

**EFEK SUHU DAN KONSENTRASI KATALIS DALAM PROSES
TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* TERHADAP PRODUKSI BODIESEL
DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE)**

(Skripsi)

Oleh

VERA WATI WIJAYA



**FAKULTAS PERTANIAN
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

**THE EFFECT OF TEMPERATURE AND CATALYST CONCENTRATION
ON TRANSESTERIFICATION IN SITU PROCESS TO BIODIESEL
PRODUCTION FROM SPENT BLEACHING EARTH (SBE)**

ABSTRACT

By

VERA WATI WIJAYA

Biodiesel production process is generally carried out through two stages, that are the stage of oil extraction from raw materials and the stage of transesterification oil into biodiesel. Both stages are done separately and discontinuously, so the biodiesel production process becomes less efficient and consume a lot of energy (Kartika *et al.*, 2009). Based on these constraints, a simpler alternative process is needed to produce biodiesel through in situ transesterification process. In situ transesterification is a simpler method in producing biodiesel by eliminating oil extraction and purification processes, therefore it reduces production costs (Haas *et al.*, 2004). Two factors to consider in biodiesel production by in situ transesterification are the concentration of catalyst and reaction temperature which affect the biodiesel yield and properties. This study aimed to determine the optimum reaction temperature and catalyst

concentration, and the interaction between the two treatments on the yield of biodiesel and acid number, saponification number, iodine number, and cetane number according to SNI-04-7182-2006. The research was arranged in factorial Randomized Block Design with three replications. The treatments consisted of two factors, that were ; the first factor was the reaction temperature (45°C , 55°C , and 65°C) and the second factor was the concentration of NaOH catalyst (1.5%, 2.5% and 3.5%). The homogeneity and additivity of data were analyzed by Barlett and Tuckey test, respectively. The data was analyzed by analysis of variance for difference between treatments, and further analyzed by Orthogonal Polinomial to get the best treatment. The results showed that the best treatment was T3K3, that was at reaction temperature of 65°C and catalyst concentration of 3.5% (w/w), which resulted the biodiesel yield of 53.11%, the acid number of 1.49 mg KOH/gram, the saponification number of 194.48 mg KOH/gram, the iodine number of 28,68 $\text{gI}_2 / 100\text{g}$, and the cetana number of 67,98.

Keywords: Biodiesel, spent bleaching earth, transesterification in situ

ABSTRAK

EFEK SUHU DAN KONSENTRASI KATALIS DALAM PROSES TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* TERHADAP PRODUKSI BODIESEL DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE)

Oleh

VERA WATI WIJAYA

Proses produksi biodiesel umumnya dilakukan dua tahap yaitu tahap ekstraksi minyak dari bahan baku dan tahap transesterifikasi minyak menjadi biodiesel. Kedua tahapan tersebut dilakukan secara terpisah dan diskontinyu, sehingga proses produksi biodiesel menjadi kurang efisien dan mengkonsumsi banyak energi (Kartika *et al.*, 2009). Berdasarkan kendala tersebut, diperlukan proses alternatif untuk memproduksi biodiesel yang lebih sederhana melalui transesterifikasi *in situ*. Transesterifikasi *in situ* merupakan metode untuk memproduksi biodiesel yang mengeliminasi proses ekstraksi dan pemurnian minyak, sehingga dapat menurunkan biaya produksi (Haas *et al.*, 2004). Beberapa faktor yang perlu diperhatikan dalam proses pembuatan biodiesel secara transesterifikasi *in situ* adalah konsentrasi katalis dan suhu reaksi yang dapat mempengaruhi jumlah rendemen biodiesel dan karakteristik biodiesel yang dihasilkan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui suhu reaksi dan konsentrasi katalis optimal, serta

interaksi antara kedua perlakuan tersebut terhadap rendemen biodiesel serta bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod, dan bilangan setana yang sesuai dengan SNI-04-7182-2006. Metode penelitian yang digunakan adalah Rancangan Acak Kelompok Lengkap secara faktorial dengan tiga ulangan. Perlakuan terdiri dari dua factor, yaitu aktor pertama adalah suhu reaksi (45°C , 55°C , dan 65°C) dan faktor kedua adalah konsentrasi katalis NaOH (1,5%, 2,5% dan 3,5%). Selanjutnya keseragaman data diuji dengan uji Barlett dan kemenambahan data diuji dengan uji Tuckey. Data dianalisis dengan sidik ragam untuk mendapatkan penduga ragam galat dan uji signifikansi untuk mengetahui pengaruh antar perlakuan. Selanjutnya data diuji lanjut menggunakan Polinomial Ortogonal. Hasil penelitian menunjukkan bahwa perlakuan terbaik adalah K3T3 yaitu pada konsentrasi katalis 3.5% (b/b) dan suhu reaksi 65°C yang menghasilkan jumlah rendemen biodiesel dari *spent bleaching earth* (SBE) sebesar 53,11% serta memiliki karakteristik bilangan asam 1,49 mg KOH/gram, bilangan penyabunan 194,48 mg KOH/gram, bilangan iod 28,68 gI₂/100g, dan bilangan setana 67,98.

Kata kunci : Biodiesel, *spent bleaching earth*, transesterifikasi *in situ*

**EFEK SUHU DAN KONSENTRASI KATALIS DALAM PROSES
TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* TERHADAP PRODUKSI BODIESEL DARI
SPENT BLEACHING EARTH (SBE)**

Oleh

VERA WATI WIJAYA

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA TEKNOLOGI PERTANIAN**

Pada

**Jurusan Teknologi Hasil Pertanian
Fakultas Pertanian Universitas Lampung**



**FAKULTAS PERTANIAN
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2017**

Judul Skripsi : **EFEK SUHU DAN KONSENTRASI KATALIS
DALAM PROSES TRANSESTERIFIKASI *IN SITU*
TERHADAP PRODUKSI BIODIESEL DARI *SPENT*
BLEACHING EARTH (SBE)**

Nama Mahasiswa : **Oera Wati Wijaya**

No. Pokok Mahasiswa : 1214051071

Program Studi : Teknologi Hasil Pertanian

Fakultas : Pertanian



1. Komisi Pembimbing


Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc.
NIP 19660314 199003 1 009


Ir. Susilawati, M.Si.
NIP 19610806 198702 2 001

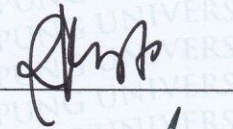
2. Ketua Jurusan Teknologi Hasil Pertanian


Ir. Susilawati, M.Si.
NIP 19610806 198702 2 001

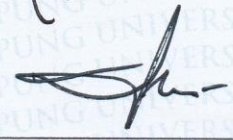
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

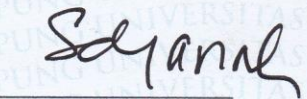
Ketua : **Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc.**



Sekretaris : **Ir. Susilawati, M.Si.**

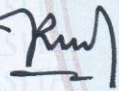


Penguji
Bukan Pembimbing : **Dr. Ir. Siti Nurdjanah, M.Sc.**



Dekan Fakultas Pertanian

Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.Si.
NIP. 19611020 198603 1 002



Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **06 Juni 2017**

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Kota Gajah, Lampung Tengah pada tanggal 27 Februari 1994, sebagai anak kedua dari tiga bersaudara, dari bapak Sujoko dan Ibu Warsi.

Penulis menyelesaikan pendidikan Taman Kanak-kanak Aba di Kebun Dalam, Mesuji pada tahun 2000, Sekolah Dasar di SDN 02 Tunggal Warga, Tulang Bawang pada tahun 2006, Sekolah Menengah Pertama di SMPN 03 Banjar Agung, Tulang Bawang pada tahun 2009, dan Madrasah Aliyah di MA Diniyyah Putri Lampung, Pesawaran pada tahun 2012.

Tahun 2012, penulis diterima di Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung. Penulis melaksanakan Praktik Umum pada bulan Juli sampai Agustus 2015 di PT. Tirta Ratna dengan judul “Mempelajari Proses Pembuatan Produk Brownies di PT Tirta Ratna Unit Merdeka Boga Putera (MBP) Bandung, Jawa Barat” dan Kuliah Kerja Nyata di Desa Poncorejo, Kecamatan Way Ratai, Kabupaten Pesawaran pada bulan Januari 2016.

Penulis pernah mendapatkan dana DIKTI dari Program Kreativitas Mahawasiwa (PKM-P) dengan judul Penelitian “Pemanfaatan Limbah Kulit Pisang (*Musa Sapientum*) untuk Substitusi Tepung Terigu dalam Pembuatan Brownies sebagai Pangan Fungsional” sebagai ketua kelompok pada tahun 2014. Penulis juga aktif dalam kegiatan kemahasiswaan diantaranya menjadi pengurus Himpunan

Mahasiswa Jurusan Teknologi Hasil Pertanian kepengurusan sebagai Anggota Bidang Seminar dan Diskusi pada periode 2013/2014, Anggota Bidang Penelitian dan Pengembangan BEM Fakultas Pertanian Universitas Lampung pada periode 2014/2015. Ketua Bidang Seminar dan Diskusi periode 2015/2016 di Himpunan Mahasiswa Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Universitas Lampung.

SANWACANA

Bismillahirrahmanirrahim.

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah S.W.T. atas nikmat, petunjuk, serta ridho-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “Efek Suhu dan Konsentrasi Katalis dalam Proses Transesterifikasi *in Situ* Terhadap Produksi Biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* (SBE)”. Penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.S., selaku Dekan Fakultas Pertanian Universitas Lampung.
2. Ibu Ir. Susilawati, M.Si., selaku Ketua Jurusan Teknologi Hasil Pertanian dan pembimbing dua yang telah memberikan pengarahan, saran, dan masukan dalam proses penelitian dan penyelesaian skripsi penulis.
3. Bapak Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc., selaku pembimbing akademik dan sekaligus pembimbing satu, atas bantuan serta pengarahan, saran, dan masukan dalam proses penelitian dan penyelesaian skripsi penulis.
4. Ibu Dr. Ir. Siti Nurdjanah, M.Sc., selaku pembahas atas saran, bimbingan dan evaluasinya terhadap karya skripsi penulis.
5. Bapak dan Ibu dosen pengajar, staff administrasi di Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Lampung.
6. Papa dan Mama, yang selalu berdoa untuk keberhasilan penulis.

7. Teman-teman THP 2012 terima kasih untuk semua dukungannya serta motivasi, dan perhatian teman-teman dalam bantuannya selama penelitian.
8. Terima kasih kepada semua pihak yang telah memberikan bantuan dan dukungannya hingga terselesaikannya skripsi ini.

Penulis berharap semoga Allah SWT membalas segala amal dan kebaikan semua pihak di atas dan skripsi ini dapat bermanfaat. Amin.

