

**EFEK KONSENTRASI KATALIS, SUHU DAN WAKTU REAKSI
TERHADAP REAKSI TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* DALAM
PRODUKSI BIOSOLAR DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE)**

(Skripsi)

Oleh

RIDWAN CHOLIK



**JURUSAN TEKNOLOGI HASIL PERTANIAN
FAKULTAS PERTANIAN
UNIVERSITAS LAMPUNG
2018**

ABSTRACT

EFFECT CONCENTRATION OF CATALYST, TEMPERATURE AND REACTION TIME ON IN SITU TRANSESTERIFICATION REACTIONS IN BIODIESEL PRODUCTION FROM SPENT BLEACHING EARTH (SBE)

By

RIDWAN CHOLIK

Spent bleaching earth (SBE) is solid waste generated from the bleaching process of purifying Crude Palm Oil (CPO). SBE contains oil about 20-30%. One way to utilize SBE is to be processed to produce biodiesel. Biodiesel production process is usually carried out using two stages, that are the extraction of oil and the process of converting oil to biodiesel. These two process are considered to be less efficient in producing biodiesel. One alternative to produce biodiesel is in situ esterification/transesterification, in which the extraction and conversion processes are carried out simultaneously. This study aimed to get the in situ esterification/transesterification reaction conditions that were optimal for producing biodiesel from SBE. This study used Central Composite Design, a Response Surface Methodology, 2^3 factorial. Independent variables in this study

were reaction temperatures of 51.6°C, 55°C, 60°C, 65°C and 68.4°C; in situ transesterification reaction time 0,32; 1; 2; 3 and 3,68 hours; and NaOH catalyst concentration in the transesterification reaction 1.66%, 2%, 2.5%, 3%, 3.34% (b/b). Dependent variables were biodiesel yield, acid number, iodine number, saponification number, and cetane index. The results showed that the R^2 value was 88.13%, lack of fit was 0.278, and the optimum value were at a heating temperature of 64.33°C, NaOH catalyst concentration of 2.39%, and a heating time of 2.32 hours, with values at the optimum results for each observation parameter were the yield, was 21.35% , acid number was 2.28 mgKOH/g, iodine number was 30.52gI²/100g, saponification number was 140.69 mgKOH/g, and cetane index was 78.07.

Keywords: biodiesel, in situ transesterification, spent bleaching earth.

ABSTRAK

EFEK KONSENTRASI KATALIS, SUHU DAN WAKTU REAKSI TERHADAP REAKSI TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* DALAM PRODUKSI BIOSOLAR DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE)

Oleh

RIDWAN CHOLIK

Spent bleaching earth (SBE) merupakan limbah padat yang dihasilkan dari proses bleaching dalam tahapan proses pemurnian *Crude Palm Oil* (CPO). SBE mengandung minyak cukup tinggi sebesar 20-30% di dalam bahan. Salah satu cara untuk memanfaatkan SBE yaitu diolah untuk menghasilkan biosolar. Proses produksi biosolar biasanya dilakukan menggunakan dua tahap yaitu ekstraksi minyak dalam bahan dan proses konversi minyak menjadi biosolar. Kedua tahap ini dirasa kurang efisien dalam menghasilkan biosolar. Salah satu alternatif produksi biosolar adalah proses esterifikasi/transesterifikasi *in situ* dimana proses ekstraksi dan konversi dilakukan secara bersamaan. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi reaksi esterifikasi/transesterifikasi *in situ* yang optimal untuk menghasilkan biosolar dari SBE. Penelitian ini menggunakan *Central Composite Design*, metode respon permukaan (*Response Surface Methodology*) 23 faktorial. Faktor yang digunakan dalam penelitian ini yaitu suhu reaksi 51,6°C, 55°C, 60°C, 65°C dan 68,4°C; waktu reaksi transesterifikasi *in situ* 0,32;

1; 2; 3 dan 3,68 jam; dan konsentrasi katalis NaOH pada reaksi transesterifikasi 1,66%, 2%, 2,5%, 3%, 3,34% (b/b). Variabel pengamatan (*dependen*) adalah rendemen biosolar, bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan, dan indeks setana. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai R² 88,13%, *lack of fit* 0,278, dan nilai optimum yang dihasilkan terjadi pada suhu pemanasan sebesar 64,33C, konsentrasi katalis NaOH sebesar 2,39%, dan waktu pemanasan 2,32 jam, dengan nilai pada hasil optimum untuk setiap parameter pengamatan berturut-turut adalah rendemen 21,35%, bilangan asam 2,28 mgKOH/g, bilangan iod 30,52 gI²/100g, bilangan penyabunan 140,69 mgKOH/g, dan indeks setana 78,07.

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

**EFEK KONSENTRASI KATALIS, SUHU DAN WAKTU REAKSI
TERHADAP REAKSI TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* DALAM PRODUKSI
BIOSOLAR DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE)**

Oleh

RIDWAN CHOLIK

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
2018**

Judul Skripsi : **EFEK KONSENTRASI KATALIS, SUHU DAN WAKTU REAKSI TERHADAP REAKSI TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* DALAM PRODUKSI BIOSOLAR DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE)**

Nama Mahasiswa : **Ridwan Cholik**

No. Pokok Mahasiswa : 1314051039

Program Studi : Teknologi Hasil Pertanian

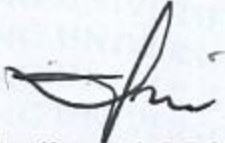
Fakultas : Pertanian



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

Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P.
NIP 19710930 199512 2 001

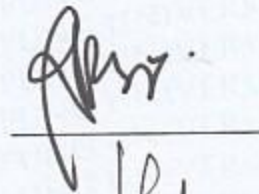
2. Ketua Jurusan Teknologi Hasil Pertanian


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

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

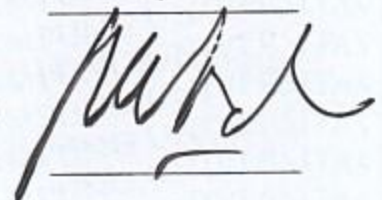
Ketua : **Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc.**



Sekretaris : **Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P.**



Penguji
Bukan Pembimbing : **Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si.**



Dekan Fakultas Pertanian

Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.Si.

NIP 19611020 198603 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **29 Agustus 2018**

PERNYATAAN KEASLIAN HASIL KARYA

Saya adalah Ridwan Cholik NPM 1314051039

dengan ini menyatakan bahwa apa yang tertulis dalam karya ilmiah ini adalah hasil kerja saya sendiri yang berdasarkan pada pengetahuan dan informasi yang telah saya dapatkan. Karya ilmiah ini tidak berisi material yang telah dipublikasikan sebelumnya atau dengan kata lain bukanlah hasil dari plagiat karya orang lain.

Demikianlah pernyataan ini saya buat dan dapat dipertanggungjawabkan. Apabila di kemudian hari terdapat kecurangan dalam karya ini, maka saya siap mempertanggungjawabkannya.

Bandar Lampung, 08 Oktober 2018
Pembuat pernyataan



Ridwan Cholik
NPM.1314051039

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Bandar Lampung pada tanggal 18 Januari 1996. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara, dari pasangan Bapak Chairul dan Ibu Herdiah.

Penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Dasar di SD N 2 Kaliawi, Bandar Lampung pada tahun 2007, Sekolah Menengah Pertama di SMP N 7, Bandar Lampung pada tahun 2010, dan Sekolah Menengah Atas di SMK-SMTI, Bandar Lampung pada tahun 2013. Pada tahun 2013, penulis diterima sebagai mahasiswa Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung melalui jalur undangan atau Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Tematik di desa Pancawarna, Kecamatan Way Serdang, Kabupaten Mesuji dengan tema “Implementasi Keilmuan dan Teknologi Tepat Guna dalam Pemberdayaan Masyarakat dan Pembentukan Karakter Bangsa melalui Penguatan Fungsi Keluarga (POSDAYA)” pada Januari - Maret 2016. Penulis melaksanakan Praktik Umum (PU) di PT. Sumber Indah Perkasa, Lampung Selatan dan menyelesaikan laporan PU yang berjudul “Mempelajari Proses Menjaga Mutu Air

Hasil Proses *Water Treatment Plant* (WTP) di PT. Sumber Indah Perkasa” pada bulan Agustus tahun 2016.

Selama menjadi mahasiswa, penulis juga aktif dalam kegiatan kemahasiswaan diantaranya menjadi pengurus Himpunan Mahasiswa Jurusan Teknologi Hasil Pertanian sebagai Anggota Bidang Pendidikan dan Penalaran pada periode 2015/2016, Menjadi Duta Mahasiswa Fakultas Pertanian Universitas Lampung pada tahun 2015/2016. Ketua Bidang Seminar dan Dikusi periode 2016/2017 di Himpunan Mahasiswa Jurusan Teknologi Hasil Pertanian.

SANWACANA

Alhamdulillah rabbil 'aalamiin, puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT atas nikmat, petunjuk serta ridho-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini yang berjudul “Efek Konsentrasi Katalis, Suhu dan Waktu Reaksi Terhadap Reaksi Transesterifikasi *In Situ* dalam Produksi Biosolar dari *Spent Bleaching Earth* (SBE)”. Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.Si., selaku Dekan Fakultas Pertanian Universitas Lampung
2. Ibu Ir. Susilawati, M.Si., selaku Ketua Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Lampung yang telah memberikan bantuan untuk kelancaran proses penyusunan skripsi.
3. Bapak Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc., selaku pembimbing satu skripsi serta pembimbing akademik atas arahan, saran, masukan dan, motivasi yang telah diberikan dalam proses penelitian dan penyelesaian skripsi penulis serta selama menjalani perkuliahan.
4. Ibu Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P., selaku pembimbing dua atas saran, bimbingan dan motivasi dalam proses penelitian dan penyelesaian skripsi penulis.

