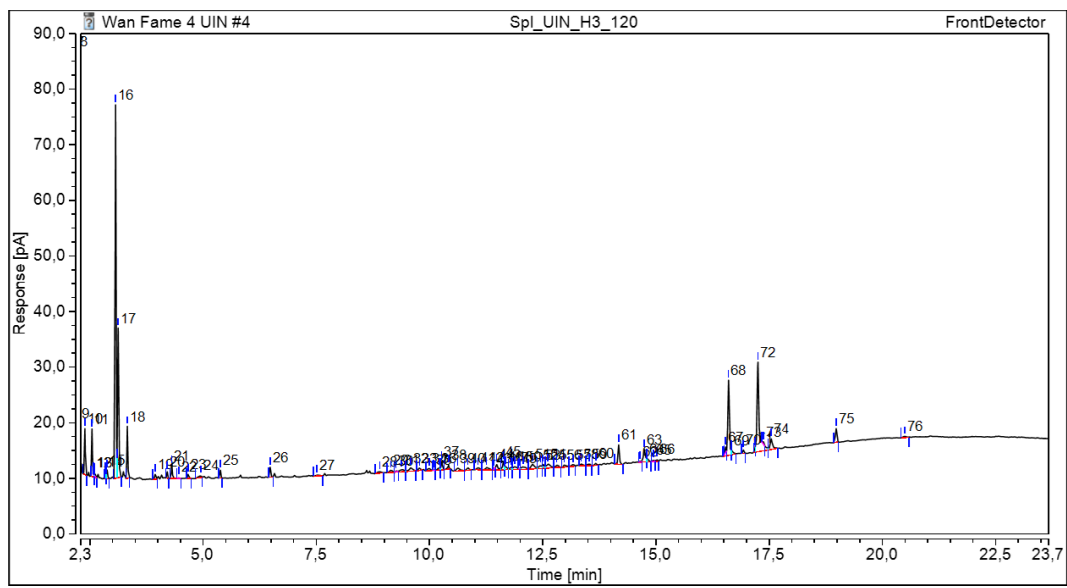
Gambar Kromatogram Variasi 90 menit Ulangan 3