Bandar Lampung, 06 Juni 2017

Penulis,

VERA WATI WIJAYA

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang dan Masalah	1
1.2. Tujuan Penelitian	3
1.3. Kerangka Pemikiran	4
1.4. Hipotesis	7
II. TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1. <i>Spent Bleaching Earth</i> (SBE)	8
2.2. Biodiesel (Metil Ester)	9
2.3. Lemak dan Minyak	12
2.4. Esterifikasi.....	13
2.5. Transesterifikasi <i>In Situ</i>	14
2.6. Katalis	17
2.6.1. Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	18
2.6.2. Natrium Hidroksida (NaOH)	19
2.7. Suhu	20
2.8. Pelarut	21

2.9. Bilangan Asam	22
2.10. Bilangan Penyabunan.....	23
2.11. Bilangan Iod	23
2.12. Bilangan Setana.....	24
III. BAHAN DAN METODE	25
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2. Bahan dan Alat Penelitian	25
3.3. Metode Penelitian	26
3.4. Prosedur Percobaan	26
3.4.1. Prosedur Percobaan Pendahuluan.....	26
3.4.2. Proses Esterifikasi <i>in situ</i>	28
3.4.3. Proses Transesterifikasi <i>in situ</i>	29
3.5. Variabel Pengamatan.....	30
3.5.1. Penentuan Rendemen Biodiesel.....	30
3.5.2. Penentuan Bilangan Asam.....	31
3.5.3. Penentuan Bilangan Penyabunan.....	32
3.5.4. Penentuan Bilangan Iod.....	33
3.5.5. Penentuan Indeks Set.....	34
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	35
4.1. Penelitian Pendahuluan.....	35
4.2. Rendemen Biodiesel.....	37
4.3. Bilangan Asam Biodiesel	39
4.4. Bilangan Penyabunan Biodiesel	42

4.5. Bilangan Iod Biodiesel	45
4.6. Bilangan Setana Biodiesel	47
4.7. Penentuan Perlakuan Terbaik	50
V. SIMPULAN DAN SARAN	53
5.1 Simpulan	53
5.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN.....	60

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI-04-7182-2006.....	10
2. Sifat fisika dan kimia asam sulfat.....	18
3. Sifat fisika dan kimia NaOH.....	20
4. Sifat fisika dan kimia methanol.....	22
5. Karakteristik <i>spent bleaching earth</i>	35
6. Data rendemen biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	61
7. Uji Bartlett rendemen biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	61
8. Analisis ragam rendemen biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	62
9. Uji polinomial ortogonal rendemen biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE)	63
10. Data bilangan asam biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	64
11. Uji Bartlett bilangan asam biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	64
12. Analisis ragam bilangan asam biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE)...	65
13. Uji polinomial ortogonal bilangan asam biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	66
14. Data bilangan penyabunan biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	67
15. Uji Bartlett bilangan penyabunan biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	67

16. Analisis Ragam bilangan penyabunan biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	68
17. Uji polinomial ortogonal bilangan penyabunan biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	69
18. Data bilangan iod biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	70
19. Uji Bartlett bilangan iod biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	70
20. Analisis ragam bilangan iod biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	71
21. Uji polinomial ortogonal bilangan iod biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	72
22. Data bilangan setana biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	73
23. Uji <i>Bartlett</i> bilangan setana biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	73
24. Analisis ragam bilangan setana biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	74
25. Uji polinomial ortogonal bilangan setana biodiesel dari <i>spent bleaching earth</i> (SBE).....	75

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam.....	14
2. Reaksi transesterifikasi.....	15
3. Proses Pembuatan biodiesel secara esterifikasi <i>in situ</i>	29
4. Proses Pembuatan biodiesel secara esterifikasi dan transesterifikasi <i>in situ</i>	30
5. Pengaruh peningkatan konsentrasi katalis terhadap rendemen pada masing-masing suhu reaksi	37
6. Pengaruh peningkatan suhu reaksi terhadap rendemen pada masing-masing konsentrasi katalis	38
7. Pengaruh peningkatan konsentrasi katalis terhadap bilangan asam biodiesel pada masing-masing suhu reaksi	40
8. Pengaruh peningkatan suhu reaksi terhadap bilangan asam biodiesel pada masing-masing konsentrasi katalis	41
9. Pengaruh peningkatan konsentrasi katalis terhadap bilangan penyabunan biodiesel pada masing-masing suhu reaksi.....	43
10. Pengaruh peningkatan suhu reaksi terhadap bilangan iod biodiesel pada masing-masing konsentrasi katalis.....	46
11. Pengaruh peningkatan konsentrasi katalis terhadap bilangan setana biodiesel pada masing-masing suhu reaksi.....	48
12. Pengaruh peningkatan suhu reaksi terhadap bilangan setana biodiesel pada konsentrasi katalis 2,5% (b/b).....	49

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang dan Masalah

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif untuk mesin diesel yang diproduksi dengan reaksi transesterifikasi dan esterifikasi minyak tumbuhan atau lemak hewan dengan alkohol rantai pendek seperti metanol dengan bantuan katalis yang bersifat asam atau basa. Bahan baku biodiesel dapat berasal dari lemak atau minyak pangan dan atau lemak dan minyak yang tidak layak untuk pangan (*non edible oil/fat*), seperti minyak dedak padi, minyak jelantah, atau minyak *spent bleaching earth* (SBE).

Spent bleaching earth (SBE) merupakan limbah padat yang dihasilkan dari proses pemurnian pada industri minyak goreng. Pada proses pemurnian CPO, pemucatan dilakukan dengan menggunakan *bleaching earth* (BE) dengan kadar antara 0,5% hingga 2,0% dari berat CPO (Young, 1987). Dengan asumsi pada tahun 2010 CPO yang dimanfaatkan menjadi minyak goreng sebesar 6,2 juta ton, maka dalam proses pemurnian CPO diperlukan *bleaching earth* sebesar 124.000 ton per tahun. Pada industri *refinery* minyak nabati, penanganan SBE digunakan sebagai *landfill*, yaitu SBE ditumpuk pada suatu lahan khusus. Diperkirakan SBE yang dihasilkan semakin meningkat karena kebutuhan industri akan BE tiap tahun semakin meningkat, yang

jika dibiarkan dapat berpotensi sebagai bahan pencemar lingkungan.

(Kusumaningtyas, 2011)

Pada dasarnya SBE masih mengandung 20-30% minyak nabati (Kheang, 2006).

Menurut penelitian Lee *et al.* (2009) SBE memiliki kandungan minyak nabati yang tinggi yaitu sekitar 20-40%. Tingginya minyak yang terkandung di dalam *Spent bleaching earth* (SBE), menjadikan SBE sebagai suatu bahan yang sangat potensial untuk dimanfaatkan menjadi biodiesel.

Proses produksi biodiesel umumnya dilakukan melalui dua tahap yaitu tahap ekstraksi minyak dari bahan baku dan tahap transesterifikasi minyak menjadi biodiesel. Ekstraksi minyak nabati umumnya dilakukan secara mekanik menggunakan *expeller* atau *hydraulic press* yang kemudian diikuti oleh ekstraksi dengan n-heksana. Adapun transesterifikasi minyak nabati menjadi biodiesel umumnya dilakukan melalui proses transformasi kimia dengan menggunakan pereaksi metanol atau etanol dan katalisator asam atau basa.

Kedua tahapan tersebut dilakukan secara terpisah dan diskontinyu, sehingga proses produksi biodiesel menjadi kurang efisien dan mengkonsumsi banyak energi. Selain itu, proses produksi minyak dari biji membebani 70% dari total biaya proses produksi biodiesel (Kartika *et al.*, 2015). Berdasarkan kendala tersebut, diperlukan alternatif proses produksi biodiesel yang lebih sederhana melalui transesterifikasi *in situ*.

Proses transesterifikasi *in situ* lebih efisien dari pada proses transesterifikasi konvensional (Hailegiorgis *et al.*, 2013).

Transesterifikasi *in situ* merupakan langkah yang lebih sederhana dalam memproduksi biodiesel dengan mengeliminasi proses ekstraksi dan pemurnian minyak sehingga dapat menurunkan biaya produksi biodiesel (Haas *et al.*, 2004). Metode proses transesterifikasi *in situ* adalah metode dimana proses ekstraksi dan transesterifikasi tidak dilakukan terpisah, proses ekstraksi minyak dan reaksi transesterifikasi minyak menjadi biodiesel terjadi secara simultan dalam satu kali proses. Metode ini memanfaatkan trigliserida yang berasal dari bahan baku sumber minyak tanpa perlu mengekstrak dan memurnikannya terlebih dahulu (Qian *et al.*, 2008).

Hasil-hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa katalis basa (NaOH) dan suhu dapat meningkatkan rendemen biodiesel pada proses transesterifikasi *in situ*, namun hingga saat ini belum diketahui berapa jumlah konsentrasi katalis basa dan suhu optimal yang menghasilkan rendemen biodiesel tertinggi. Oleh karena itu, penelitian ini dimaksudkan untuk mendapatkan hasil uji katalis dan suhu reaksi yang optimal untuk memperoleh rendemen, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod dan bilangan setana terbaik dari biodiesel berbahan baku *Spent Bleaching Earth* (SBE).

1.2. Tujuan Penelitian

Tujuan dilaksanakannya penelitian ini adalah

1. Mengetahui konsentrasi NaOH optimal pada proses produksi biodiesel secara transesterifikasi *in situ* untuk menghasilkan rendemen optimum, bilangan asam, bilangan setana yang sesuai SNI-04-7182-2006.

2. Mengetahui suhu reaksi optimal pada proses produksi biodiesel secara transesterifikasi *in situ* untuk menghasilkan rendemen optimum, bilangan asam, bilangan setana yang sesuai SNI-04-7182-2006.
3. Mengetahui interaksi antara suhu reaksi dan konsentrasi NaOH pada proses transesterifikasi *in situ* dalam pembuatan biodiesel.

1.3. Kerangka Pemikiran

Biodiesel merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran mono-alkyl ester dari rantai panjang asam lemak, yang dipakai sebagai alternative bagi bahan bakar dari mesin diesel dan terbuat dari sumber terbarukan seperti minyak nabati atau lemak hewani (Rahayu, 2005). Salah satu bahan baku yang dapat dijadikan biodiesel adalah *spent bleaching earth* (SBE). *Spent bleaching earth* (SBE) dipilih sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dalam penelitian ini, karena didalamnya masih mengandung 20-30% minyak nabati (Kheang, 2006). Bahkan menurut Lee *et al.* (2009) *spent bleaching earth* (SBE) mengandung sekitar 30-40% minyak nabati. Hal tersebut menjadikan SBE sebagai suatu bahan yang sangat potensial untuk dimanfaatkan menjadi biodiesel.