5. Bapak Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si., selaku pembahas atas saran, bimbingan dan evaluasinya terhadap karya skripsi penulis.
6. Seluruh dosen pengajar atas ilmu yang diberikan selama diperkuliahan serta teknisi Laboratorium THP atas bantuannya selama melakukan penelitian.
7. Kedua orang tua dan adik-adik tercinta yang telah memberikan dukungan, motivasi, dan yang selalu menyertai penulis dalam doanya untuk melaksanakan dan menyelesaikan skripsi.
8. Sahabat-sahabat yang selalu mendoakan dan mendukung penulis, serta teman-teman keluarga besar Angkatan 2013.

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

Bandar Lampung,

Penulis,

Ridwan Cholik

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Tujuan Penelitian	5
1.3. Kerangka Pemikiran	5
1.4. Hipotesis	8
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. <i>Spent Bleaching Earth</i> (SBE)	9
2.2. Biosolar (<i>Methyl Ester</i>).....	11
2.2.1. Esterifikasi <i>In Situ</i>	15
2.2.2. Transesterifikasi <i>In Situ</i>	17
2.3. Konsentrasi Katalis	21
2.3.1. Katalis Homogen	22
1. Asam Sulfat (H ₂ SO ₄)	23
2. Natrium Hidroksida (NaOH).....	24
2.3.2. Katalis Heterogen.....	25
2.4. Suhu Reaksi	26
2.5. Waktu Reaksi	27

2.6. Bilangan Asam.....	27
2.7. Bilangan Penyabunan.....	28
2.8. Bilangan Iod.....	28
2.9. Bilangan Setana	29

III. BAHAN DAN METODE

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	31
3.2. Alat dan Bahan.....	31
3.3. Metode Penelitian	32
3.4. Prosedur Percobaan.....	35
3.4.1. Prosedur Percobaan Pendahuluan.....	35
3.4.2. Proses Esterifikasi <i>In Situ</i>	36
3.4.3. Proses Transesterifikasi <i>In Situ</i>	37
3.5. Variabel Pengamatan	39
3.5.1. Penentuan Rendemen Biosolar	39
3.5.2. Penentuan Bilangan Asam	39
3.5.3. Penentuan Bilangan Iod	40
3.5.4. Penentuan Bilangan Penyabunan.....	41
3.5.5. Penentuan Indeks Setana.....	42

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Penelitian Pendahuluan.....	43
4.2. Penelitian Utama	45
4.2.1. Bilangan Iod.....	47
4.2.2. Bilangan Asam.....	51
4.2.3. Rendemen	55
4.2.4. Bilangan Penyabunan.....	59
4.2.5. Indeks Setana	63

4.2.2. Optimasi RSM Produksi Biosolar.....	vii 66
--	-----------

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan	68
----------------------	----

5.2 Saran	68
-----------------	----

DAFTAR PUSTAKA	69
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	77
-----------------------	-----------

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Persyaratan kualitas biosolar menurut SNI 7182-2015	13
2. Sifat Fisik dan Kimia Asam Sulfat	24
3. Sifat Fisik dan Kimia NaOH.....	25
4. Hasil Desain <i>Respon Surface</i>	33
5. Faktor, variabel, dan taraf variable RSM secara faktorial 2^3 pada percobaan pembuatan biosolar dari SBE (<i>Spent Bleaching Earth</i>)	33
6. Desain percobaan 2^3 faktorial dengan 3 variabel bebas	34
7. Karakteristik <i>Spent Bleaching Earth</i> (SBE)	43
8. Hasil variabel respon rendemen, bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan dan indeks setana	46
9. Hasil analisis ragam <i>Full Quadratic Response Surface</i> bilangan iod.....	48
10. Hasil analisis ragam <i>Full Quadratic Response Surface</i> bilangan asam.....	52
11. Hasil analisis ragam <i>Full Quadratic Response Surface</i> rendemen.....	56
12. Hasil analisis ragam <i>Full Quadratic Response Surface</i> bilangan penyabunan.....	60
13. Hasil analisis ragam <i>Full Quadratic Response Surface</i> indeks setana.....	64

DAFTAR GAMBAR

Gambar		Halaman
1.	Struktur molekul tiga macam gliserida	15
2.	Reaksi Transesterifikasi	18
3.	Tiga Tahap Reaksi Transesterifikasi.....	19
4.	Proses pembuatan biosolar secara esterifikasi <i>in situ</i>	37
5.	Proses pembuatan Biosolar secara Esterifikasi dan Transesterifikasi <i>in situ</i>	38
6.	Kontur respon bilangan iod sebagai fungsi dari waktu dan suhu pada produksi biosolar	49
7.	Permukaan respon bilangan iod sebagai fungsi dari waktu dan suhu pada produksi biosolar	49
8.	Kontur respon bilangan asam sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar	53
9.	Permukaan respon bilangan asam sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar.....	53
10.	Kontur respon rendemen sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar	57
11.	Permukaan respon rendemen sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar	57
12.	Kontur respon bilangan penyabunan sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar.....	61
13.	Permukaan respon bilangan penyabunan sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar.....	61
14.	Kontur respon indeks setana sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar	65

		xi
15.	Permukaan respon indeks setana sebagai fungsi dari waktu dan katalis pada produksi biosolar.....	65
16.	Optimisasi RSM produksi biosolar dari <i>Spent Bleaching Earth</i> (SBE)	66

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang dan Masalah

Indonesia merupakan produsen minyak sawit terbesar didunia dengan kapasitas produksi *Crude Palm Oil* (CPO) pada tahun 2015 mencapai 31,07 juta ton dan pada tahun 2016 mencapai 33,23 juta ton CPO. Produksi CPO ini terus mengalami peningkatan setiap tahunnya sehingga diperkirakan produksi CPO akan menghasilkan sebesar 33,36 juta ton pada tahun 2017 (Ditjen Bun, 2016). *Crude Palm Oil* merupakan minyak kelapa sawit mentah yang diperoleh dari hasil ekstraksi atau dari proses pengempaan daging buah kelapa sawit dan belum mengalami pemurnian. Komposisi asam lemak jenuh dan asam lemak tidak jenuh pada *Crude Palm Oil* (CPO) relatif sama, kandungan asam lemak jenuh sebesar 49,9 % dan asam lemak tidak jenuh sebesar 49,3 %. Asam lemak dominan pada *Crude Palm Oil* (CPO) adalah palmitat sebesar 32 – 59 % dan oleat sebesar 27 – 52 % (Gunstone, 1997).

CPO mempunyai karakter yang belum layak makan karena masih mengandung air, asam lemak bebas, fosfolipid dan senyawa fosfolipida lainnya, logam dan karotenoid, kandungan karotenoid cukup tinggi yaitu berkisar 500-700 ppm. Selain kandungan karotenoid yang tinggi, CPO juga memiliki kandungan tokoferol dan tokotrienol yang berkisar 600-1000 ppm (Ketaren, 1986). Proses pengolahan *Crude Palm Oil* (CPO) menjadi minyak sawit secara garis besar

terdiri dari dua tahap yaitu tahap pemurnian (*refinery*) dan pemisahan (*fractionation*), dimana antara keduanya merupakan satu kesatuan proses untuk menghasilkan minyak goreng yang memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI). Rafinasi (*Refinery*) atau proses pemurnian adalah proses untuk menghilangkan zat-zat yang tidak dikehendaki yang ada dalam CPO, salah satu tahap proses pemurnian adalah pemucatan (*bleaching*) dilakukan dengan penambahan bahan berupa *bleaching earth* (Amang, 1996).

Proses pemucatan (*bleaching*) CPO menggunakan *bleaching earth* dengan kadar 0,5% hingga 2,0% dari berat CPO (Young, 1987). Dengan melihat data produksi CPO Indonesia pada tahun 2016 mencapai 33,23 juta ton, maka dalam proses pemurnian CPO industri membutuhkan *bleaching earth* sebesar 664.600 ton pada tahun 2016. Kebutuhan *bleaching earth* ini akan terus bertambah seiring dengan peningkatan proses pemurnian CPO di Indonesia. Proses *bleaching* akan menghasilkan *Spent Bleaching Earth* (SBE), dan SBE ini tidak dapat digunakan kembali sebagai bahan pemurni CPO. Saat ini industri *refinery* minyak nabati hanya menimbun SBE pada suatu lahan tertentu. Berdasarkan PP No. 101 tahun 2014 limbah SBE ini dapat dikategorikan sebagai limbah Bahan Berbahaya Beracun (B3). Artinya jika dibiarkan begitu saja berpotensi sebagai bahan pencemar lingkungan.

Spent bleaching earth (SBE) merupakan campuran antara *bleaching earth* dan senyawa organik yang berasal dari CPO. Senyawa organik yang berasal dari CPO sebagian besar merupakan senyawa trigliserida dan komponen organik lainnya dalam jumlah relatif kecil yaitu digliserida, asam lemak bebas, protein, zat warna

alami, *wax* dan komponen asam fosfat. Asam fosfat ini berasal dari proses *degumming* yang terbawa oleh CPO ke unit *bleaching* (Wahyudi, 2000).

Beberapa penelitian telah yang dilakukan menyatakan bahwa kadar minyak yang terkandung didalam SBE cukup besar. Menurut Taylor *et al.* (1999) dan Lee *et al.* (2000) memiliki kandungan minyak dalam SBE berkisar antara 20% - 40%. Sedangkan menurut Kheang (2006) kandungan minyak dalam tanah pemucat bekas sebesar 20-30%. Tingginya kandungan minyak yang masih terkandung didalam SBE membuat bahan ini berpotensi untuk dikembangkan, salah satunya yaitu dimanfaatkan menjadi biosolar.

Biosolar (*Methyl Ester*) merupakan salah satu bahan bakar alternatif untuk mesin diesel yang dapat diperbaharui (*renewable*) dan terbuat dari sumber terbaharui seperti minyak nabati dan lemak hewan (Sufriani, 2006). *Methyl Ester* atau *ethyl ester* adalah senyawa yang relatif stabil, berwujud cair pada suhu ruang (titik leleh antara 4 - 18°C), nonkorosif, dan titik didihnya rendah (Herawan dan Sari, 1997). Biosolar terdiri dari campuran mono-alkyl ester dari rantai panjang asam lemak, yang dihasilkan melalui proses yang disebut reaksi *esterifikasi* asam lemak bebas atau reaksi *transesterifikasi* trigliserida dengan metanol dan bantuan katalis, sehingga dapat menghasilkan metil ester/etil ester asam lemak dengan gliserol (Sufriani, 2006).