Gambar Kromatogram Variasi 120 menit Ulangan 1

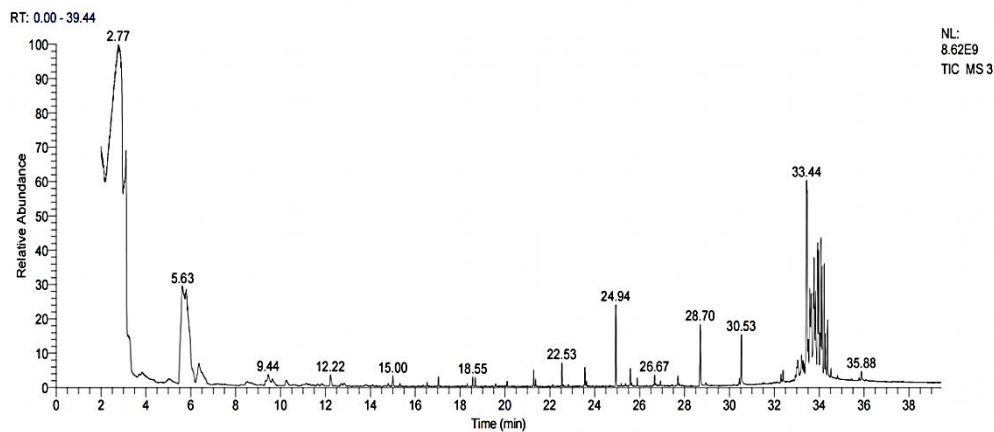


Gambar Kromatogram Variasi 120 menit Ulangan 2



Gambar Kromatogram Variasi 120 menit Ulangan 3

Lampiran 7. Hasil Uji Karakteristik Produk Metil Ester Menggunakan KG-SM



Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------------------------------|----------|--------|------|-----|-----|-----------|-------------------|------------------|
| 3-Nonen-1-ol, (Z)- | 63235442 | 27.57 | 2.81 | 720 | 747 | nist_msms | C9H18O | 142 |
| 2-Propenyl | 63235442 | 27.57 | 2.81 | 684 | 999 | wr10.001 | C7H10F2O | 148 |
| (2,2-Difluorocyclopropyl)methyl Ether | 697.48 | | | | | | | |
| 2-Propenyl | 63235442 | 27.57 | 2.81 | 684 | 999 | WR10 | C7H10F2O | 148 |
| (2,2-Difluorocyclopropyl)methyl Ether | 697.48 | | | | | | | |
| 1,5-Dibutyltetrazole | 63235442 | 27.57 | 2.81 | 684 | 999 | wr10.001 | C9H18N4 | 182 |
| 1,5-Dibutyltetrazole | 697.48 | | | | | | | |
| 1,5-Dibutyltetrazole | 63235442 | 27.57 | 2.81 | 684 | 999 | WR10 | C9H18N4 | 182 |
| | 697.48 | | | | | | | |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------------------------------|----------|--------|------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Benzene, ethyl- | 24827133 | 10.83 | 5.62 | 774 | 797 | WR10 | C8H10 | 106 |
| Benzene, ethyl- | 594.23 | | | | | | | |
| Benzene, ethyl- | 24827133 | 10.83 | 5.62 | 774 | 797 | wr10.001 | C8H10 | 106 |
| Benzene, ethyl- | 594.23 | | | | | | | |
| Ethylbenzene | 24827133 | 10.83 | 5.62 | 760 | 765 | replib | C8H10 | 106 |
| Ethylbenzene | 594.23 | | | | | | | |
| Benzene, ethyl- | 24827133 | 10.83 | 5.62 | 760 | 765 | WR10 | C8H10 | 106 |
| Benzene, ethyl- | 594.23 | | | | | | | |
| Benzene, 1,1'-[oxybis(methylene)]bis- | 24827133 | 10.83 | 5.62 | 796 | 824 | WR10R | C14H14O | 198 |
| Benzene, 1,1'-[oxybis(methylene)]bis- | 594.23 | | | | | | | |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|----------|--------|------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Benzene, ethyl-950.70 | 18658222 | 8.14 | 5.79 | 781 | 802 | wr10.001 | C8H10 | 106 |
| p-Xylene950.70 | 18658222 | 8.14 | 5.79 | 746 | 755 | replib | C8H10 | 106 |
| Benzene, ethyl-950.70 | 18658222 | 8.14 | 5.79 | 781 | 802 | WR10 | C8H10 | 106 |
| N-benzoyl-o-benzyl-N-(phenylsulfonyl)-2,5-diamino-4-(1,1-bis(methoxycarbonyl)methyl)phenol950.70 | 18658222 | 8.14 | 5.79 | 774 | 903 | wr10.001 | C31H28N2O8S | 588 |
| N-benzoyl-o-benzyl-N-(phenylsulfonyl)-2,5-diamino-4-(1,1-bis(methoxycarbonyl)methyl)phenol950.70 | 18658222 | 8.14 | 5.79 | 774 | 903 | WR10 | C31H28N2O8S | 588 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------------------------|---------|--------|------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Benzene, 1,2,3-trimethyl-388.75 | 1205491 | 0.53 | 9.45 | 775 | 822 | wr10.001 | C9H12 | 120 |
| Mesitylene388.75 | 1205491 | 0.53 | 9.45 | 759 | 799 | replib | C9H12 | 120 |
| Benzene, 1,2,4-trimethyl-388.75 | 1205491 | 0.53 | 9.45 | 756 | 814 | replib | C9H12 | 120 |
| Mesitylene388.75 | 1205491 | 0.53 | 9.45 | 754 | 799 | replib | C9H12 | 120 |
| Benzene, 1,2,3-trimethyl-388.75 | 1205491 | 0.53 | 9.45 | 775 | 822 | WR10 | C9H12 | 120 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--------------------------------------|----------|--------|------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Undecane1.78 | 53179114 | 0.23 | 9.64 | 794 | 825 | WR10 | C11H24 | 156 |
| UNDECANE, 2,6-DIMETHYL-1.78 | 53179114 | 0.23 | 9.64 | 805 | 831 | wr10.001 | C13H28 | 184 |
| UNDECANE, 2,6-DIMETHYL-1.78 | 53179114 | 0.23 | 9.64 | 805 | 831 | WR10 | C13H28 | 184 |
| Undecane, 2,6-dimethyl-1.78 | 53179114 | 0.23 | 9.64 | 808 | 834 | replib | C13H28 | 184 |
| Oxalic acid, heptyl propyl ester1.78 | 53179114 | 0.23 | 9.64 | 798 | 875 | mainlib | C12H22O4 | 230 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|-------------------|---------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Undecane392.50 | 1019486 | 0.44 | 12.22 | 791 | 804 | wr10.001 | C11H24 | 156 |
| Undecane392.50 | 1019486 | 0.44 | 12.22 | 791 | 804 | WR10 | C11H24 | 156 |
| pentadecane392.50 | 1019486 | 0.44 | 12.22 | 777 | 797 | WR10R | C15H32 | 212 |