Minyak yang mengandung asam lemak bebas (ALB) tinggi (>2%) perlu dilakukan proses esterifikasi dengan katalis asam untuk menurunkan kadar asam lemak bebas sampai sekitar 2% kemudian dilanjutkan proses transesterifikasi dengan katalis basa (Ramadhas *et al.*, 2005). Sebagaimana penelitian yang telah dilakukan oleh Kusumaningtyas (2011) mengenai produksi biodiesel secara esterifikasi

transesterifikasi *in situ* pada minyak *spent bleaching earth* (SBE) yang direaksikan dengan methanol, katalis NaOH dengan 1,5% (b/b) dan suhu 65°C menghasilkan rendemen 29,64% serta karakteristik bilangan asam yaitu 0,54 mg KOH/gram dan bilangan penyabunan sebesar 416,67 mg KOH/gram.

Suryani *et al.* (2014) telah melakukan percobaan yang serupa mengenai produksi biodiesel dari residu minyak dalam *spent bleaching earth* (SBE) secara *in situ* dengan konsentrasi katalis H₂SO₄ dan NaOH yaitu 1,5% (v/b), variasi rasio metanol/heksana/bahan 6/0/1, suhu reaksi 65°C dan kecepatan pengadukan 650 rpm menghasilkan rendemen biodiesel sebesar 90,17%. Menurut Shiu *et al.* (2010) peningkatan konsentrasi katalis NaOH dapat meningkatkan rendemen biodiesel, namun penambahan konsentrasi katalis yang terlalu tinggi dapat menyebabkan terjadinya proses saponifikasi sehingga menurunkan rendemen biodiesel. Sedangkan menurut Wayan dan Rosmawaty (2014) penggunaan suhu reaksi yang semakin tinggi sampai dengan 65°C dapat meningkatkan jumlah rendemen biodiesel, sehingga reaksi dapat berjalan semakin cepat. Namun Julia (2007) mengemukakan bahwa penggunaan suhu yang melebihi titik didih methanol (65°C) dapat menyebabkan penurunan konversi biodiesel yang diakibatkan karena menguapnya sebagian methanol saat reaksi.

Suhu dalam pembuatan biodiesel secara transesterifikasi *in situ* yang sangat berpengaruh terhadap proses terbentuknya biodiesel, dimana besar atau kecilnya suhu reaksi yang diberikan akan mempengaruhi besarnya jumlah rendemen biodiesel yang dihasilkan (Poltack, 2013). Selain itu, penggunaan katalis dalam proses pembuatan

biodiesel sangat diperlukan untuk dapat meningkatkan produksi biodiesel baik dari segi kuantitas dan kualitasnya (Wayan dan Rosmawaty, 2014). Tetapi, konsentrasi katalis perlu diperhatikan karena jika katalis yang digunakan terlalu banyak maka dinilai kurang ekonomis dan semakin banyak jumlah konsentrasi katalis yang digunakan belum tentu dapat meningkatkan produksi biodiesel (Galuh, 2007)

Georgogianni *et al.* (2008) telah melakukan percobaan transesterifikasi *in situ* pada biji bunga matahari menggunakan katalis NaOH 2%, pada suhu 60 °C, dan kecepatan pengadukan 600 rpm menghasilkan *yield* biodiesel yang diperoleh sebesar 95% pada waktu reaksi 20 menit dengan perbandingan massa antara bahan dengan pereaksi (metanol) sebesar 1:10. Qian *et al.* (2008) juga telah melakukan percobaan transesterifikasi *in situ* biji kapas dan mendapatkan konversi minyak menjadi biodiesel sebesar 98% dengan konsentrasi NaOH 0,1 mol/L, suhu dan waktu reaksi masing-masing 40 °C dan 3 jam.

Selain itu, Kartika *et al.* (2015) telah melakukan penelitian mengenai transesterifikasi *in situ* biji jarak pagar pada suhu reaksi 60 °C, waktu reaksi 240 menit dan kecepatan pengadukan 800 rpm menghasilkan rendemen biodiesel tertinggi (71%). Biodiesel yang dihasilkan mempunyai bilangan asam 0,27 mg KOH/g sehingga memenuhi Standar Biodiesel Indonesia.

Belum diketahui berapa suhu dan konsentrasi NaOH yang digunakan untuk proses produksi biodiesel *spent bleaching earth* (SBE) secara transesterifikasi *in situ* yang optimum. Namun penelitian-penelitian tersebut dapat dijadikan sebagai acuan dalam

penelitian ini. Oleh karena itu melalui penelitian ini diharapkan dapat diketahui suhu dan konsentrasi NaOH untuk produksi biodiesel yang dapat menghasilkan rendemen, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod dan bilangan setana yang memenuhi SNI 04-7128-2006.

1.4. Hipotesis

Adapun hipotesis yang diajukan pada penelitian ini adalah :

1. Terdapat konsentrasi NaOH optimal pada proses produksi biodiesel secara transesterifikasi *in situ* untuk menghasilkan rendemen optimum, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod dan bilangan setana yang sesuai SNI-04-7182-2006.
2. Terdapat suhu reaksi optimal pada proses produksi biodiesel secara transesterifikasi *in situ* untuk menghasilkan rendemen optimum, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod dan bilangan setana yang sesuai SNI-04-7182-2006.
3. Terdapat interaksi antara suhu reaksi dan konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses transesterifikasi *in situ* dalam pembuatan biodiesel.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Spent Bleaching Earth* (SBE)

Spent bleaching earth atau tanah pemucat bekas adalah limbah padat yang dihasilkan dalam tahapan proses pemurnian minyak dalam industri minyak goreng. *Spent bleaching earth* yang berasal dari pemurnian CPO merupakan campuran antara *bleaching earth* dan senyawa organik yang berasal dari CPO. Senyawa organik yang berasal dari CPO sebagian besar merupakan senyawa trigliserida (*fat*) dan komponen organik dalam jumlah relatif kecil adalah digliserida, asam lemak bebas, protein, zat warna alami, dan *wax*. Selain itu dalam *spent bleaching earth* juga masih terkandung komponen asam fosfat. Asam fosfat ini berasal dari proses *degumming* yang terbawa oleh CPO ke unit *bleaching* (Wahyudi, 2000).

Tanah pemucat (*bleaching earth*) merupakan sejenis tanah liat dengan komposisi utama terdiri dari SiO_2 , Al_2O_3 , air terikat serta ion Ca^{2+} , magnesium oksida dan besi oksida. Daya pemucat *bleaching earth* disebabkan oleh ion Al^{3+} pada permukaan partikel penjerap sehingga dapat mengadsorpsi zat warna dan tergantung perbandingan Al_2O_3 dan SiO_2 dalam *bleaching earth* (Ketaren, 1986). Mineral ini memiliki rumus umum $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ dan sifat yang mudah menyerap air, mengembang, tidak tahan terhadap pengocokan dan tekanan yang

kuat. Selain itu, tanah pemucat memiliki warna yang bervariasi mulai dari putih krem, abu-abu, kuning sampai coklat kehitaman.

Pada umumnya industri minyak akan membuang *spent bleaching earth* pada suatu lahan (*landfill*). SBE yang telah digunakan dalam proses pemurnian lama kelamaan akan terdeaktivasi karena permukaannya telah tertutupi oleh bahan-bahan pengotor yang terbawa pada proses pemurnian CPO antara lain fosfatida, gum, logam, asam lemak serta zat warna pada CPO sehingga tidak dapat digunakan kembali dan dapat berpotensi untuk pencemaran lingkungan. Menurut PP No. 85 tahun 1999, SBE merupakan limbah bahan berbahaya dan beracun (limbah B3). Karena SBE dapat menimbulkan polusi dan reaksi pembakaran (Krisyanti dan Sukandar, 2011).

2.2. Biodiesel (Metil Ester)

Biodiesel merupakan sejenis bahan bakar diesel yang diproses dari bahan hayati terutama minyak nabati dan lemak hewan dan secara kimiawi dinyatakan sebagai mono-alkil ester dari asam lemak rantai panjang yang bersumber dari golongan lipida (Darnoko, 2000). Sedangkan Bahan bakar diesel biasa juga disebut light oil atau solar adalah suatu campuran dari hydrocarbon yang telah didistilasi setelah bensin dan minyak tanah dari minyak mentah pada temperatur 200°C sampai 340°C. Sebagian besar solar digunakan untuk menggerakkan mesin diesel (Sugiyono, 2006).

Biodiesel memiliki beberapa keuntungan jika dibandingkan dengan solar diantaranya dapat diperbaharui dan ramah lingkungan karena tidak mengandung senyawa aromatik dan sulfur sehingga mudah terurai dan tidak beracun, juga

dalam penggunaannya sebagai bahan bakar diesel dapat mengurangi emisi gas buang sehingga tidak menambah efek rumah kaca, dan bilangan setana yang lebih tinggi dari petroleum diesel (Risnoyatiningih, 2010).

Biodiesel didefinisikan sebagai mono alkil ester rantai panjang dari asam lemak yang diderivasi dari bahan yang dapat diperbaharui (*renewable feedstocks*), untuk penggunaan penyudutan kompresi (*compression-ignition*) dari mesin diesel.

Biodiesel dianggap sebagai bahan bakar pengganti (alternatif) dari bahan bakar konvensional diesel solar yang tersusun dari metil ester asam lemak (FAME) (Krawczyk, 1996). Penjelasan tentang syarat dan mutu biodiesel menurut SNI (Standar Nasional Indonesia) dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Persyaratan kualitas biodiesel menurut SNI-04-7182-2006

Parameter dan satuannya	Batas nilai	Metode uji	Metode setara
Massa jenis pada 40°C, kg/m ³	850 - 890	ASTM D 1298	ISO 3675
Viskositas kinematik pd 40°C, mm ² /s (cSt)	2,3 – 6,0	ASTM D 445	ISO 3104
Angka setana	min. 48	ASTM D 613	ISO 5165
Titik kilat (mangkok tertutup), °C	min. 100	ASTM D 93	ISO 2710
Titik awan/mendung, °C	maks. 18	ASTM D 2500	-
Korosi strip tembaga (3 jam pada 50 °C)	maks. no 3	ASTM D 130	ISO 2160
Residu karbon (%-b)			
- dalam contoh asli	maks. 0,05		
- dalam 10% ampas asli	(maks. 0,3)	ASTM D 4530	ISO 10370
Air dan sedimen, %-vol	maks. 0,05	ASTM D2709	-
Temperatur distilasi 90%, °C	maks. 360	ASTM D1160	-
Abu tersulfatkan, %-b	maks. 0,02	ASTM D 974	ISO 3987
Belerang, ppm-b (mg/kg)	maks. 80	ASTM D 5453	PrEN ISO 20884
Angka asam, mg-KOH/g	maks. 0,8	FBI-A01-03	ASTM D 974
Gliserol bebas, %-b	maks. 0,02	FBI-A02-03	AOCS Ca 14-56
Gliserol total, %-b	maks. 0,24	FBI-A02-03	AOCS Ca 14-56
Kadar ester alkil, %-b	min. 96,5	FBI-A03-03	FBI-A03-03
Angka iodium, %-b (g-I ₂ /100g)	maks. 115	FBI-A04-03	PrEN 14111
Uji Halphen	Negatif	FBI-A06-03	AOCS Cb 1-25

sumber : Standar Nasional Indonesia, 2006.

Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi *transesterifikasi* trigliserida dan atau reaksi *esterifikasi* asam lemak bebas dengan *methanol* tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan (Nurhayati, 2014). Menurut Hambali (2007), prinsip proses pembuatan biodiesel sebenarnya sangat sederhana. Biodiesel dihasilkan melalui proses *transesterifikasi* minyak atau lemak dengan alkohol. Alkohol akan menggantikan gugus alkohol pada struktur ester minyak dengan dibantu katalis. Katalis yang umumnya digunakan adalah NaOH dan KOH (Hambali, 2007).

Berdasarkan kandungan FFA dalam minyak nabati maka proses pembuatan biodiesel secara komersial dibedakan menjadi 2 yaitu :

1. Transesterifikasi dengan katalis basa untuk bahan baku *refined oil* atau minyak nabati dengan kandungan FFA rendah.
2. Esterifikasi dengan katalis asam (umumnya menggunakan asam sulfat) untuk minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi dilanjutkan dengan transesterifikasi dengan katalis basa.

Biodiesel bersifat *biodegradable*, hampir tidak mengandung sulfur, dan bahan bakar. Alternatif bahan bakar terdiri dari metil atau etil ester, hasil *transesterifikasi* baik dari trigliserida (TG) atau *esterifikasi* dari asam lemak bebas (FFA) (Ma dan Hanna, 1999).

Proses esterifikasi dengan katalis asam diperlukan jika minyak nabati mengandung FFA di atas 5%. Jika minyak berkadar FFA tinggi (>5%) langsung ditransesterifikasi dengan katalis basa maka FFA akan bereaksi dengan katalis membentuk sabun. Terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat

menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian, jadi esterifikasi digunakan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester sehingga mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya dilakukan proses transesterifikasi dengan katalis basa untuk mengkonversikan trigliserida menjadi metil ester (Ozgul dan Turkay, 2003).

Biodiesel memiliki beberapa keuntungan jika dibandingkan dengan solar diantaranya dapat diperbaharui dan ramah lingkungan karena tidak mengandung senyawa aromatik dan sulfur sehingga mudah terurai dan tidak beracun, juga dalam penggunaannya sebagai bahan bakar diesel dapat mengurangi emisi gas buang sehingga tidak menambah efek rumah kaca, dan bilangan setana yang lebih tinggi dari petroleum diesel (Hambali, 2007).

2.3. Lemak dan Minyak

Lemak dan minyak adalah salah satu kelompok yang termasuk pada golongan lipid, yaitu senyawa organik yang terdapat di alam serta tidak larut dalam air, tetapi larut dalam pelarut organik non-polar, misalnya dietil eter ($C_2H_5OC_2H_5$), kloroform ($CHCl_3$), benzena dan hidrokarbon lainnya. Lemak dan minyak dapat larut dalam pelarut tersebut karena mempunyai polaritas yang sama dengan pelarut tersebut (Herlina, 2002).

Lemak dan minyak adalah trigliserida dan triasilgliserol. Trigliserida banyak diubah menjadi monogliserida dan digliserida, karena baik monogliserida dan digliserida luas penggunaannya sebagai bahan pengemulsi. Oleh karena itu trigliserida melalui reaksi transesterifikasi dengan alkohol diubah menjadi

monogliserida dan digliserida dengan bantuan katalis seperti natrium metoksida dan basa lewis lainnya. Hanya saja proses ini menghasilkan campuran yang terdiri atas 40-80% monogliserida, 30-40% digliserida 5-10% trigliserida, 0,2-9% asam lemak bebas dan 4-8 % gliserol (Juliati, 2009).

2.4. Esterifikasi

Esterifikasi adalah tahap konversi dari asam lemak bebas menjadi ester.

Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Asam sulfat, asam sulfonat organik atau resin penukar kation asam kuat merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam praktek industrial (Nurhayati, 2014).

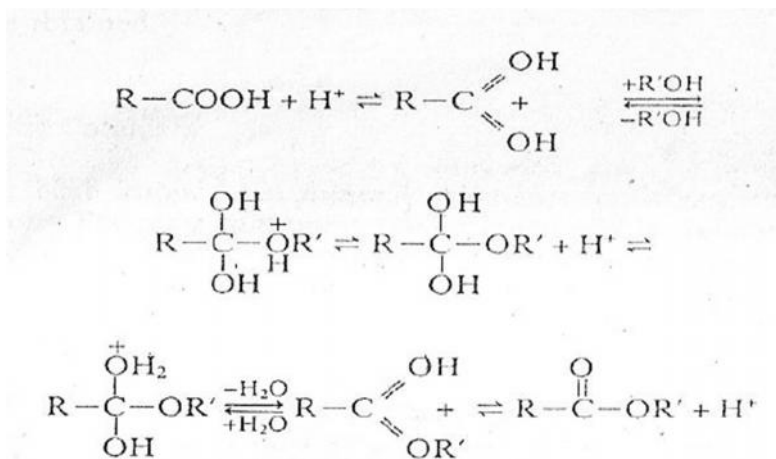
Esterifikasi *in situ* adalah reaksi di mana bahan yang mengandung asam lemak bebas direaksikan dengan alkohol membentuk ester dan air. Esterifikasi *in situ* hanya dapat dilakukan jika umpan yang direaksikan dengan alkohol mengandung asam lemak bebas tinggi. Selain itu, tidak diperlukan adanya tahap ekstraksi dalam proses ini karena pada esterifikasi *in situ*, alkohol berfungsi sebagai solven pengekstrak sekaligus sebagai reaktan.

Esterifikasi biasa dilakukan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar asam lemak bebas tinggi (berangka asam ≥ 2 mg-KOH/g). Pada tahap ini, asam lemak bebas akan dikonversikan menjadi metil ester. Tahap esterifikasi biasa diikuti dengan tahap transesterifikasi. Namun sebelum produk esterifikasi diumpankan ke tahap transesterifikasi, air dan bagian terbesar katalis asam yang dikandungnya harus disingkirkan terlebih dahulu. Esterifikasi *in situ* dapat dilaksanakan dengan menggunakan katalis padat (heterogen) atau katalis cair (homogen). Pada penelitian ini, digunakan katalis cair berupa asam sulfat (H_2SO_4).

Reaksi Esterifikasi :



mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam dapat dilihat pada gambar 2 dibawah ini :



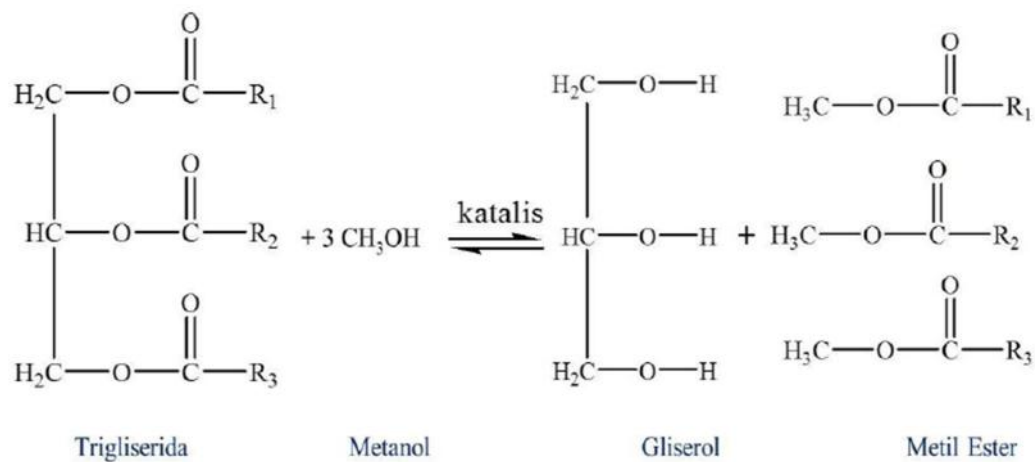
Gambar 1. Mekanisme reaksi esterifikasi dengan katalis asam

2.5. Transesterifikasi *In Situ*

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi tiga tahap dan reaksi balik (reversible) yang membentuk tiga molar FAME dan satu molar gliserol (GL) dari satu molar trigliserida (TG) dan tiga molar metanol. Digliserida (DG) dan monogliserida (MG) merupakan hasil reaksi antara (intermediate). Katalis diharapkan dapat mempengaruhi laju reaksi dalam memproduksi biodiesel secara katalitik pada skala komersial (Susilo, 2006).

Mekanisme reaksi untuk transesterifikasi berkatalis basa dapat diformulasikan dalam tiga tahap. Tahap pertama adalah penyerangan atom karbon karbonil dari molekul trigliserida oleh anion alkohol (ion metoksida) untuk membentuk

senyawa antara. Di tahap kedua, senyawa antara bereaksi dengan alkohol (metanol) untuk meregenerasi anion alkohol (ion metoksida). Di tahap terakhir, pembentukan kembali senyawa antara dihasilkan dalam bentuk ester asam lemak dan digliserida. Ketika NaOH, KOH, K_2CO_3 atau katalis sejenis lainnya dicampur dengan alkohol, (Ma dan Hanna, 1999). Reaksi Transesterifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi *in situ* juga memiliki beberapa keunggulan yaitu

- 1) ester alkil asam-asam lemak, karena memiliki viskositas dan karakter kelarutan yang berbeda dari trigliserida asalnya, dapat lebih mudah terjumput (*recovered*) dari bahan sumber minyak dan bahkan mungkin dengan menggunakan pelarut (yaitu alkohol) yang harga dan marabahayaanya lebih rendah daripada heksan (pelarut konvensional ekstraksi minyak-lemak).
- 2) perbaikan kemudahan dicerna mungkin bisa terjadi pada bungkil ekstraksi, akibat pengaruh asam atau basa katalis transesterifikasi (Harrington *et al.*, 1985).

Beberapa faktor utama yang mempengaruhi reaksi alkoholisis, terutama untuk meningkatkan hasil/rendamen adalah :

1. Waktu reaksi, makin panjang waktu reaksi, maka kesempatan molekul-molekul reaktan bertumbukan makin banyak sehingga konversi makin besar. Jika kesetimbangan reaksi telah tercapai, bertambahnya waktu reaksi tidak akan memperbesar hasil konversi.
2. Konsentrasi, kecepatan reaksi sebanding dengan konsentrasi reaktan. Yaitu rasio molar antara trigliserida dan alkohol, makin tinggi konsentrasi pereaksi, makin banyak pula kesempatan molekul reaktan untuk saling bertumbukan sehingga semakin tinggi pula kecepatan reaksinya.
3. Katalisator, katalis berfungsi mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi, namun tidak mempengaruhi letak kesetimbangan. Katalis juga menyediakan situs-situs aktif tempat terjadinya reaksi. Katalis yang biasa digunakan umumnya basa (NaOH, KOH), atau asam (HCl), natrium metilat, penukar ion zeolit, dll.
4. Kandungan air, dalam bahan baku.
5. Kandungan asam lemak bebas pada bahan baku (akan menghambat reaksi yang diharapkan).
6. Kandungan gliserol, pada bahan baku minyak, karena dapat menghambat reaksi akibat terjadi penggumpalan/emulsi.
7. Kandungan sabun, sama seperti kandungan gliserol jika bahan baku banyak mengandung gliserol dan sabun akan menghambat terbentuknya metil ester.
8. Suhu, semakin tinggi suhu reaksi maka metyl ester yang dihasilkan akan semakin meningkat.