Proses produksi biosolar biasanya dilakukan dengan menggunakan dua tahap yaitu ekstraksi minyak dan proses produksi biosolar. Dengan adanya kedua tahap proses ini menyebabkan proses produksi biosolar menjadi kurang efektif dan efisien, sehingga perlu dilakukanlah perlakuan alternatif proses produksi biosolar

seperti esterifikasi/transesterifikasi *in situ*. Esterifikasi/transesterifikasi *in situ* adalah cara yang dikembangkan untuk menyederhanakan proses produksi biosolar. Transesterifikasi *in situ* ini dilakukan dengan menyatukan kedua proses yaitu ekstraksi minyak dilakukan bersamaan dengan proses produksi biosolar, sehingga proses ini dapat menurunkan biaya produksi biosolar. Dengan kata lain proses transesterifikasi *in situ* memiliki efisiensi lebih baik dibandingkan dengan transesterifikasi konvensional (Haas *et al.*, 2004). Dalam proses produksi biosolar, terdapat beberapa faktor yang dapat menentukan hasil biosolar yang didapat yaitu, waktu reaksi, suhu reaksi, katalisator, kecepatan pengadukan, konsentrasi, kandungan air dalam bahan baku, kandungan asam lemak bebas pada bahan baku, kandungan gliserol, kadar sabun, ukuran bahan, dan perbandingan pereaksi (Ketta, 1988).

Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi dapat meningkatkan rendemen biosolar didalam proses transesterifikasi *in situ*. Namun sampai saat ini belum banyaknya penelitian yang menyatakan berapa besarnya konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi yang optimal untuk menghasilkan biosolar yang tertinggi. Untuk itu, penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan besarnya konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi yang optimal untuk memperoleh rendemen dan indeks setana dari biosolar berbahan baku *Spent Bleaching Earth* (SBE).

1.2. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh kondisi reaksi esterifikasi/transesterifikasi *in situ* berupa konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi terhadap biosolar berbahan baku *Spent Bleaching Earth* (SBE)
2. Mengetahui interaksi pada kondisi reaksi esterifikasi/transesterifikasi *in situ* yaitu konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi
3. Mendapatkan kondisi reaksi esterifikasi/transesterifikasi *in situ* yang optimal berupa konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi terhadap biosolar berbahan baku *Spent Bleaching Earth* (SBE) untuk menghasilkan rendemen biosolar tertinggi dan bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan dan indeks setana sesuai dengan SNI 7182-2015.

1.3. Kerangka Pemikiran

Biosolar adalah bahan bakar solar/mesin diesel terbaharukan yang diproses dari bahan hayati (minyak nabati dan lemak hewan) secara kimiawi, dinyatakan sebagai monoalkil ester dari asam lemak rantai panjang dari golongan lipida (Darnoko, 2000). Biosolar dihasilkan melalui proses yang disebut reaksi *esterifikasi* asam lemak bebas dan/atau reaksi *transesterifikasi* trigliserida dengan metanol dan bantuan katalis, sehingga dapat menghasilkan metil ester/etil ester asam lemak dengan gliserol (Sufriani, 2006). Minyak yang mengandung asam lemak bebas (FFA) 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).

Penelitian yang dilakukan Suryani *et al.* (2014) mengenai produksi biosolar dari residu minyak dalam tanah pemucat bekas (SBE) secara *in situ*, diperoleh hasil terbaik pada proses esterifikasi-transesterifikasi *in situ* pada suhu 65°C dengan kecepatan pengadukan 650 rpm dengan katalis H₂SO₄ dan NaOH dengan konsentrasi sama yaitu 1,5% (v/b), dan variasi rasio metanol/heksana/bahan 6/0/1 dengan hasil rendemen biosolar sebesar 90,17%. Penelitian Kusumaningtyas (2011) menyatakan bahwa konsentrasi NaOH 1,5% dan suhu 65°C menghasilkan rendemen biosolar 29,64% serta karakteristik bilangan asam yaitu 0,54 mg KOH/gram dan bilangan penyabunan sebesar 416,67 mg KOH/gram.

Penggunaan konsentrasi katalis pada proses transesterifikasi dapat meningkatkan rendemen biosolar yang dihasilkan, akan tetapi penggunaan katalis yang berlebih dapat meningkatkan terjadinya reaksi saponifikasi yang dapat menurunkan kualitas dan menurunkan besarnya rendemen yang dihasilkan (Shiu *et al.*, 2010). Selain itu penggunaan konsentrasi katalis yang berlebih dinilai kurang ekonomis, hal ini dikarenakan penggunaan jumlah katalis yang lebih banyak belum tentu dapat meningkatkan jumlah rendemen biosolar yang dihasilkan (Galuh, 2007).

Penelitian yang dilakukan Kartika *et al.* (2009) mengenai transesterifikasi *in situ* biji jarak pagar pada suhu reaksi 60°C, waktu reaksi 240 menit dan kecepatan pengadukan 800 rpm menghasilkan rendemen biosolar tertinggi (71%). Suhu reaksi dalam pembuatan biosolar sangat berpengaruh terhadap produk biosolar yang terbentuk, suhu reaksi yang digunakan akan mempengaruhi besarnya hasil rendemen biosolar (Nurhayati, 2014). Penelitian Rahim dan Prihatiningtyas (2015) menemukan bahwa proses produksi biosolar dari biji karet (*havea brasiliensis*) secara transesterifikasi *in situ*, perlakuan terbaik dilakukan pada suhu

reaksi sebesar 60°C. Selain itu, Prasetyo (2014) memanfaatkan ampas segar kelapa sawit menjadi bahan baku untuk dijadikan bahan akar alternatif untuk produksi biosolar dengan proses transesterifikasi *in situ*, suhu reaksi optimum untuk menghasilkan produk biosolar memenuhi Standar Nasional Indonesia adalah sebesar 55°C.

Penelitian yang dilakukan oleh Georgogianni *et al.* (2008) mengenai transesterifikasi *in situ* pada biji bunga matahari menggunakan katalis NaOH 2%, pada suhu 60 °C, dan kecepatan pengadukan 600 rpm menghasilkan *yield* biosolar yang diperoleh sebesar 95% pada waktu reaksi 20 menit dengan perbandingan massa antara bahan dengan pereaksi metanol sebesar 1:10. Selain itu pada penelitian lainnya yang dilakukan oleh Qian *et al.* (2008) mengenai transesterifikasi *in situ* biji kapas dan mendapatkan konversi minyak menjadi biosolar sebesar 98% dengan konsentrasi NaOH 0,1 mol, suhu dan waktu reaksi masing-masing 40 °C dan 3 jam. Penggunaan suhu reaksi yang semakin tinggi sampai dengan suhu 65°C atau mendekati titik didih methanol dapat meningkatkan jumlah rendemen dan mempercepat proses pembentukan biosolar (Sutapa *et al.*, 2014). Wijaya (2017) mengenai efek suhu dan konsentrasi katalis dalam proses transesterifikasi *in situ* terhadap produksi biosolar dari *spent bleaching earth* menunjukkan bahwa perlakuan terbaik pada konsentrasi katalis 3,5% reaksi 65°C yang menghasilkan jumlah rendemen biosolar dari *Spent Bleaching Earth* (SBE) terbesar. Tetapi, penggunaan suhu reaksi yang melebihi suhu titik didih metanol dalam proses pembuatan biosolar dapat berdampak buruk dalam hasil yang didapatkan, penggunaan suhu yang melebihi titik didih methanol

dapat menurunkan efektifitas dan jumlah rendemen biosolar, hal ini diakibatkan oleh menguapnya sebagian methanol saat proses reaksi berlangsung (Julia, 2007). Selain konsentrasi katalis dan suhu reaksi faktor yang mempengaruhi rendemen biosolar yang dihasilkan yaitu waktu reaksi. Semakin lama waktu reaksi semakin banyak produk yang dihasilkan karena keadaan ini akan memberikan kesempatan terhadap molekul-molekul reaktan untuk saling bertumbuka. Akan tetapi, jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai, bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan, bahkan hal ini dapat menyebabkan produk berkurang karena adanya reaksi balik (Maharani dan Zuliyana, 2010).

Melihat dari penelitian-penelitian tersebut belum diketahui berapa konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi yang digunakan dalam proses produksi biosolar *Spent Bleaching Earth* (SBE) secara transesterifikasi *in situ* yang optimal. Namun, penelitian tersebut dapat dijadikan acuan dalam penelitian ini yang diharapkan dapat mengetahui besarnya konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi yang optimal untuk menghasilkan rendemen biosolar tertinggi dan memenuhi syarat sesuai dengan SNI 7182-2015.

1.4. Hipotesis

Hipotesis yang diajukan pada penelitian ini adalah didapatkan kondisi reaksi esterifikasi/transesterifikasi *in situ* yang optimal berupa konsentrasi katalis, suhu reaksi, dan waktu reaksi terhadap biosolar berbahan baku *Spent Bleaching Earth* (SBE) untuk menghasilkan rendemen biosolar tertinggi dan bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan dan indeks setana sesuai dengan SNI 7182-2015.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Spent bleaching earth*(SBE)

Spent bleaching earth (SBE) atau tanah peucat bekas merupakan limbah padat yang dihasilkan dari proses *bleaching* dalam tahapan proses pemurnian (*refinery*) CPO dalam industri minyak nabati (Chanrai *et al.*, 2004). *Spent bleaching earth* yang berasal dari pemucatan CPO merupakan campuran antara tanah pemucat (*bleaching earth*) dan senyawa organik yang berasal dari CPO. Senyawa organik yang berasal dari CPO sebagian besar merupakan senyawa trigliserida 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). Menurut Taylor *et al.* (1999) dan Lee *et al.* (2000) kandungan minyak dalam SBE berkisar antara 20% -40%. Sedangkan menurut Kheang (2006) kandungan minyak dalam tanah pemucat bekas sebesar 20-30%.