| Pentadecane392.50 | 1019486 | 0.44 | 12.22 | 775 | 792 | replib | C15H32 | 212 |
| PENTADECANE392.50 | 1019486 | 0.44 | 12.22 | 779 | 797 | WR10R | C15H32 | 212 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------|------------------|--------|-------|-----|-----|------------------|-------------------|------------------|
| Dodecane | 62903920 2.73 | 0.27 | 15.00 | 926 | 928 | nistdemo.0 01 | C12H26 | 170 |
| Dodecane | 62903920 2.73 | 0.27 | 15.00 | 926 | 928 | mainlib | C12H26 | 170 |
| Dodecane | 62903920 2.73 | 0.27 | 15.00 | 914 | 946 | WR10R | C12H26 | 170 |
| Dodecane | 62903920 2.73 | 0.27 | 15.00 | 926 | 928 | NISTDEMO | C12H26 | 170 |
| Tridecane | 62903920 2.73 | 0.27 | 15.00 | 911 | 975 | WR10R | C13H28 | 184 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------|------------------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| 1-Dodecene | 36901861 9.07 | 0.16 | 18.56 | 895 | 902 | replib | C12H24 | 168 |
| 1-DODECENE | 36901861 9.07 | 0.16 | 18.56 | 895 | 901 | WR10 | C12H24 | 168 |
| 1-DODECENE | 36901861 9.07 | 0.16 | 18.56 | 895 | 901 | wr10.001 | C12H24 | 168 |
| 1-TETRADECENE | 36901861 9.07 | 0.16 | 18.56 | 895 | 901 | WR10 | C14H28 | 196 |
| 1-Tetradecene | 36901861 9.07 | 0.16 | 18.56 | 914 | 968 | WR10R | C14H28 | 196 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------|------------------|--------|-------|-----|-----|---------|-------------------|------------------|
| Hexadecane | 80553066 1.82 | 0.35 | 22.53 | 920 | 927 | replib | C16H34 | 226 |
| Heptadecane | 80553066 1.82 | 0.35 | 22.53 | 923 | 940 | WR10R | C17H36 | 240 |
| Heptadecane | 80553066 1.82 | 0.35 | 22.53 | 924 | 924 | replib | C17H36 | 240 |
| Octadecane | 80553066 1.82 | 0.35 | 22.53 | 918 | 924 | replib | C18H38 | 254 |
| Nonadecane | 80553066 1.82 | 0.35 | 22.53 | 927 | 942 | replib | C19H40 | 268 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---------------------------------|-------------------|--------|-------|-----|-----|------------------|-------------------|------------------|
| Hexadecanoic acid, methyl ester | 2911649 380.45 | 1.27 | 24.94 | 936 | 936 | NISTDEMO | C17H34O2 | 270 |
| Hexadecanoic acid, methyl ester | 2911649 380.45 | 1.27 | 24.94 | 936 | 936 | mainlib | C17H34O2 | 270 |
| Hexadecanoic acid, methyl ester | 2911649 380.45 | 1.27 | 24.94 | 934 | 934 | replib | C17H34O2 | 270 |
| Hexadecanoic acid, methyl ester | 2911649 380.45 | 1.27 | 24.94 | 933 | 933 | WR10 | C17H34O2 | 270 |
| Hexadecanoic acid, methyl ester | 2911649 380.45 | 1.27 | 24.94 | 936 | 936 | nistdemo.0 01 | C17H34O2 | 270 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|------------------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| HEXADECANOIC ACID, 1-METHYLETHYL ESTER | 29223531 3.15 | 0.13 | 25.89 | 878 | 882 | WR10 | C19H38O2 | 298 |
| HEXADECANOIC ACID, 1-METHYLETHYL ESTER | 29223531 3.15 | 0.13 | 25.89 | 878 | 882 | wr10.001 | C19H38O2 | 298 |
| i-Propyl 14-methyl-pentadecanoate | 29223531 3.15 | 0.13 | 25.89 | 877 | 887 | mainlib | C19H38O2 | 298 |
| Isopropyl palmitate | 29223531 3.15 | 0.13 | 25.89 | 877 | 882 | replib | C19H38O2 | 298 |
| Isopropyl palmitate | 29223531 3.15 | 0.13 | 25.89 | 884 | 891 | replib | C19H38O2 | 298 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|------------------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester | 60689186 2.93 | 0.26 | 26.67 | 922 | 948 | WR10 | C19H36O2 | 296 |
| 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester | 60689186 2.93 | 0.26 | 26.67 | 922 | 948 | wr10.001 | C19H36O2 | 296 |
| 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester | 60689186 2.93 | 0.26 | 26.67 | 906 | 928 | WR10R | C19H36O2 | 296 |
| trans-13-Octadecenoic acid, methyl ester | 60689186 2.93 | 0.26 | 26.67 | 901 | 909 | mainlib | C19H36O2 | 296 |
| 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester | 60689186 2.93 | 0.26 | 26.67 | 922 | 949 | replib | C19H36O2 | 296 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|-----------------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Neophytadiene | 64880030 .96 | 0.03 | 26.83 | 735 | 894 | mainlib | C20H38 | 278 |
| 3,7,11,15-Tetramethyl-2-hexadecen-1-ol | 64880030 .96 | 0.03 | 26.83 | 734 | 886 | mainlib | C20H40O | 296 |