9. Pengadukan, agar reaksi berjalan lebih cepat, diperlukan pencampuran sebaik-baiknya dengan jalan pengadukan. Pengadukan mempengaruhi besarnya faktor frekuensi sehingga kecepatan reaksi akan bertambah besar.
10. Perbandingan reaksi, reaksi alkoholisis minyak nabati memerlukan alkohol berlebih, selain untuk meningkatkan konsentrasi pereaktan, alkohol berfungsi sebagai pelarut terhadap minyak itu sendiri (Ketta dan John, 1978).

2.6. Katalis

Katalis adalah suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Pada proses esterifikasi, asam akan mempercepat reaksi dengan cara mendonorkan elektron ke grup alkoxy sehingga gugus ini lebih reaktif. Sebaliknya, basa pada transesterifikasi berfungsi sebagai katalis dengan cara menarik elektron menjadi reaktif (Prihandana *et al.*, 2006).

Secara komersial biodiesel banyak diproduksi dengan transesterifikasi alkali (basa) di bawah tekanan atmosfer, diproses secara batch, dioperasikan pada suhu 60 – 70°C dengan metanol dan akan terbentuk metil ester secara maksimal dalam waktu 60 menit. Hasil atau kandungan metil ester yang diperoleh sekitar 97–99% dan proses yang dipilih bergantung dari mutu bahan baku (minyak nabati) awal, jika minyak mempunyai nilai FFA < 0,5 % maka bisa langsung diproses dengan transesterifikasi dengan katalis basa, bila kandungan FFA > 5 % maka proses

harus dilakukan dengan Es-trans (esterifikasi-transesterifikasi), setelah reaksi selesai akan terbentuk 2 lapisan, lapisan atas berupa metil ester atau biodiesel serta bagian bawah adalah gliserol (Freedman, 1984).

Katalis asam dilakukan dalam rangka mensintesis minyak yang mempunyai nilai FFA tinggi. Katalis asam seperti asam sulfat, asam phospat, asam klorida cocok untuk reaksi yang mempunyai bilangan asam lemak bebas tinggi. Reaksi katalis asam memerlukan waktu reaksi jauh lebih panjang dibanding reaksi katalis basa (Gerpen *et al.*, 2004).

2.6.1. Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat (H_2SO_4) merupakan cairan yang bersifat korosif, tidak berwarna, tidak berbau, sangat reaktif dan mampu melarutkan berbagai logam. Bahan kimia ini dapat larut dengan air dengan segala perbandingan, mempunyai titik leleh 10,31 °C dan titik didih pada 336,85 °C tergantung kepekatan serta pada temperatur 300 °C atau lebih terdekomposisi menghasilkan sulfur trioksida (Lutfianti, 2008). Sifat – sifat asam sulfat ditunjukkan pada Tabel 2

Tabel 2. Sifat Fisika dan Kimia Asam Sulfat

Berat molekul	98,08 g/mol
Titik leleh	10,49 °C
Tetik didih	340 °C
<i>Specific gravity</i>	1,834
Warna	Tidak berwarna
Wujud	Cair

Sumber : Perry (1984)

2.6.2. Natrium Hidroksida (NaOH)

Natrium hidroksida (NaOH) juga dikenal sebagai soda kaustik atau sodium hidroksida, adalah sejenis basa logam kaustik. Natrium hidroksida terbentuk dari Oksida basa Natrium Oksida dilarutkan dalam air. Natrium hidroksida membentuk larutan alkalin yang kuat ketika dilarutkan ke dalam air. Natrium hidroksida digunakan di berbagai macam bidang industri, kebanyakan digunakan sebagai basa dalam proses produksi bubur kayu dan kertas, tekstil, air minum, sabun dan deterjen (Sarastina, 2014).

Natrium hidroksida adalah basa yang paling umum digunakan dalam laboratorium kimia. Natrium hidroksida murni berbentuk putih padat dan tersedia dalam bentuk pelet, serpihan, butiran ataupun larutan jenuh 50%. Natrium hidroksida sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan. Natrium hidroksida juga larut dalam etanol dan metanol, walaupun kelarutan NaOH dalam kedua cairan ini lebih kecil daripada kelarutan KOH. Natrium hidroksida tidak larut dalam dietil eter dan pelarut nonpolar lainnya. Larutan natrium hidroksida akan meninggalkan noda kuning pada kain dan kertas (Sarastina, 2014). Sifat – sifat fisika dan kimia Natrium hidroksida (NaOH) ditunjukkan pada Tabel 3

Tabel 3. Sifat Fisika dan Kimia NaOH

Massa molar	40 g/mol
Wujud	Zat padat putih
<i>Specific Gravity</i>	2,130
Titik leleh	318,4 °C (519 K)
Titik didih	1390 °C (1663 K)
Kelarutan dalam air	111 g/100 ml (20 °C)
Kebasaan (<i>pKb</i>)	-2,43

Sumber : Perry (1984)

Proses transesterifikasi *in situ* menggunakan katalis basa yaitu natrium hidroksida (NaOH) untuk mempercepat reaksi. Katalis NaOH dipilih karena dapat memberikan konversi yang tinggi pada produk serta mudah didapatkan, selain itu katalis basa bersifat korosif (Kusumaningtyas, 2011). Balai Rekayasa Desain dan Sistem Teknologi (2008) juga menyebutkan bahwa natrium hidroksida (NaOH) yang juga dikenal sebagai caustic soda bersifat basa, dalam pembuatan biodiesel NaOH berfungsi sebagai katalis reaksi transesterifikasi.

2.7. Suhu

Suhu selama reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada rentang suhu 30 °C – 65 °C dan dijaga selama proses, tergantung dari jenis minyak yang digunakan. Dalam proses transesterifikasi perubahan suhu reaksi menyebabkan gerakan molekul semakin cepat (tumbukan antara molekul pereaksi meningkat) atau energi yang dimiliki molekul bisa mengatasi energi aktivasi dengan kata lain

perubahan suhu akan mempengaruhi probabilitas /peluang molekul dengan energi yang sama atau lebih tinggi dari energi aktivasi (Nurhayati, 2014).

Suhu mempengaruhi viskositas dan densitas, karena viskositas dan densitas merupakan dua parameter fisik penting yang mempengaruhi pemanfaatan biodiesel sebagai bahan bakar. Semakin tinggi suhu menyebabkan gerakan molekul semakin cepat atau energi kinetik yang dimiliki molekul-molekul pereaksi semakin besar sehingga tumbukan antara molekul pereaksi juga Meningkat (Sahirman, 2009)

2.8. Pelarut

Jenis alkohol yang selalu dipakai pada proses transesterifikasi adalah metanol dan etanol. Metanol merupakan jenis alkohol yang paling disukai dalam pembuatan biodiesel karena metanol (CH_3OH) mempunyai keuntungan lebih mudah bereaksi atau lebih stabil dibandingkan dengan etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) karena metanol memiliki satu ikatan karbon sedangkan etanol memiliki dua ikatan karbon, sehingga lebih mudah memperoleh pemisahan gliserol dibanding dengan etanol (Rilan, 2009).

Kerugian dari metanol adalah metanol merupakan zat beracun dan berbahaya bagi kulit, mata, paru-paru dan pencernaan dan dapat merusak plastik dan karet terbuat dari batu bara metanol berwarna bening seperti air, mudah menguap, mudah terbakar dan mudah bercampur dengan air. Etanol lebih aman, tidak beracun dan terbuat dari hasil pertanian, etanol memiliki sifat yang sama dengan metanol yaitu berwarna bening seperti air, mudah menguap, mudah terbakar dan mudah bercampur dengan air. Metanol dan etanol yang dapat digunakan hanya

yang murni 99%. Metanol memiliki massa jenis 0,7915 g/m³, sedangkan etanol memiliki massa jenis 0,79 g/m³. Metanol tersedia dalam bentuk absolut sehingga proses hidrolisis dan pembentukan sabun akibat air yang terdapat dalam alkohol dapat diminimalkan (Prihandana *et al.*, 2006). Sifat-sifat fisik dan kimia methanol ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Sifat Fisika dan Kimia Methanol

Sifat Kimiawi	Methanol
Rumus Molekul	CH ₃ OH
Massa molar	32,04 g/mol
Wujud	cairan tidak berwarna
Specific gravity	0,7918
Titik leleh	-97 °C, -142,9 °F (176 K)
Titik didih	64,7 °C, 148,4 °F (337,8 K)
Kelarutan dalam air	sangat larut
Keasaman (<i>pKa</i>)	~ 15,5

Sumber : Perry (1984)

2.9. Bilangan asam

Bilangan asam juga merupakan parameter penting dalam penentuan kualitas minyak. Bilangan asam didefinisikan sebagai jumlah mg KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam 1 g minyak/lemak. Bilangan asam menunjukkan banyaknya asam lemak bebas yang ada dalam minyak akibat reaksi hidrolisis, reaksi kimia, pemanasan, proses fisika, atau reaksi enzimatik. Semakin tinggi bilangan asam, maka semakin banyak minyak yang telah terhidrolisis,

berarti mutu minyak/lemak menjadi tidak baik. Penentuannya dilakukan dengan cara titrasi menggunakan KOH 0,1 N dengan ditambahkan indikator fenolftalein (PP) (Sulastri, 2011).

2.10. Bilangan penyabunan

Angka penyabunan dapat dipergunakan untuk menentukan berat molekul minyak dan lemak yang secara kasar. Minyak yang disusun oleh asam lemak berantai C pendek berarti mempunyai berat molekul relative kecil, akan mengurangi angka penyabunan yang besar. Sebaliknya minyak dengan berat molekul besar mempunyai angka penyabunan relative kecil. Angka penyabunan ini dinyatakan sebagai banyaknya (mg) NaOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu gram lemak atau minyak (Sulastri, 2011).

2.11. Bilangan Iod

Bilangan Iod menunjukkan tingkat ketidakjenuhan atau banyaknya ikatan rangkap asam lemak penyusun biodiesel. Kandungan senyawa asam lemak tak jenuh meningkatkan performansi biodiesel pada temperatur rendah karena senyawa ini memiliki titik leleh (*Melting Point*) yang lebih rendah, sehingga berkorelasi terhadap *clout point* dan *pour point* yang rendah. Namun di sisi lain banyaknya senyawa lemak tak jenuh di dalam biodiesel memudahkan senyawa tersebut bereaksi dengan oksigen di atmosfer. Biodiesel dengan kandungan bilangan iod yang tinggi akan mengakibatkan tendensi polimerisasi dan pembentukan deposit pada *injector nozzle* dan cincin piston pada saat mulai pembakaran. Nilai maksimum harga angka Iod yang diperbolehkan untuk biodiesel 115 g I₂/g minyak berdasarkan Standart Biodiesel Indonesia (Sulastri, 2011).