Salah satu tahapan dari rangkaian proses produksi minyak goreng sawit adalah tahapan proses *bleaching* (pemucatan). Proses pemucatan tersebut bertujuan untuk menghilangkan zat warna yang tidak disukai dalam minyak dengan menggunakan adsorben (tanah pemucat, lempung aktif atau arang aktif). Proses pemucatan CPO dengan menggunakan adsorben berhubungan dengan daya

adsorpsi. Daya adsorpsi disebabkan oleh adsorben yang memiliki pori dalam jumlah besar dan adsorpsi akan terjadi karena adanya perbedaan energi potensial antara adsorben dengan zat yang akan diserap. Penyerapan terhadap warna akan lebih efektif jika adsorben tersebut memiliki bobot jenis yang rendah, ukuran partikel halus, dan pH adsorben mendekati netral (Ketaren, 1986).

Bleaching earth atau sering juga disebut dengan bentonit merupakan sejenis tanah liat atau satu jenis tanah lempung dengan komposisi utama yang terdiri dari SiO₂, Al₂O₃, air terikat serta ion Ca²⁺, magnesium oksida dan besi oksida. Daya pemucat *bleaching earth* disebabkan keberadaan ion Al³⁺ pada permukaan partikel penyerap sehingga dapat mengadsorpsi zat warna dan tergantung perbandingan Al₂O₃ dan SiO₂ dalam *bleaching earth*. Bentonit merupakan nama perdagangan untuk sejenis lempung yang mengandung mineral montmorillonit (Ketaren, 2008). Tanah pemucat ini mengandung mineral montmorillonit sekitar 85% dan fragmen sisanya terdiri dari campuran mineral kuarsa, gipsum, kolinit dan lain-lain (Supeno, 2007). Menurut Tan (1993) montmorillonit merupakan mineral liat yang dapat mengembang dan mengerut yang tergolong ke dalam kelompok smektit serta mempunyai komposisi kimia yang beragam. Potensi mengembang-mengerut dan adanya muatan negatif yang tinggi merupakan penyebab mineral tersebut dapat menerima dan menyerap ion-ion logam dan kation-kation organik.

Menurut Young (1987) proses pemurnian (*refinery*) CPO menggunakan *bleaching earth* dengan kadar 0,5% hingga 2,0% dari berat CPO. Produsen minyak sawit Indonesia pada tahun 2015 mencapai 31,07 juta ton dan pada tahun 2016 mencapai 33,23 juta ton CPO. Produksi CPO ini terus mengalami peningkatan

setiap tahunnya sehingga diperkirakan produksi CPO akan menghasilkan sebesar 33,36 juta ton pada tahun 2017 (Ditjen Bun, 2016). Dengan melihat data produksi CPO indonesia pada tahun 2016 mencapai 33,23 juta ton, maka dalam proses pemurnian CPO industri membutuhkan *bleaching earth* sebesar 664.600 ton pada tahun 2016. Kebutuhan *bleaching earth* ini akan terus bertambah seiring dengan peningkatan produksi CPO di indonesia.

Spent Bleaching Earth (SBE) hasil dari proses pemurnian minyak ini tidak dapat digunakan kembali sebagai bahan pemurni CPO. Saat ini industri *refinery* minyak nabati hanya akan menimbun SBE pada suatu lahan tertentu. Berdasarkan PP No. 101 tahun 2014 limbah SBE ini dapat dikategorikan sebagai limbah Bahan Berbahaya Beracun (B3). Artinya jika dibiarkan begitu saja berpotensi sebagai bahan pencemar lingkungan. Alasan yang menjadi pertimbangan dalam Peraturan Pemerintah tersebut adalah karena mengandung residu minyak dan asam. Komponen hidrokarbon dalam tanah pemucat bekas umumnya merupakan senyawa *biodegradable*. Apabila tanah pemucat bekas berinteraksi dengan air, senyawa tersebut akan mudah terurai, sehingga menimbulkan bau busuk yang mengganggu lingkungan (Wahyudi, 2000).

2.2. Biosolar (*Methyl Ester*)

Biosolar atau disebut juga dengan *methyl ester* merupakan salah satu bahan bakar alternatif dari mesin diesel yang dapat diperbaharui (*renewable*) dan terbuat dari sumber terbarui seperti minyak nabati dan lemak hewan. Saat ini bahan bakar ini tidak hanya dapat diproduksi dari minyak nabati dan minyak hewani dalam kondisi baru, namun dapat juga diproduksi dari minyak bekas (*waste cooking oil*)

dan minyak hasil proses. Biosolar terdiri dari campuran mono-alkyl ester dari rantai panjang asam lemak (Sufriani, 2006). *Methyl ester* atau *ethyl ester* adalah senyawa yang relatif stabil, berwujud cair pada suhu ruang (titik leleh antara 4-18°C), nonkorosif, dan titik didihnya rendah (Herawan dan Sari, 1997).

Dibandingkan dengan bahan bakar fosil, bahan bakar biosolar mempunyai kelebihan yaitu lebih ramah terhadap lingkungan. Hal ini dikarena biosolar mengandung racun yang sangat rendah dan memiliki sifat biodegradabilitas yang sangat baik, sehingga bebas polutan SO_x, NO_x dan timbale.. Karena, emisi biodiesel didaur ulang dari karbon yang secara alami telah berada di atmosfer, tidak menjadi karbon baru seperti bahan bakar berbasis petroleum. Biodegradabilitas ini yang membuat biosolar dapat didegradasi secara biologis empat kali lebih cepat daripada bahan bakar solar dari minyak bumi, yakni mencapai 98% dalam tiga minggu. Serta biosolar memiliki siklus hidup gas rumah kaca 55% lebih rendah dibandingkan gas yang sama dari hasil pembakaran bahan bakar minyak bumi (Ma dan Hanna, 1999).

Biosolar memiliki titik bakar (*flash point*) yang lebih tinggi dibanding bahan bakar minyak bumi petrodiesel/solar dari minyak bumi sehingga tidak secara spontan meletup atau menyala dalam keadaan normal. Mesin diesel masa kini memerlukan proses pembakaran yang bersih dan bahan bakar yang stabil pada berbagai kondisi. Pembakaran biosolar mampu mengurangi emisi gas buang sebesar 20% (Hambali, 2008). Indonesia saat ini telah menjelaskan dan menetapkan syarat mutu biosolar menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) yang dapat di lihat pada Tabel 1.

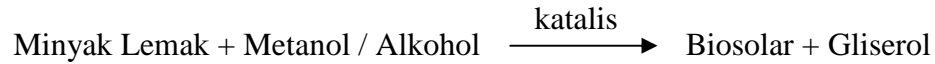
Tabel 1. Persyaratan kualitas biosolar menurut SNI 7182-2015

No	Parameter Uji	Satuan, Min/Maks	Persyaratan
1	Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850 – 890
2	Viskositas kinematik pada 40 °C	mm ² /s (cSt)	2,3 – 6,0
3	Angka setana	Min	51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C, min	100
5	Titik kabut	°C, maks	18
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50 °C) Residu karbon		nomor 1
7	- dalam percontohan asli; atau - dalam 10% ampas distilasi	%-massa, maks	0,05 0,3
8	Air dan sedimen	%-volume, maks	0,05
9	Temperatur distilasi 90%	°C, maks	360
10	Abu tersulfatkan	%-massa, maks	0,02
11	Belerang	mg/kg, maks	50
12	Fosfor	mg/kg, maks	4
13	Angka asam	mg-KOH/g, maks	0,5
14	Gliserol bebas	%-massa, maks	0,02
15	Gliserol total	%-massa, maks	0,24
16	Kadar ester metil	%-massa, min	96,5
17	Angka iodium	%-massa (g-I ₂ /100g), maks	115
	Kestabilan oksidasi		
18	- Periode induksi metode rancimat atau	Menit	480
	- Periode induksi metode petrooksi		36
19	Monogliserida	%-massa, maks	0,8

Sumber : Badan Standarisasi Nasional, 2015

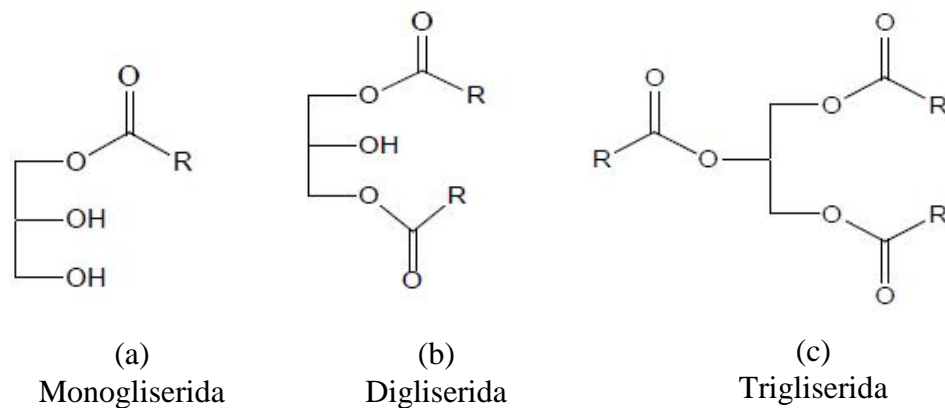
Biosolar dapat dibuat dari berbagai minyak hayati (minyak nabati atau lemak hewani) melalui proses esterifikasi gliserida atau dikenal dengan proses alkoholisis. Biosolar dihasilkan melalui proses yang disebut reaksi esterifikasi asam lemak bebas atau reaksi transesterifikasi trigliserida dengan metanol dan

bantuan katalis, sehingga dapat menghasilkan metil ester / etil ester asam lemak dengan gliserol. Reaksi pembentukan biosolar :



Minyak dan lemak merupakan senyawa organik yang terdapat di alam yang tidak larut dalam air, tetapi larut dalam pelarut organik non-polar, seperti dietil eter, kloroform, benzena dan hidrokarbon lainnya. Hal ini dikarenakan minyak dan lemak memiliki polaritas yang sama dengan pelarut-pelarut tersebut (Herlina, 2002). Minyak dan lemak ini termasuk dalam salah satu kelompok pada golongan lipida. Lemak adalah trigliserida berbentuk padat pada suhu ruang akibat tingginya kandungan asam lemak jenuh sehingga memiliki titik leleh tinggi. Sedangkan minyak adalah trigliserida dengan asam lemak tak jenuh tinggi sehingga titik lelehnya lebih rendah dan berbentuk cair pada suhu kamar (Solomon, 1992).