| 2-Hexadecen-1-ol, 3,7,11,15-tetramethyl-, [R-[R*,R*-(E)]]- | 64880030 .96 | 0.03 | 26.83 | 734 | 862 | WR10 | C20H40O | 296 |
| 2-Hexadecen-1-ol, 3,7,11,15-tetramethyl-, [R-[R*,R*-(E)]]- | 64880030 .96 | 0.03 | 26.83 | 734 | 862 | wr10.001 | C20H40O | 296 |
| (2E)-3,7,11,15-TETRAMETHYL-2-HEXADECEN-1-OL | 64880030 .96 | 0.03 | 26.83 | 734 | 886 | WR10R | C20H40O | 296 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|-------------------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Arachidonic acid | 3603711 666.47 | 1.57 | 28.70 | 808 | 814 | mainlib | C20H32O2 | 304 |
| (all-Z)-methyl 5,8,11,14-eicosa-tetraen-oic acid, methyl ester | 3603711 666.47 | 1.57 | 28.70 | 812 | 812 | WR10 | C21H34O2 | 318 |
| (all-Z)-methyl 5,8,11,14-eicosa-tetraen-oic acid, methyl ester | 3603711 666.47 | 1.57 | 28.70 | 812 | 812 | wr10.001 | C21H34O2 | 318 |
| 5,8,11,14-Eicosatetraenoic acid, methyl ester, (all-Z)- | 3603711 666.47 | 1.57 | 28.70 | 850 | 850 | mainlib | C21H34O2 | 318 |
| 5,8,11,14-Eicosatetraenoic acid, methyl ester, (all-Z)- | 3603711 666.47 | 1.57 | 28.70 | 850 | 857 | replib | C21H34O2 | 318 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---|-------------------|--------|-------|-----|-----|-------------|-------------------|------------------|
| Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester | 2494912 551.77 | 1.09 | 30.53 | 907 | 907 | nistdemo.01 | C22H42O4 | 370 |
| Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester | 2494912 551.77 | 1.09 | 30.53 | 907 | 907 | mainlib | C22H42O4 | 370 |
| Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester | 2494912 551.77 | 1.09 | 30.53 | 906 | 907 | WR10 | C22H42O4 | 370 |
| Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester | 2494912 551.77 | 1.09 | 30.53 | 906 | 907 | wr10.001 | C22H42O4 | 370 |
| Hexanedioic acid, bis(2-ethylhexyl) ester | 2494912 551.77 | 1.09 | 30.53 | 907 | 907 | NISTDEMO | C22H42O4 | 370 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|--------------------|--------|-------|-----|-----|-----------|-------------------|------------------|
| 2,3-Dimethyl-5-[2-(4-nitrophenyl)ethyl]cyclopentanone | 16717785 166.28 | 7.29 | 33.44 | 585 | 684 | WR10 | C15H19NO3 | 261 |
| 2,3-Dimethyl-5-[2-(4-nitrophenyl)ethyl]cyclopentanone | 16717785 166.28 | 7.29 | 33.44 | 585 | 684 | wr10.001 | C15H19NO3 | 261 |
| 3-(4-Methoxyphenyl)-7-methyl-2-(methylsulfanyl)-4,5-dihydro-3H-azepine | 16717785 166.28 | 7.29 | 33.44 | 549 | 639 | WR10 | C15H19NOS | 261 |
| 3-(4-Methoxyphenyl)-7-methyl-2-(methylsulfanyl)-4,5-dihydro-3H-azepine | 16717785 166.28 | 7.29 | 33.44 | 549 | 639 | wr10.001 | C15H19NOS | 261 |
| Isoflavone-7-O- β -D-glucopyranoside | 16717785 166.28 | 7.29 | 33.44 | 627 | 771 | nist_msms | C21H20O8 | 400 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---|-------------------|--------|-------|-----|-----|-------------|-------------------|------------------|
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 6419322 599.40 | 2.80 | 34.08 | 854 | 854 | NISTDEMO | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 6419322 599.40 | 2.80 | 34.08 | 854 | 854 | mainlib | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 6419322 599.40 | 2.80 | 34.08 | 854 | 854 | WR10 | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 6419322 599.40 | 2.80 | 34.08 | 854 | 854 | wr10.001 | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 6419322 599.40 | 2.80 | 34.08 | 854 | 854 | nistdemo.01 | C26H42O4 | 418 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|---|-------------------|--------|-------|-----|-----|-------------|-------------------|------------------|
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 1820363 768.33 | 0.79 | 34.37 | 844 | 845 | nistdemo.01 | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 1820363 768.33 | 0.79 | 34.37 | 844 | 845 | NISTDEMO | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 1820363 768.33 | 0.79 | 34.37 | 844 | 845 | mainlib | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 1820363 768.33 | 0.79 | 34.37 | 844 | 845 | WR10 | C26H42O4 | 418 |
| 1,2-Benzenedicarboxylic acid, dinonyl ester | 1820363 768.33 | 0.79 | 34.37 | 861 | 880 | replib | C26H42O4 | 418 |