2.12. Bilangan Setana

Bilangan setana menunjukkan seberapa cepat bahan bakar mesin diesel yang diinjeksikan ke ruang bakar bisa terbakar secara spontan setelah bercampur dengan udara. Semakin tinggi bilangan setana bahan bakar maka semakin cepat suatu bahan bakar mesin diesel terbakar setelah diinjeksikan ke dalam ruang bakar (Knothe, 2010). Biodiesel yang mengandung asam lemak jenuh (asam laurat, miristat, palmitat, stearat, arakhidat dan lain-lain) yang tinggi mempunyai bilangan setana yang tinggi sedangkan yang mengandung asam lemak ikatan rangkap 1 (palmitoleat dan oleat) yang tinggi mempunyai 12 bilangan setana sedang serta yang mengandung asam lemak dengan ikatan rangkap 2 atau lebih (linoleat, linolenat dan arakhidonat) yang tinggi mempunyai bilangan setana yang rendah (Tyson, 2004).

Angka setana yang tinggi menunjukkan bahwa bahan bakar dapat menyala pada suhu yang relatif rendah, dan sebaliknya angka setana rendah menunjukkan bahan bakar baru dapat menyala pada suhu yang relatif tinggi. Penggunaan bahan bakar mesin diesel yang mempunyai angka setana yang tinggi dapat mencegah terjadinya *knocking* karena begitu bahan bakar diinjeksikan ke dalam silinder pembakaran maka bahan bakar akan langsung terbakar dan tidak terakumulasi (Shreve, 1956).

III. BAHAN DAN METODE

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Analisis Kimia Hasil Pertanian Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian dan UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung pada bulan Agustus sampai dengan Januari 2017.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

Bahan baku utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Spent Bleaching Earth* (SBE) dari PT. Sinar Laut di Bandar Lampung. Bahan lainnya adalah methanol, NaOH, heksana, H₂SO₄, indikator fenolftalein (PP), etanol, KOH, kloroform, larutan wijs, KI, Na₂S₂O₃, indikator amilum, HCl dan aquades.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah labu leher tiga, kondensor, thermometer, hot plate stirrer, corong Buchner, kertas saring, pompa vakum, labu penyaring, Erlenmeyer, gelas ukur, cawan porselen, pipet tetes, pipet *volumetric*, *magnetic stirrer*, buret, statif dan klem, oven, dan labu pemisah.

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan Rancangan Acak Kelompok Lengkap (RAKL) dan disusun secara faktorial yaitu 2 faktor dalam 3 taraf dengan 3 kali ulangan.

Faktor perlakuan berupa konsentrasi katalis (NaOH) yaitu 1,5 %, 2,5 %, 3,5% dan suhu reaksi sebesar 45⁰C, 55⁰C, 65⁰C. Keseragaman ragam diuji dengan uji Barlett dan kemenambahan data diuji dengan uji Tuckey. Data dianalisis dengan sidik ragam untuk mendapatkan penduga ragam galat dan uji signifikansi untuk mengetahui pengaruh antar perlakuan. Selanjutnya data diuji lanjut menggunakan Polinomial Ortogonal.

3.4. Prosedur Percobaan

3.4.1. Prosedur Percobaan Pendahuluan

Tahap untuk mengetahui karakteristik SBE sebelum dilakukan proses produksi biodiesel sekaligus untuk menentukan tahapan produksi menggunakan metode *in situ* yang dilakukan. Analisis yang dilakukan meliputi kadar asam lemak bebas dan kandungan Minyak Nabati dalam SBE dengan 2 kali ulangan untuk masing-masing perlakuan.

1. Analisis Kadar Minyak dalam SBE (Metode Ekstraksi)

Proses analisis kadar minyak dalam *spent bleaching earth* dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Berlian *et al.* (2016). Metode penentuan kadar minyak yang terkandung didalam *spent bleaching earth* (SBE) adalah metode ekstraksi. Metode ini dilakukan dengan mereaksikan sebanyak 20 gram SBE

kedalam labu didih dengan ditambahkan pelarut heksana sebanyak 500 ml. Setelah itu dihidupkan pemanas/heater dengan suhu 100°C. Proses ekstraksi berlangsung selama 6 jam. Setelah itu dilanjutkan dengan proses penguapan sisa pelarut yang ada pada minyak *spent bleaching earth* (SBE) dalam ruangan asam.

2. Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (ALB)

Proses analisis kadar asam lemak bebas dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Saad *et al.* (2007) yaitu dengan menimbang sebesar 10 ml minyak hasil ekstraksi dan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml. Setelah itu ditambahkan 25 ml etanol 96% dan dilanjutkan dengan proses pemanasan dengan suhu 40°C. Setelah itu dilanjutkan dengan penambahan 5 tetes indikator pp dan dilakukan proses titrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai muncul warna merah jambu dan tidak hilang warnanya selama 10 detik. Setelah itu dihitung besarnya nilai bilangan asam lemak bebas dengan rumus dibawah ini.

$$\text{Kadar Asam Lemak Bebas} = \frac{\text{mlKOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM Asam Palmitat}}{1000 \times \text{Berat Minyak}} \times 100 \%$$

Bila kadar asam lemak bebas > 2 %, maka dilakukan reaksi esterifikasi, dengan menggunakan katalis asam untuk menurunkan kadar ALB% tersebut menjadi *ester alkil*, kemudian dilanjutkan dengan reaksi transesterifikasi.

3. Analisis kadar air

Proses analisis kadar air dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Pratama *et al.* (2012). Metode penentuan kadar air dapat dilakukan dengan memanaskan cawan porselen ke dalam oven pada suhu 105°C selama 30 menit. Kemudian cawan didinginkan dalam desikator untuk kemudian ditimbang beratnya. Ditimbang sampel *spent bleaching earth* sebanyak 5 gram, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 105°C selama 3 jam dan setelah itu dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang beratnya (Perlakuan tersebut diulangi hingga diperoleh berat konstan yakni selis penimbangan berturut-turut 0.2 g

$$\text{Kadar air} = \frac{A-B}{B} \times 100\%$$

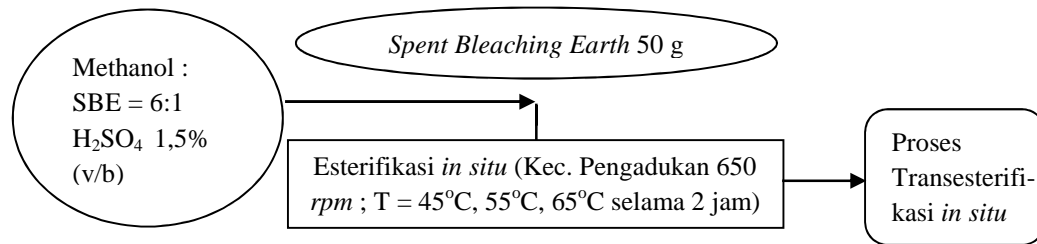
Keterangan :

A = Berat sampel sebelum dipanaskan

B = Berat sampel setelah dipanaskan

3.4.2. Proses Esterifikasi *In Situ*

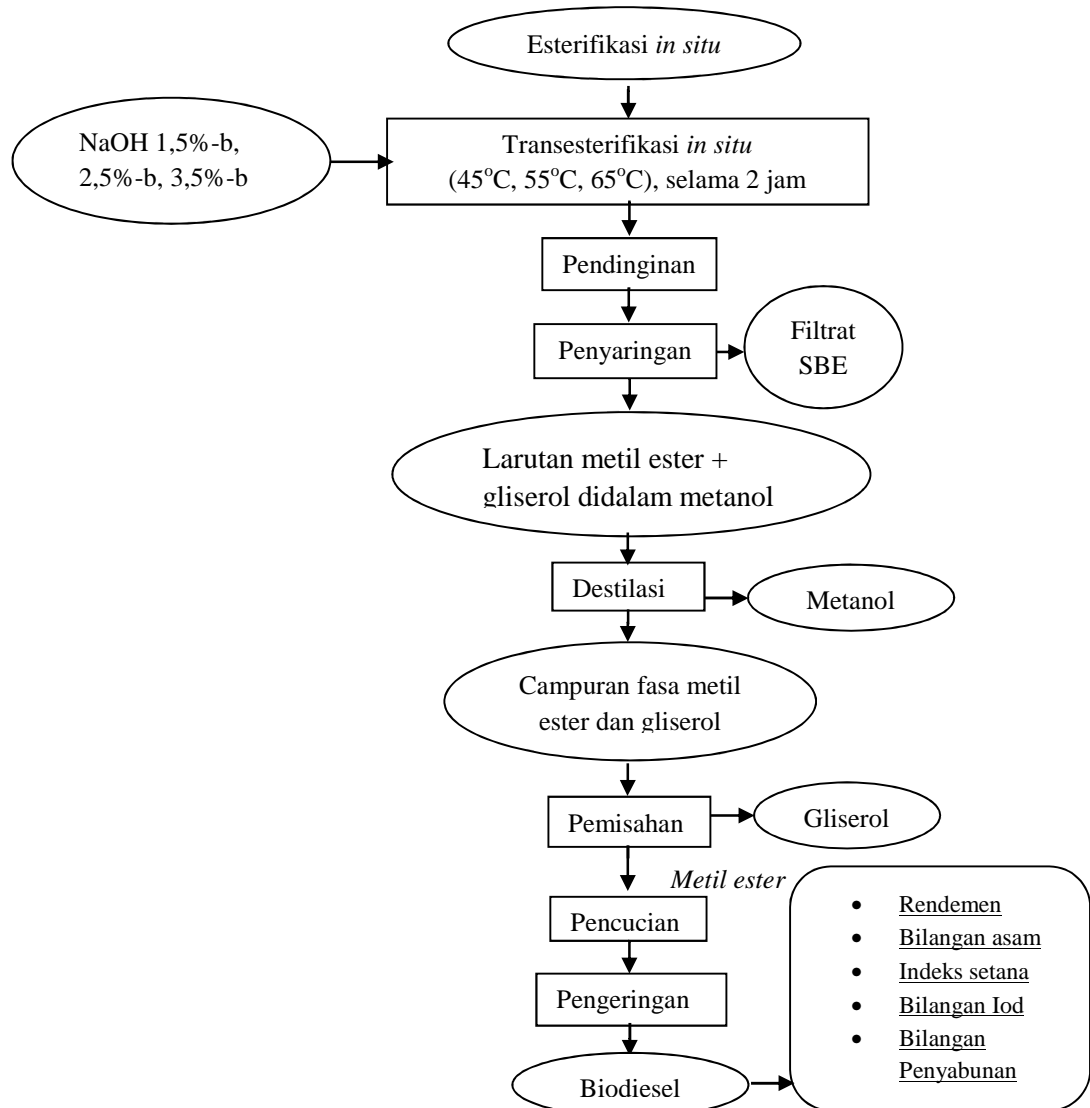
Esterifikasi *in situ* dilakukan dengan mereaksikan 50 gram SBE dengan methanol dan H₂SO₄. Perbandingan jumlah metanol/SBE yang digunakan adalah 6:1 (v/b) yaitu sebesar 300 ml metanol. Jumlah katalis H₂SO₄ yang ditambahkan sebanyak 1,5% (v/b). Selama proses digunakan pengadukan pada kecepatan 650 rpm pada suhu 45°C, 55°C, 65°C menggunakan alat *hot plate stirrer*. Esterifikasi *in situ* berlangsung selama 2 jam. Setelah proses esterifikasi *in situ* selesai, dilanjutkan transesterifikasi *in situ*. Diagram alir proses esterifikasi *in situ* dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Proses pembuatan biodiesel secara esterifikasi *in situ* (Kusumaningtyas, 2011).