Trigliserida adalah triester dari gliserol dengan asam-asam lemak, yaitu asam karboksilat beratom karbon 6 sampai dengan 30. Trigliserida banyak diubah menjadi monogliserida dan digliserida, karena baik monogliserid dan digliserida luas penggunaannya sebagai bahan pengemulsi. Trigliserida merupakan komponen terbesar penyusun minyak nabati. Berikut merupakan struktur molekul dari ketiga macam gliserid yang dapat dilihat pada Gambar 1.



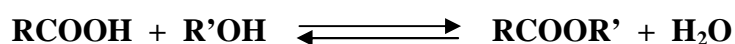
Gambar 1. Struktur molekul tiga macam gliserida (Juliati, 2009).

Menurut Hambali (2008) prinsip dari proses pembuatan biosolar sebenarnya sangat sederhana. Biosolar dihasilkan melalui proses transesterifikasi minyak atau lemak dengan alkohol. Alkohol akan menggantikan gugus alkohol pada struktur ester minyak dengan dibantu katalis. Berdasarkan kandungan *Free Fatty Acids* (FFA) atau asam lemak bebas dalam minyak nabati, proses pembuatan biosolar secara komersial dibedakan menjadi 2 yaitu esterifikasi dan transesterifikasi. Esterifikasi dilakukan dengan menggunakan katalis asam (umumnya menggunakan asam sulfat) untuk minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi, dan dilanjutkan dengan transesterifikasi dengan katalis basa. Transesterifikasi dilakukan dengan katalis basa untuk bahan baku *refined oil* atau minyak nabati dengan kandungan FFA rendah (Ramadhas, 2005).

2.2.1. Esterifikasi *in situ*

Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester. Turunan asam karboksilat akan terbentuk menjadi ester asam karboksilat. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus -COR dengan R dapat berupa alkil maupun aril. Esterifikasi mereaksikan antara

metanol dengan asam lemak bebas membentuk metil ester menggunakan katalis asam. Katalis yang digunakan untuk reaksi esterifikasi adalah asam, biasanya asam sulfat (H₂SO₄) atau asam fosfat (H₂PO₄). Reaksi esterifikasi tidak hanya mengkonversi asam lemak bebas menjadi metil ester tetapi juga mengubahnya menjadi trigliserida meskipun dengan kecepatan reaksi yang lebih rendah dibandingkan dengan katalis basa (Freedman *et al.* 1984). Reaksi esterifikasi pada asam lemak bebas dapat dilihat pada reaksi berikut (Canakci dan Sanli, 2008) :



Esterifikasi *in situ* merupakan metode yang dikembangkan untuk menghasilkan monoester dari minyak ber Kandungan asam lemak bebas tinggi. Pada esterifikasi *in situ*, proses ekstraksi minyak dan reaksi esterifikasi dilaksanakan secara simultan sehingga tidak menggunakan tahap ekstraksi. Alkohol pada metode ini berfungsi sebagai solvent pengekstrak komponen minyak dalam bahan dan sebagai pereaksi (reaktan) pada reaksi esterifikasi. Penggunaan metode ini dapat mengurangi biaya karena tahap ekstraksi minyak konvensional dihilangkan. Sehingga, ongkos produksi dapat ditekan seminimal mungkin dan didapatkan produk dengan kelayakan ekonomi lebih baik (Ozgul *et al.*, 1993).

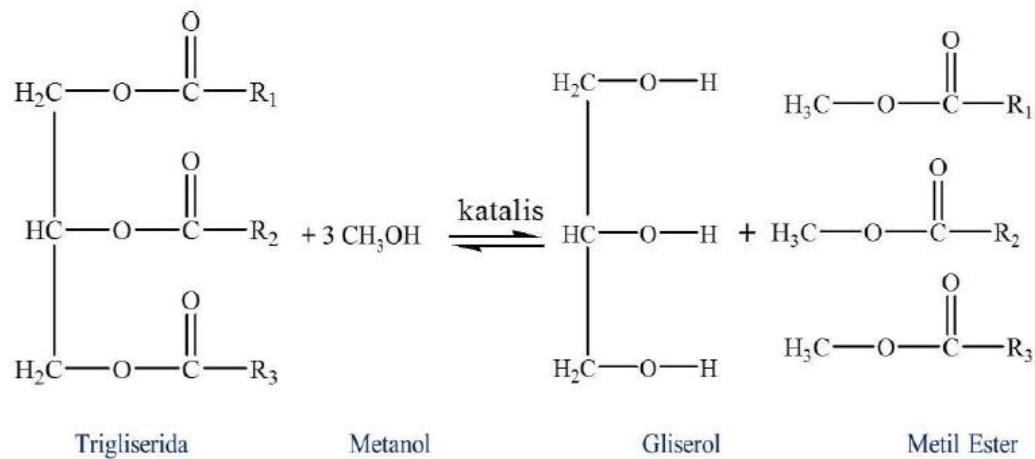
Proses esterifikasi *in situ* dengan katalis asam dilakukan jika minyak mengandung *Free Fatty Acids* (FFA) atau asam lemak bebas di atas 5%. Jika minyak berkadar FFA tinggi (>5%) langsung ditransesterifikasi *in situ* dengan katalis basa tanpa melalui proses esterifikasi *in situ* maka FFA akan bereaksi 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 in situ* dilakukan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester sehingga mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya dilakukan proses transesterifikasi *in situ* dengan katalis basa untuk mengkonversikan trigliserida menjadi metil ester. Namun sebelum produk esterifikasi *in situ* diumpankan ke tahap transesterifikasi *in situ*, 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) (Ozgulet *al.*, 1993).

2.2.2. Transesterifikasi *in situ*

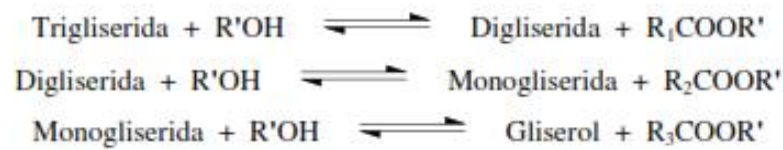
Reaksi transesterifikasi adalah reaksi setimbangan dan transformasinya terjadi oleh adanya pencampuran reaktan. Keberadaan katalis dapat mempercepat pengaturan kesetimbangan. Transesterifikasi adalah tahap konversi trigliserida menjadi alkil ester melalui reaksi dengan alkohol dan menghasilkan produk samping gliserol. Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi tiga tahap dan reaksi balik (*reversible*) yang membentuk tiga mol FAME (*Fatty Acid Methyl Esters*) dan satu mol gliserol (GL) dari satu mol trigliserida (TG) dan tiga mol metanol. 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). 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

Prinsip reaksi transesterifikasi adalah mengeluarkan gliserin dari minyak dan mereaksikan asam lemak bebasnya dengan alkohol (metanol) menjadi metil ester (Freedman *et al.* 1984). Katalis yang biasa digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah katalis basa seperti NaOH, KOH, NaOCH_3 dan KOCH (Canakci and Sanli, 2008). Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi yang berlangsung dalam 3 tahap. Pertama, trigliserida (TG) dihidrolisis menjadi digliserida (DG), kedua digliserida (DG) dihidrolisis menjadi monogliserida (MG) yang selanjutnya membentuk alkil ester dan gliserol (Darnoko and Cheryan, 2000). Ketiga tahap reaksi transesterifikasi tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Tiga Tahap Reaksi Transesterifikasi

Transesterifikasi *in situ* adalah cara yang dikembangkan untuk menyederhanakan proses pembentukan biosolar. Transesterifikasi *in situ* ini dilakukan dengan menyatukan kedua proses yaitu ekstraksi minyak dan proses pembentukan biosolar dilakukan bersamaan, sehingga proses ini dapat menurunkan biaya produksi biosolar. Dengan kata lain proses transesterifikasi *in situ* memiliki efisiensi lebih baik dibandingkan dengan transesterifikasi konvensional (Haas *et al.*, 2004). Proses pembuatan biosolar dalam reaksi esterifikasi atau transesterifikasi *in situ* dipengaruhi oleh beberapa faktor dalam menghasilkan rendemen biosolar. Pengaruh faktor-faktor tersebut dalam reaksi esterifikasi atau transesterifikasi *in situ*, sebagai berikut:

1. Waktu reaksi, lamanya reaksi sangat berpengaruh terhadap hasil produk yang dihasilkan. Semakin lama waktu reaksi semakin banyak produk yang dihasilkan karena keadaan ini akan memberikan kesempatan terhadap molekul-molekul reaktan untuk saling bertumbukan. Setelah kesetimbangan tercapai peningkatan waktu reaksi tidak memberikan pengaruh terhadap konversi reaksi.
2. Konsentrasi, kecepatan reaksi sebanding dengan konsentrasi reaktan yaitu rasio molar antara trigliserida dan alkohol, dimana semakin tinggi konsentrasi

pereaksi, semakin banyak pula kesempatan molekul reaktan untuk saling bertumbukan sehingga semakin tinggi pula keceptan reaksinya.