Qualitative Peak Report

| Compound Name | Area | Area % | RT | SI | RSI | Library | Molecular Formula | Molecular Weight |
|--|------------------|--------|-------|-----|-----|----------|-------------------|------------------|
| Cholesterol | 60461650 9.82 | 0.26 | 35.88 | 759 | 792 | NISTDEMO | C27H46O | 386 |
| Cholest-5-en-3-ol (3 α)- | 60461650 9.82 | 0.26 | 35.88 | 785 | 798 | WR10R | C27H46O | 386 |
| 3-HYDROXYCHOLESTAN-5-YL ACETATE | 60461650 9.82 | 0.26 | 35.88 | 761 | 786 | wr10.001 | C29H50O3 | 446 |
| 3-HYDROXYCHOLESTAN-5-YL ACETATE | 60461650 9.82 | 0.26 | 35.88 | 761 | 786 | WR10 | C29H50O3 | 446 |
| Cholestane-3,5-diol, 5-acetate, (3 α ,5 α)- | 60461650 9.82 | 0.26 | 35.88 | 761 | 786 | mainlib | C29H50O3 | 446 |

Lampiran 8 . Hasil Tabel ANOVA

Analisis ANOVA Produk Hasil Reaksi Transesterifikasi

ANOVA

Variasi Waktu

| | Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|----------------|----------------|----|-------------|---------|-------|
| Between Groups | 859.755 | 2 | 429.877 | 373.563 | 0.000 |
| Within Groups | 3.452 | 3 | 1.151 | | |
| Total | 863.207 | 5 | | | |

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

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Variasi Waktu

Tukey HSD

| (I) ulangan | (J) ulangan | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|-------------|-------------|-----------------------|------------|-------|-------------------------|-------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| 60 menit | 90 menit | -27.4306500* | 1.0727301 | 0.000 | -31.913287 | -22.948013 |
| | 120 menit | -22.6867000* | 1.0727301 | 0.000 | -27.169337 | -18.204063 |
| 90 menit | 60 menit | 27.4306500* | 1.0727301 | 0.000 | 22.948013 | 31.913287 |
| | 120 menit | 4.7439500* | 1.0727301 | 0.043 | 0.261313 | 9.226587 |
| 120 menit | 60 menit | 22.6867000* | 1.0727301 | 0.000 | 18.204063 | 27.169337 |
| | 90 menit | -4.7439500* | 1.0727301 | 0.043 | -9.226587 | -0.261313 |

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