3.4.3. Proses Transesterifikasi *In Situ*

Proses transesterifikasi *in situ* dilakukan selama 2 jam dengan kondisi suhu dan kecepatan sama seperti kondisi proses esterifikasi *in situ* sebelumnya. Pada proses ini ditambahkan katalis NaOH sebanyak 1,5 ; 2,5 ; 3,5 % (b/b) terhadap bobot bahan (SBE). Setelah itu bahan yang direaksikan dipisahkan antara *spent bleaching earth* dengan methanol yang mengandung minyak menggunakan pompa vakum yang dihubungkan dengan Erlenmeyer 500 ml yang telah terangkai dengan labu buchner. Setelah itu, pelarut dipisahkan dengan metil ester dan gliserol yang dihasilkan dengan menggunakan alat soxhlet. Setelah itu metil ester dan gliserol dimasukan kedalam labu pemisah, diamkan sampai terbentuk 2 fasa yaitu fasa atas merupakan metil ester (biodiesel) dan fasa bawah merupakan gliserol. Setelah itu dilakukan pencucian dengan aquades yang bersuhu 60°C sebanyak 100 ml dengan 4 kali ulangan pencucian. Kemudian biodiesel yang dihasilkan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110°C untuk menguapkan sisa air dan pelarut didalam biodiesel selama 10 menit. Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi selanjutnya dikarakterisasi untuk menentukan rendemen, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod dan bilangan setana. Diagram alir proses transesterifikasi *in situ* dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Proses pembuatan Biodiesel secara Esterifikasi dan Transesterifikasi *in situ* (Kusumaningtyas, 2011)

3.5. Variabel Pengamatan

3.5.1. Penentuan Rendemen Biodiesel

Proses penentuan rendemen biodiesel dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Suryani *et al.* (2014). Rendemen merupakan perbandingan berat biodiesel dengan berat minyak awal. Untuk menghitung rendemen biodiesel digunakan Persamaan sebagai berikut :

$$\text{Rendemen} = \frac{W_{\text{biodiesel}}}{W_{\text{minyak}}} \times 100\%$$

Keterangan :

$W_{\text{biodiesel}}$ = bobot biodiesel (g)

W_{minyak} = Bobot minyak (g)

3.5.2. Penentuan Bilangan Asam

Proses penentuan bilangan asam dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian sulastris (2011). Bilangan asam adalah ukuran jumlah asam lemak bebas, dihitung berdasarkan berat molekul dari asam lemak atau campuran asam lemak. Sampel biodiesel sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml, kemudian ditambahkan 50 ml etanol 95%. Campuran tersebut dipanaskan pada suhu 65°C sambil diaduk, sampai berbentuk larutan yang homogen, selanjutnya dititrasi dengan larutan KOH 0.1 N dan menggunakan indikator fenolftalein (pp) 1% sampai terlihat perubahan warna merah jambu sebagai titik akhir titrasi.

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{56,1 \text{ V N}}{M} \left(\frac{\text{mg KOH}}{\text{gram biodiesel}} \right)$$

Keterangan :

V : volume KOH yang dibutuhkan pada titrasi (ml)

N : normalitas KOH

M : berat sampel biodiesel (gram)

56,1 : berat molekul KOH

3.5.3. Penentuan bilangan penyabunan

Proses penentuan bilangan penyabunan dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Sulastri (2011). Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai banyaknya (mg) KOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan 1 g minyak/lemak. Satu g biodiesel dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 12,5 mL KOH-alkoholis 0,5 N. Selanjutnya labu Erlenmeyer dihubungkan dengan pendingin balik dan dididihkan selama 30 menit atau sampai semua sampel minyak tersabunkan (tidak terlihat butiran-butiran minyak). Setelah minyak tersabunkan sempurna, larutan didiamkan kurang lebih satu menit, kemudian ditambah 3-5 tetes indikator fenolftalein (PP) 1%, dan dititrasi dengan arutan HCl 0,5 N, hingga warna merah jambu hilang. Hasil titrasi sampel dibandingkan dengan blanko untuk mendapatkan bilangan penyabunan.

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

Keterangan :

V_b = volume HCl (mL) yang dibutuhkan untuk menitrasi blanko

V_s = volume HCl (mL) yang dibutuhkan untuk menitrasi sampel minyak

N = normalitas larutan KOH-alkoholis

g = bobot biodiesel

56,1 = berat ekivalen KOH

3.5.4. Penentuan Bilangan Iod

Proses penentuan bilangan iod dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Sulastri (2011). Biodiesel sebanyak 0,5 g dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL yang dibungkus rapat dengan aluminium foil. Kemudian ke dalam labu Erlenmeyer tersebut ditambahkan 10 mL kloroform dan 25 mL larutan Wijs dan didiamkan selama 30 menit. Selanjutnya, ditambahkan 10 mL larutan KI 15% dan dikocok, lalu dititrasikan dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N hingga larutan berubah warna merah kekuningan menjadi kuning pucat. Setelah itu larutan tersebut ditetesi dengan larutan indikator amilum/kanji 4 tetes (larutan berbubuh menjadi berwarna kuning gelap), dan titrasi dilanjutkan hingga warna kuning tersebut hilang. Dengan cara yang sama dilakukan untuk blanko (tanpa sampel minyak).

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

Keterangan :

V_b = mL tiosulfat yang dibutuhkan untuk menitrasi blanko

V_s = mL tiosulfat yang dibutuhkan untuk menitrasi sampel minyak

N = normalitas tiosulfat

g = bobot minyak

12,69 = Berat ekuivalen iod / 10

1/10 = faktor konversi agar satuan menjadi g iod / 100 g minyak

3.5.5. Penentuan Indeks Setana

Penentuan indeks setana dengan metode AOCS (*American Oil Chemists' Society*)

yang telah dilakukan pada penelitian Krisnangkura (1986) menggunakan

persamaan sebagai berikut :

$$\text{Indeks Setana} = 46,3 + \frac{5458}{x} - 0,225 y$$

Dimana :

x = Bilangan penyabunan

y = Bilangan iod

Angka 46,3 ; 5458 dan -0,225 merupakan suatu konstanta

V. KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat diambil kesimpulan bahwa perlakuan terbaik untuk menghasilkan biodiesel secara transesterifikasi *in situ* diperoleh pada perlakuan konsentrasi NaOH 3,5% (b/b) dan suhu reaksi 65°C (K3T3), yang menghasilkan jumlah rendemen biodiesel dari *spent bleaching earth* (SBE) sebesar 53,11% dengan karakteristik biodiesel meliputi bilangan asam 1,49 mg KOH/gram, bilangan penyabunan 194,48 mg KOH/gram, bilangan iod 28,68 gI₂/100g, dan bilangan setana 67,98.

5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang proses pembuatan biodiesel secara transesterifikasi *in situ* mengenai pengaruh perbandingan konsentrasi pelarut dan kecepatan pengadukan terhadap rendemen dan karakteristik biodiesel yang sesuai SNI 04-7182:2006

DAFTAR PUSTAKA

- Andhika, M.A. 2012. Optimasi Ekstraksi *Spent Bleaching Earth* dalam *Recovery Sawit*. (Skripsi). Universitas Indonesia. Depok.
- Badan Standarisasi Nasional. 2006. Standar Nasional Indonesia (SNI) Nomor 04-7182: 2006 tentang Biodiesel. BSN. Jakarta.
- Balai Rekayasa Desain dan Sistem Teknologi. 2008. *Membangun Pabrik Biodiesel Skala Kecil*. Penebar swadaya. Depok. 64 hlm.
- Berlian, A.S., Yusnimar. dan Z. Ida. 2013. Recovery Minyak dari Spent Bleaching Earth (SBE). *Journal Teknik Kimia*. Universitas Riau. Pekanbaru.
- Darnoko, D. and M. Cheryan. 2000. Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 77:1263-1267.
- Edwar, Z., S. Heldrian, Y. Ety. and S. Sulastri. 2011. The Effect of High Temperatures to the Palm Oil and Corn Unsaturated Fatty Acids. *Journal of the Indonesia Medical Association*. 61:248-52.
- Freedman, B., E.H Pryde. and T.L. Mounts. 1984. Variables Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 61(10): 1638-1643.
- Galuh, S.R. 2007. Optimasi Katalis Basa dalam Pembuatan Biodiesel dari Lemak Sapi. (Skripsi). Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta.
- Georgogianni, K.G., M.G. Kontominas, P.J. Pomonis, D. Avlonitis. dan V. Gergis. 2008. Conventional and in situ Transesterification of Sunflower Seed Oil for The Production of Biodiesel. *Fuel Processing Technology* 89:503-509.
- Gerpen, J.V., B. Shanks, R. Pruszko, D. Clements. and G. Knothe. 2004. Biodiesel Production Technology. United State of America: National Renewable Energi Laboratory.