3. Katalisator, Katalis didefinisikan sebagai suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Katalis berfungsi mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi, namun tidak mempengaruhi letak kesetimbangan. Katalis juga menyediakan situs-situs aktif tempat terjadinya reaksi.
4. Kandungan air dalam bahan baku, adanya kandungan air dalam bahan dapat menurunkan jumlah rendemen yang dihasilkan.
5. Kandungan asam lemak bebas pada bahan baku, jumlah asam lemak bebas didalam bahan dapat 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. Temperatur, semakin tinggi temperatur, kecepatan reaksi makin 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. Ukuran bahan sangat berpengaruh terhadap laju reaksi yang terjadi. Ukuran pori-pori bahan sangat berpengaruh terhadap proses ekstraksi yang berlangsung pada metode *in situ*. Semakin kecil ukuran partikel bahan yang akan diekstrak maka akan semakin tinggi rendemen minyak yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan luas area kontak semakin luas sehingga memudahkan pelarut untuk mengekstrak minyak yang terkandung dalam bahan.
11. Perbandingan reaksi, reaksi alkoholisis minyak nabati memerlukan alkohol berlebih, selain untuk meningkatkan konsentrasi pereaktan, alkohol berfungsi sebagai pelarut terhadap minyak itu sendiri (Ketta, 1988).

2.3. Konsentrasi Katalis

Katalis merupakan suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Reaksi yang berlangsung dengan bantuan katalis secara umum dikenal dengan reaksi katalisis. Katalis akan menurunkan energi aktivasi namun zat tersebut tidak habis bereaksi. Katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Ketika reaksi telah selesai, massa katalis yang didapatkan akan sama seperti pada awal ditambahkan (Shriver and Atkins, 1990).

Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi. Energi aktivasi reaksi merupakan banyaknya energi minimum yang dibutuhkan oleh reaksi agar reaksi dapat berlangsung. Penurunan energi aktivasi reaksi

disebabkan oleh terjadinya pembentukan alur atau mekanisme reaksi yang berbeda dari alur reaksi tanpa katalis (Gates, 1991). Secara garis besar, katalis mempunyai tiga fungsi yakni (1) aktivitas untuk memacu laju reaksi, (2) selektivitas atau spesifitas untuk mengarahkan suatu reaksi menghasilkan produk tertentu, (3) stabilitas atau *lifetime* untuk menahan hal-hal yang dapat mengakibatkan terjadinya deaktivasi katalis (Nasikin dan Susanto, 2010). Sehingga untuk setiap reaksi yang dikatalisisnya, katalis harus mempunyai aktivitas kimia yang sama, selektivitas dan stabilitas yang cukup tinggi. Secara umum, katalis dikelompokkan dalam dua kelompok besar yaitu katalis homogen dan heterogen.

2.3.1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fasa sama dengan reaktan, sehingga reaksi berlangsung dalam keseluruhan sistem karena dapat bercampur merata. Katalis ini merupakan jenis katalis yang umum digunakan yaitu berupa cairan asam kuat atau basa kuat. Namun, katalis jenis ini terkadang menyulitkan dalam pemisahan dari produk pada akhir reaksi, sehingga tidak dapat digunakan ulang dan seringkali bersifat korosif dan berbahaya bagi lingkungan. Tetapi katalis homogen memiliki yield yang besar dan reaksi suhu yang rendah (Helwani, 2009).

Penggunaan katalis asam diketahui menghasilkan kelimpahan alkil ester yang tinggi, namun membutuhkan waktu reaksi yang cukup lama (Schuchardt *et al.*, 1998) karena reaksi yang terjadi adalah *reversible* (bolak-balik). Namun, metode ini lebih sesuai untuk minyak atau lemak yang memiliki kandungan asam lemak

bebas relative tinggi (Freedman *et al.*, 1984). FFA yang terkandung di dalam trigliserida akan bereaksi dengan methanol membentuk metil ester dan air, sehingga kandungan FFA akan berkurang (Susila, 2008). Jika kandungan FFA pada minyak memiliki nilai lebih dari 5% maka proses produksi biosolar harus dilakukan dengan reaksi esterifikasi *in situ* dengan katalis asam dan dilanjutkan reaksi transesterifikasi *in situ* dengan katalis basa. Dibandingkan dengan asam, katalis basa menghasilkan reaksi dengan laju yang lebih tinggi, karena reaksi berlangsung satu arah (*irreversible*) terhadap pembentukan alkil ester, hal ini disebabkan senyawa basa juga berperan sebagai pereaksi, yaitu dalam pembentukan ion alkoksida. Pada proses esterifikasi *in situ*, asam akan mempercepat reaksi dengan cara mendonorkan elektron ke grup alkoxy sehingga gugus ini lebih reaktif. Sedangkan, basa pada transesterifikasi berfungsi sebagai katalis dengan cara menarik elektron menjadi reaktif (Prihandana *et al.*, 2006).

1. Asam Sulfat (H_2SO_4)

Asam sulfat (H_2SO_4) adalah asam mineral (anorganik) yang kuat, zat ini larut dalam air pada semua perbandingan. Asam sulfat mempunyai banyak kegunaan dan merupakan salah satu produk utama industri kimia. Kegunaan utamanya yaitu sintesis kimia, pemrosesan biji mineral, pemrosesan air limbah dan penggilingan minyak. Asam sulfat merupakan cairan yang bersifat korosif, tidak berwarna, tidak berbau, sangat reaktif dan mampu melarutkan berbagai jenis logam. Asam sulfat merupakan asam kuat bervalensi dua serta bersifat higroskopis, pengoksidasi dan bahan pendehidrasi, khususnya

terhadap senyawa organik, serta dapat larut dalam air, alkohol, dan eter (Hawley, 1973).

Tabel 2. Sifat Fisik dan Kimia Asam Sulfat

Berat molekul	98,08 g/gmol
Titik leleh	10,31 °C
Titik Didih	336,85 °C
Densitas standar 45°C	1,8 g/cc
Kadar	98,50 %
Warna	Tidak berwarna
Bentuk	Cair

Sumber : Sander (1983)

2. Natrium Hidroksida (NaOH)

Natrium hidroksida sejenis basa logam kaustik, 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. Natrium hidroksida adalah basa yang paling umum digunakan dalam laboratorium kimia. Bahan ini berwarna putih, massa lebur, berbentuk putih padat dan tersedia dalam bentuk pelet, serpihan, butiran ataupun larutan jenuh 50%. Bila dibiarkan di udara akan cepat menyerap karbondioksida dan melembab (Sarastina, 2014).

NaOH membentuk basa kuat bila dilarutkan dalam air. Senyawa ini sangat mudah terionisasi membentuk ion natrium dan hidroksida. NaOH atau kaustik soda adalah senyawa alkali dengan berat molekul 40, dapat mengakibatkan

iritasi pada kulit. Sangat larut dalam air dan akan melepaskan panas ketika dilarutkan, selain itu NaOH juga larut dalam etanol dan metanol, walaupun kelarutan NaOH dalam kedua cairan ini lebih kecil daripada kelarutan KOH. Sifat lain yaitu NaOH tidak larut dalam dietil eter dan pelarut non-polar lainnya.

Tabel 3. Sifat Fisik dan Kimia NaOH

Massa molar	40 g/gmol
Bentuk	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/100ml (20 °C)
Kebasaan	-2,43

Sumber : Perry (1984)

2.3.2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah suatu zat yang dapat mempercepat terjadinya suatu reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi, mempunyai sifat dan fasa zatnya berbeda dengan fasa reaktannya. Katalis heterogen mempunyai keuntungan dan sifatnya yang ramah lingkungan yaitu tidak bersifat korosif, efisiensi yang tinggi, mudah dipisahkan dari produk dengan cara filtrasi serta dapat digunakan berulang kali dalam jangka waktu yang lama. Namun, pada prosesnya dibutuhkan proses pengadukan secara kontinyu, karena katalis ini tak dapat bercampur merata dengan reaktan (Helwani, 2009). Pada hakekatnya suatu katalis heterogen terdiri dari dua komponen utama, yaitu situs aktif (dopan) dan penyangga. Situs aktif umumnya berupa oksida logam yang berfungsi untuk mempercepat dan

mengarahkan reaksi, sedangkan penyangga umumnya berupa zat padat berpori yang berfungsi untuk memberikan luas permukaan yang lebih besar bagi situs aktif (Istadi, 2011).

2.4. Suhu Reaksi

Suhu reaksi merupakan salah satu faktor penting dalam reaksi pembentukan biosolar. Semakin tinggi suhu reaksi maka konversi reaksi semakin tinggi karena molekul yang bergerak di dalam larutan memiliki sejumlah tertentu energi potensial dalam ikatan-ikatan atom, dan sejumlah energi kinetik dalam gerakan atom-atomnya. Suhu reaksi berkaitan dengan panas yang dibutuhkan untuk mencapai energi aktivasi. Semakin tinggi suhu, maka semakin banyak energi yang digunakan reaktan untuk saling bertumbukan dalam mencapai energi aktivasi (Nurhayati, 2014).

Dalam proses esterifikasi/transesterifikasi 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. Dengan kata lain suhu reaksi yang tinggi dapat menghasilkan konversi yang lebih tinggi dengan waktu reaksi yang lebih cepat. Reaksi esterifikasi/transesterifikasi dapat dilakukan pada suhu 30 - 65°C yang dijaga saat proses reaksi berlangsung. Suhu mempengaruhi viskositas dan densitas, karena viskositas dan densitas merupakan dua parameter fisis penting yang mempengaruhi pemanfaatan biosolar sebagai bahan bakar (Sahirman, 2009).

2.5. Waktu Reaksi

Waktu reaksi sangat berpengaruh terhadap besarnya produk yang dihasilkan dalam proses produksi biosolar. Semakin lama waktu reaksi semakin banyak produk yang dihasilkan karena keadaan ini akan memberikan kesempatan terhadap molekul-molekul reaktan untuk saling bertumbukan satu sama lain lebih lama sehingga kinerja katalis akan lebih maksimal. Setelah kesetimbangan tercapai peningkatan waktu reaksi tidak memberikan pengaruh terhadap konversi reaksi. Pada proses transesterifikasi *in situ* dibutuhkan waktu reaksi yang lebih lama dibandingkan dengan proses konvensional. Hal ini disebabkan pada proses transesterifikasi *in situ* dibutuhkan waktu untuk melakukan ekstraksi minyak dari bahan selain terjadi konversi reaksi yang terjadi pada reaksi transesterifikasi seperti biasa. Namun jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak memperbesar hasil setelah kesetimbangan, bahkan hal ini dapat menyebabkan produk berkurang karena adanya reaksi balik, yaitu metil ester terbentuk menjadi trigliserida (Maharani dan Zuliyana, 2010).

2.6. Bilangan Asam

Bilangan Asam menunjukkan kadar asam lemak bebas dalam biosolar. Asam lemak bebas adalah asam lemak yang terpisahkan dari trigliserida, digliserida, monogliserida, dan gliserin bebas. Hal ini dapat disebabkan oleh pemanasan dan adanya kandungan air sehingga terjadi proses hidrolisis. Selain itu, oksidasi juga dapat meningkatkan kadar asam lemak bebas dalam minyak. Keberadaan asam lemak bebas ini tidak dikehendaki dalam biosolar karena bersifat korosif. Angka

bilangan asam di atas 0.8 mgKOH/g dapat bersifat korosif terhadap peralatan injeksi bahan bakar, penyumbatan filter dan pembentukan sedimen sehingga dapat merusak komponen peralatan mesin diesel (Gerpen *et al.*, 2004).

2.7. Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan didefinisikan sebagai banyaknya milligram KOH yang diperlukan untuk menyabunkan lemak secara sempurna dari 1 gram lemak atau minyak. Apabila sejumlah contoh minyak atau lemak disabunkan dengan larutan KOH berlebihan dalam alcohol, maka KOH akan bereaksi dengan trigliserida, yaitu tiga molekul KOH bereaksi dengan satu molekul minyak atau lemak. Larutan alkali yang tertinggal ditentukan dengan titrasi menggunakan asam, sehingga jumlah alkali yang turut bereaksi dapat diketahui. Bilangan ini menyatakan besar kecilnya molekul lemak (Ketaren, 1986). Makin besar bilangan penyabunan suatu lemak, makin kecil molekul lemak tersebut, sebaliknya makin kecil bilangan penyabunan suatu lemak makin besar molekul lemaknya. Minyak dan lemak alami merupakan ester gliserol yang biasanya tersusun atas asam-asam lemak yang mempunyai atom C antara 16 sampai 18 sehingga besarnya bilangan penyabunan dari masing-masing lemak atau minyak alami tidak berbeda jauh (Rohman, 2013).

2.8. Bilangan iod

Angka iodine pada biosolar menunjukkan tingkat ketidak jenuhan atau banyaknya ikatan rangkap senyawa penyusun biosolar. Disisi lain keberadaan senyawa tak jenuh meningkatkan performansi biosolar pada temperatur rendah karena senyawa

ini memiliki titik leleh (*melting point*) yang lebih rendah sehingga berkorelasi pada *cloud* dan *pour point* yang juga rendah (Knothe, 2005). Namun banyaknya senyawa lemak tak jenuh didalam biosolar memudahkan senyawa itu bereaksi dengan oksigen di atmosfer dan dapat terpolimerisasi membentuk material serupa plastik. Biosolar dengan kandungan bilangan iod yang tinggi akan mengakibatkan tendensi polimerisasi dan pembentukan deposit pada *injector nozzle* dan cincin piston pada saat mulai pembakaran (Panjaitan, 2005). Oleh karena itu terdapat batasan maksimal nilai iod yang diperbolehkan untuk biosolar yaitu 115 (gI₂/100 g) berdasarsn SNI biosolar. Pengaruh ketidak jenuhan berhubungan dengan bilangan iod. Semakin panjang rantai karbon semakin rendah emisi gas buang CO₂ dan semakin tinggi bilangan iod semakin rendah emisi gas buang CO₂ yang dihasilkan (Indartono, 2006).

2.9. Bilangan Setana

Bilangan setana menunjukkan seberapa cepat bahan bakar mesin diesel yang diinjeksikan ke ruang bakar dapat terbakar secara spontan setelah bercampur dengan udara. Bilangan setana meningkat dengan meningkatnya panjang rantai karbon dan derajat kejenuhan asam lemak penyusun biosolar (Knothe, 2005). Bilangan setana terdiri dari bahan referensi normal setana (C₁₆H₃₄) yang tidak memiliki keterlambatan menyala dan aromatis *menthyl naphthalene* (C₁₀H₇CH₃) yang keterlambatannya besar sekali. Bilangan setana suatu bahan bakar didefinisikan sebagai persentasi volume dari normal setana dengan campuran tersebut. Secara umum biosolar memiliki bilangan setana yang lebih tinggi

dibandingkan solar. Biosolar umumnya memiliki rentang bilangan setana 46-70, sedangkan solar memiliki bilangan setana 47-55 (Bozbas, 2005).

Bilangan setana yang tinggi menunjukkan bahwa bahan bakar dapat menyala pada temperatur yang relatif rendah, dan sebaliknya bilangan setana rendah menunjukkan bahan bakar baru dapat menyala pada temperatur yang relatif tinggi. Semakin tinggi bilangan setana, semakin cepat pembakaran semakin baik efisiensi termodinamisnya serta dapat mencegah terjadinya *knocking* karena begitu bahan bakar akan langsung terbakar dan tidak terakumulasi (Shreve, 1956). Bilangan setana yang tinggi berpengaruh signifikan terhadap waktu singkat yang diperlukan antara bahan bakar diinjeksikan dengan inisiasi sehingga menyebabkan *start* yang baik dan suara yang halus pada mesin. Bilangan setana yang lebih tinggi akan memastikan *start* yang baik dan meminimalkan pembentukan asap putih (Zuhdi, 2002).

III. BAHAN DAN METODE

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Analisis Hasil Pertanian Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian universitas Lampung pada bulan Desember 2017 sampai dengan Maret 2018.

3.2. Bahan dan Alat

Bahan baku utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Spent Bleaching Earth* (SBE) dari PT. Bumi Waras, Tbk, Lampung. Bahan lainnya adalah metanol, NaOH, heksana, aquades, H₂SO₄, indikator fenolftalein (PP), etanol 95%, KOH, kloroform, larutan wijs, KI, Na₂S₂O₃, indikator amilum, HCl dan alkohol 96%.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah soxhlet, kondensor, buret, beaker glass 50 mL dan 100 mL, Buret, erlemeyer, gelas ukur 25 mL ; 50 mL ; 100 mL, labu destilasi, labu leher tiga, *magnetic stirrer* dengan pengatur suhu, oven, pipet tetes, pipet volume, statif dan klem, thermometer, kertas saring, pompa vakum, dan corong pemisah.

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan menggunakan metode respon permukaan (*Response Surface Methodology*) dengan rancangan design *Central Composite Design*.

Penggunaan metode respon permukaan (*Response Surface Methodology*) ini untuk menentukan nilai optimum pada percobaan pembuatan biosolar dari SBE (*Spent Bleaching Earth*). *Response Surface Methodology* (RSM) adalah sekumpulan teknik matematika dan statistika yang digunakan untuk menganalisis permasalahan dimana beberapa variabel independen mempengaruhi variabel respon dan tujuan akhirnya adalah untuk mengoptimalkan respon. Kelebihan dari metode ini yaitu meminimalkan pengamatan dengan menggunakan rancangan percobaan dan optimasi menggunakan pendugaan persamaan respon yang dihasilkan (Iriawan dan Astuti, 2006).

Percobaan ini menggunakan 3 variabel independen atau variabel bebas sehingga nilai rotabilitasnya $(\alpha) = (3^2)^{1/4} = 1,68179 \approx 1,682$. Oleh karena itu, nilai $\pm 1,682$ termasuk nilai yang digunakan untuk pengkodean pada saat proses analisis data. Selanjutnya, *Central Composite Design* dengan 3 variabel bebas menghasilkan *response surface*. *Response surface* menunjukkan jumlah rancangan percobaan 2^3 faktorial, 6 *center point*, dan 6 *axial point* (Tabel 4).

Tabel 4. Hasil Desain *Respon Surface*

Central Composite Design	Total		Total
Factors	3	Replicates	1
Base runs	20	Total runs	20
Base blocks	1	Total blocks	1
Two-level factorial Full factorial			
Cube points	8		
Center points in cube	6		
Axial points	6		
Center points in axial	0		
: 1,68179			

Variabel bebas yang digunakan pada penelitian ini yaitu suhu reaksi 51,6°C, 55°C, 60°C, 65°C dan 68,4°C, waktu reaksi (untuk esterifikasi *in situ* masing-masing perlakuan dilakukan selama 2 jam, sedangkan transesterifikasi *in situ* 0,32; 1; 2; 3 dan 3,68 jam) dan konsentrasi katalis NaOH pada reaksi transesterifikasi 1,66%, 2%, 2,5%, 3%, 3,34% (b/b) (Tabel 5). Selanjutnya diperoleh rancangan percobaan pada penelitian ini menggunakan desain percobaan 2^3 yang ditunjukkan pada Tabel 6. Variabel dependen atau variabel respon (parameter) tahap kedua ini yaitu rendemen biosolar, bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan dan indeks setana. Hasil variabel respon selanjutnya dianalisis sidik ragamnya menggunakan program Minitab 18 (Iriawan dan Astuti, 2006).