- Haas, M.J., K.M. Scott, W.N. Marmer. dan T.A. Foglia. 2004. In Situ Alkaline Transesterification: an Effective Method for The Production of Fatty Acid Esters from Vetable Oils. *Journal of American Oil Chemists' Society* 81: 83-89.
- Hailegiorgis, S.M., S. Mahadzir. and D. Subbarao. 2013. Parametric Study and Optimization of In Situ Transesterification of *Jatropha Curcas L.* Assisted by Benzyltrimethylammonium Hydroxide as A Phase Transfer Catalyst via Response Surface Methodology. *Biomass and Bioenergi*. 59: 63-73.
- Hambali, E., S. Mujdalifah, A.H. Tambunan, A.W. Pattiwiri. dan R. Hendroko. 2007. *Teknologi Bioenergi*. Agromedia. Jakarta. 110 hlm.
- Harrington, K.J. dan C. D'Arcy-Evans. 1985. Transesterification in situ of Sunflower Seed Oil. *Journal Industrial and Engineering Chemistry Product Research and Development* 24(2):314–318.
- Herlina, N. 2002. *Lemak dan Minyak*. Universitas Sumatra Utara. Medan. 8 hlm.
- Julia, D. 2007. Kajian Pengaruh Temperatur dan Porsen Berat KOH terhadap Konversi Produk Transesterifikasi Minyak Kelapa. (Skripsi). Universitas Mulawarman. Kalimantan.
- Juliati, B.R. 2009. *Ester Asam Lemak*. (Karya Ilmiah). Universitas Sumatra Utara. Medan. 25 hlm.
- Kaimal, I.N.B., P. Vigayalakshmi, A.A Laximi. dan B. Ramakinga. 2002. Process for Simultaneous Conversion of Adsorbed Oil to Alkyl Esters and Regeneration of Commercial Spent Bleaching Earth for Reuse. US Patent, 011587A1.
- Kartika I.A, D. Yuliani, Ariono. dan Sugiarto. 2009. Rekayasa Proses Produksi Biodiesel Berbasis Jarak Pagar Melalui Transesterifikasi in Situ. Laporan Akhir Hibah Kompetitif Penelitian sesuai Prioritas Nasional Batch II-DIKTI. Departemen Teknologi Industri Pertanian. Intitut Pertanian Bogor. Bogor.
- Kartika, I. A., Yani, M. dan Hermawan, D. 2012. Transesterifikasi in situ Biji Jarak Pagar: Pengaruh Jenis Pereaksi, Kecepatan Pengadukan dan Temperatur Reaksi terhadap Rendemen dan Kualitas Biodisel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 21:24-33.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. UI-Press. Jakarta.

- Ketta, M.C. and J. John. 1988. *Chemical Processing Handbook Vol 1*. Marcell Dekker. New York. 239 hlm.
- Kheang, L.S., S.F. Cheng, Y.M. Choo. and A.N. Ma. 2006. A study of Residual Oils Recovery from Spent Bleaching Earth: Their characteristics and applications. *American Journal of Applied Sciences*. 3(10):2063-2067.
- Knothe, G. 2005. Dependence of Biodiesel Fuel Properties on the Structure of Fatty Acid Alkyl Ester. *Fuel Processing Technology*. 86:1059–1070.
- Koezen, P., G. Eliza. and K. Boleslaw. 2008. Changes in the Acid Value of Butter During Storage at Different Temperatures as Assessed by Standard Methods or by FT-IR Spectroscopy, *American journal of Food Technology*. 3: 154-163.
- Krawczyk, T. 1996. Biodiesel-Alternative Fuel Makes in Roads but Hurdles Remain. INFORM.
- Krisnangkura, K. 1986. A Simple Method for Estimation of Cetane Index of Vegetable Oil Metyl Esters. *Journal of computational science*. 63(4):552-553.
- Krisyanti, S. dan Sukandar. 2011. Recovery Minyak dari Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) Spent Bleaching Earth dengan Metode Ekstraksi Pelarut. *Jurnal Teknik Lingkungan* 17(1):35-46.
- Kusumaningtyas, N.W. 2011. Proses Esterifikasi Transesterifikasi in situ Minyak Sawit dalam Tanah Pemucat Bekas untuk Proses Produksi Biodiesel. (Skripsi). Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Lee, D.W., Y.M. Park. and K.Y. Lee. 2009. Heterogeneous Base Catalysts for Transesterification in Biodiesel Synthesis. *Catalysis Surveys from Asia*. 13:63-77.
- Lutfiati, A. 2008. Perancangan pabrik asam sulfat dari sulfur dan udara dengan proses kontak kapasitas 225.000 Ton per Tahun. (Skripsi). Universitas Muhammadiyah Surakarta. Surakarta.
- Lu, H. and Tan. 2009. A Comparative Study of Storage Stability in Virgin Coconut Oil and Extra Virgin Olive Oil Upon Thermal Treatment. *International Food Research Journal*. 16:343-345.

- Ma, F. and M.A. Hanna. 1999. Biodiesel Production : A Review, *Journal Series* 12109. Agricultural Research Division Institute of Agriculture and Natural Resources University of Nebraska-Lincoln.
- Nurhayati. 2014. *Teknologi Pemrosesan Biodiesel*. Teaching Biomass Technologies. Bandung. 83 hlm.
- Oktaningrum, G. N. 2010. Pengaruh Konsentrasi Katalis KOH dan Suhu pada Proses Transesterifikasi *in situ* Bungkil Wijen (*Sesame cake*) terhadap Produksi Biodiesel. (Skripsi). Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Ozgul, Y.S. dan S. Turkay. 2003. FA Monoalkylester from Rice Bran Oil by *in situ* Transesterification. *Journal of American Oil Chemists' Society* 8: 81-84.
- Perry, R.H. and D.W. Green. 1984. *Perry's Chemical Engineering Handbook*, 6th ed, Mc Graw Hill Book Company. Inc. New York. 2400 pages.
- Poltack, F. N. 2013. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Kapok dengan Proses Esterifikasi Transesterifikasi. *Jurnal teknologi kimia dan industry* 2(2):262-266.
- Pratama, S.A., J.R.M. Revolta. dan C. Gayatri. 2012. Uji Aktivitas antioksidan dan total flavonoid pada ekstrak etanol pinang yaki (*Areca vestiaria*). (Skripsi). Universitas Sam Ratulangi. Manado.
- Prihandana, R., R. Hendroko. dan M. Nuramin.. 2006. *Menghasilkan Biodiesel Murah*. Penerbit Agromedia. Bogor. 128 hlm.
- Purwanto, E., Y. Fransiscus, I. Soebroto. dan V. Indrawati. 2013. Sintesa Biodiesel Dari Mikroalga *Chlorella Vulgaris* melalui Reaksi Transesterifikasi *in situ*. (Skripsi). Universitas Surabaya. Surabaya.
- Qian, J., F. Wang, S. Liu. and Z. Yun. 2008. *In situ* Alkaline Transesterification of Cotton Seed Oil for Production of Biodiesel and Non Toxic Cotton Seed Meal. *Bioresource Technology* 99: 9009-9012.
- Rahayu, M. 2005. Teknologi proses produksi Biodisel. http://www.geocities.com/markal_bppt/publish/biofbbm/biraha/pdf di akses 20 Mei 2016.
- Ramadhas, A S., S. Jayaraj. and C. Muraleedharan., 2005. Biodiesel production from high FFArubber seed oil. *Fuel*. 84 : 335-340.

- Rilan, M. 2009. Transformasi Minyak Jarak menjadi Senyawa Metil Ester Menggunakan Katalis Padatan Asam dan Basa dengan *Reactor Fixed Bed* Distilasi Reaktif. (Skripsi). Universitas Indonesia. Depok
- Risnoyatiningsih, S. 2010. Biodiesel from Avocado Seeds by Transesterification Process. *Jurnal Teknik Kimia* 5(1).
- Saad, B., C.H. Ling, S.M. Jab, P.B. Lim, M.S.A. Ali, T.W. Wai. and I.M. Saleh. 2007. Determination Of Free Fatty Acids in Palm Oil Samples Using non-Aqueous Flow Injection Titrimetric Method. *Food chemistry* 102:1407-1414.
- Sahirman. 2009. Perancangan Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Biji Nyamplung (*Calopyllum in ophyllum*). (Disertasi). Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Sarastina, P. 2014. Produksi Biodiesel melalui Proses Transesterifikasi Minyak Curah dengan Metode Distilasi Reaktif Berdasarkan Rasio Umpan. (Skripsi). Universitas Diponegoro. Semarang.
- Scott, F.H. 2006. Element Of Chemical Reaction Engineering Third Edition. The University Of Michigan. Ana Arbor.
- Sharma, Y.C., B. Singh. and S.N. Upadhyay. 2008. Advancements in Development and Characterization of Biodiesel: A review. *Fuel*. 87(12):2355-2373.
- Shiu, P.J., S. Gunawan, W.H. Hsieh, N.S. Kasim. and Y.H. Ju. 2010. Biodiesel Production from Rice Bran by a Two-Step *in situ* process. *Bioresource Technology*. 101:984-989.
- Shreve, R.N. 1956. *Chemical engineering series. The Chemical Process Industries*. 2nd eds. New York. Toronto. London.
- Sugiono, A. 2006. *Peluang Pemanfaatan Biodiesel dari Kelapa Sawit sebagai Bahan Bakar Alternatif Pengganti Minyak Solar Indonesia*. Prospek Pengembangan Bio-fuel sebagai Substitusi Bahan Bakar Minyak.
- Sulastri. 2011. Uji Sifat Fisiko-Kimia dan Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Mahoni (*Swietenia mahagoni* (L.) Jacq.). (Tesis). Universitas Indonesia. Depok.
- Suryani, A., P. Gustan. dan A. Aswa. 2015. Proses reaktivasi tanah pemucat bekas sebagai adsorben untuk pemurnian minyak sawit kasar dan biodiesel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.

- Suryani, A., Suprihatin. dan M.Rifky. 2014. Penggunaan Model Pengaduk Pitched Blade Turbin Dan Five Blade Turbin Pada Produksi Biodiesel Dari Residu Minyak Dalam Tanah Pemucat Bekas (SBE) Secara In Situ. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 24 (1):72-81
- Susilo B. 2006. *Biodiesel : Sumber Energi Alternatif Pengganti Solar yang Terbuat dari Ekstraksi Minyak Jarak Pagar (Jatropha curcas L.)*. Cetakan ke-2. Surabaya: Trubus Agrisarana
- Syihab, A. F. 2012. Rekayasa Proses Produksi Biodiesel Minyak Residu dalam Tanah Pemucat Bekas melalui Proses Esterifikasi-Transesterifikasi *in situ*. (Skripsi). Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Tazora, Z. 2001. Peningkatan Mutu Biodiesel dari Minyak Biji Karet melalui Pencampuran dengan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar. (Tesis). Sekolah Pasca Sarjana. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- The Department of Environment and Heritage. 2004. Measuring Cetane Number : Options For Diesel and Alternative Diesel Fuels. Australia: Australian Government.
- Tyson, K.S. 2004. Energy Efficiency and Renewable Energy. U.S. Departement of Energy. <http://www.osti.gov/bridge> Di akses 15 Maret 2017.
- Wahyudi, M.Y. 2000. Studi Penggunaan kembali Bleaching Earth Bekas sebagai Adsorben dalam Proses Refining CPO. (Tesis). Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Wayan, I.S. dan Rosmawaty. 2014. Pengaruh Berat Katalis, Suhu, dan Waktu Reaksi terhadap Produk Biodiesel dari Lemak Sapi. Prosiding Seminar Nasional *Basic Science* VI. Universitas Patimura. Ambon.
- Young, F.V.K. 1987. Refining and Fractination of Palm Oil. In F.D. Gustone. (Ed). *Palm Oil: Critical Reports On Applied Chemistry*. New York. 15 : 39-69.