Tabel 5. Faktor, variabel, dan taraf variable RSM secara faktorial 2^3 pada percobaan pembuatan biosolar dari SBE (*Spent Bleaching Earth*)

No	Faktor	Variabel	Taraf Variabel				
			-	Rendah	Tengah	Tinggi	+
			-1,68	-1	0	+1	+1,68
1	Suhu Reaksi (°C)	S	51,6	55	60	65	68,4
2	Konsentrasi Katalis (%)	K	1,66	2	2,5	3	3,34
3	Waktu tranesterifikasi <i>in situ</i> (jam)	W	0,32	1	2	3	3,68

Keterangan :

$$= \sqrt[4]{(2^k)}$$

Rumus mencari :

k = jumlah faktor atau variabel bebas $\pm 1,682 = X - \text{nilai tengah} / \text{selisih taraf}$

Jadi, $= \sqrt[4]{(2^3)} = 1,682$

Tabel 6. Desain percobaan 2^3 faktorial dengan 3 variabel bebas

Run	Taraf Variabel			Nama Variabel			Kode Sampel
	S	K	W	S (°C)	K (%)	W (jam)	
1	-1	-1	-1	55	2	1	S2K2W2
2	1	-1	-1	65	2	1	S4K2W2
3	-1	1	-1	55	3	1	S2K4W2
4	1	1	-1	65	3	1	S4K4W2
5	-1	-1	1	55	2	3	S2K2W4
6	1	-1	1	65	2	3	S4K2W4
7	-1	1	1	55	3	3	S2K4W4
8	1	1	1	65	3	3	S4K4W4
9	-1,682	0	0	51,6	2,5	2	S1K3W3
10	1,682	0	0	68,4	2,5	2	S5K3W3
11	0	-1,682	0	60	1,66	2	S3K1W3
12	0	1,682	0	60	3,34	2	S3K5W3
13	0	0	-1,682	60	2,5	0,4	S3K3W1
14	0	0	1,682	60	2,5	3,8	S3K3W5
15	0	0	0	60	2,5	2	S3K3W3
16	0	0	0	60	2,5	2	S3K3W3
17	0	0	0	60	2,5	2	S3K3W3
18	0	0	0	60	2,5	2	S3K3W3
19	0	0	0	60	2,5	2	S3K3W3
20	0	0	0	60	2,5	2	S3K3W3

Sumber : Iriawan dan Astuti (2006)

Keterangan :

S = Suhu Reaksi

K = Konsentrasi Katalis

W = Waktu Reaksi

3.4. Prosedur Percobaan

3.4.1. Prosedur Percobaan Pendahuluan

Tahap ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik SBE sebelum dilakukan proses produksi biosolar, serta untuk menentukan tahapan produksi biosolar menggunakan metode *in situ*. Analisis yang dilakukan meliputi kadar asam lemak bebas dan kandungan minyak nabati dalam SBE.

a) Analisis Kadar Minyak dalam SBE (Metode Ekstraksi)

Kadar minyak *spent bleaching earth* (SBE) diuji menggunakan metode *soxhlet*. Labu didih yang akan digunakan dikeringkan dalam oven bersuhu 100-110°C, didinginkan dalam desikator dan ditimbang. 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, dengan perbandingan pelarut terhadap sampel sebesar 1:4 ml/mg. 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 (Akbar, 2012). Metode *soxhlet* yang telah dilakukan dalam proses penentuan jumlah kandungan minyak yang terdapat dalam *spent bleaching earth* dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kadar Minyak} = \frac{\text{Bobot Minyak}}{\text{Bobot Sampel}} \times 100\%$$

b) Analisis Kadar Asam Lemak Bebas (FFA)

Metode penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dapat dilakukan dengan menimbang sebesar 10 ml minyak atau lemak dan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml. Setelah itu ditambahkan 25 ml etanol 95% 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 (Saad *et al.*, 2007).

$$\text{Kadar Free Fatty Acid} = \frac{\text{ml KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM Asam Palmitat}}{1000 \times \text{Berat Sampel}} \times 100 \%$$

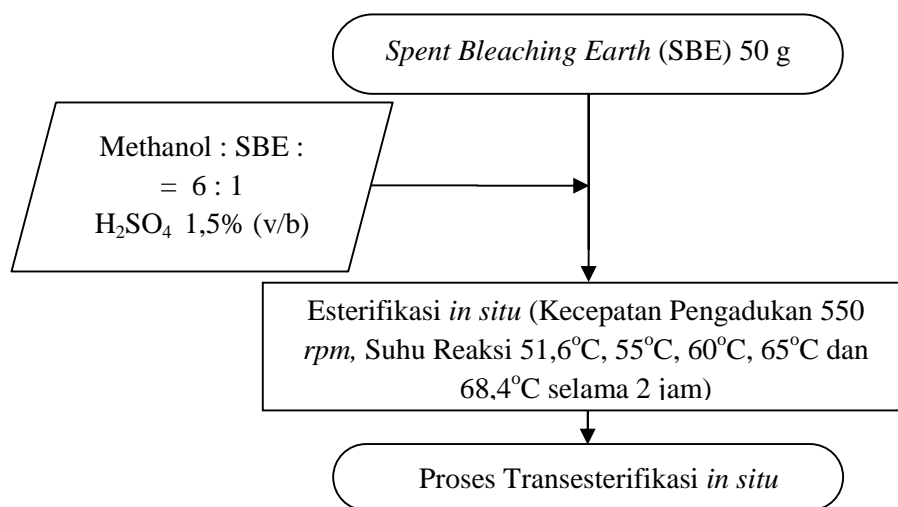
Bila kadar FFA > 2 %, maka dilakukan reaksi esterifikasi *in situ*, dengan menggunakan katalis asam untuk menurunkan kadar FFA% tersebut menjadi *ester alkil*, kemudian dilanjutkan dengan reaksi transesterifikasi *in situ*.

3.4.2. Proses Esterifikasi *In Situ*

Esterifikasi *in situ* dilakukan dengan mereaksikan 50 gram SBE dengan methanol dan H₂SO₄. Perbandingan jumlah metanol/bahan yang digunakan adalah 6:1 (v/b) sehingga metanol yang digunakan sebesar 300 ml. Jumlah katalis H₂SO₄ yang ditambahkan sebanyak 1,5% (v/b). Selama proses digunakan pengadukan pada kecepatan 550 rpm serta suhu reaksi 51,6°C, 55°C, 60°C, 65°C dan 68,4°C.

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 4.

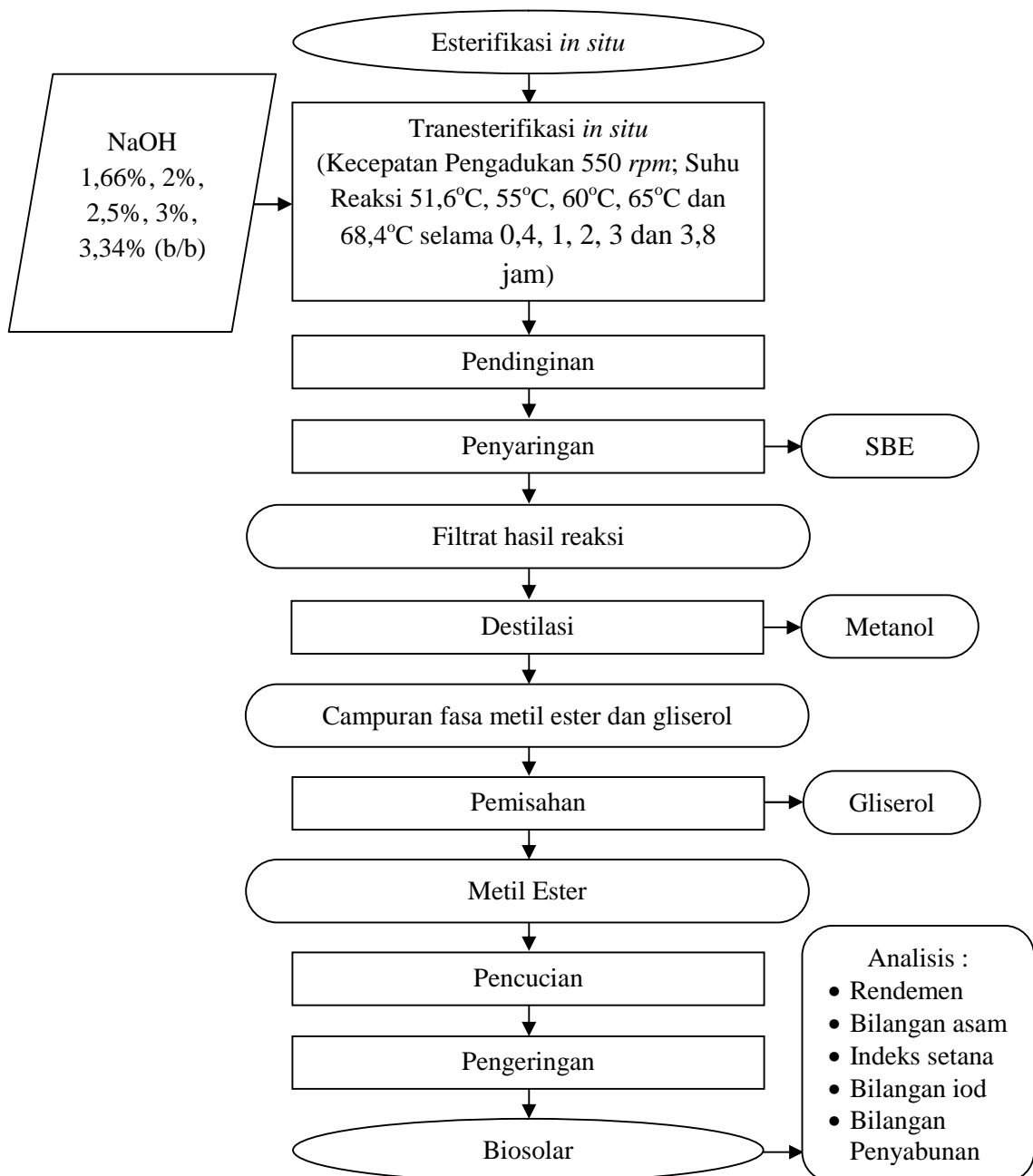


Gambar 4. Proses pembuatan biosolar secara esterifikasi *in situ* (Pasang, 2007)

3.4.3. Proses Transesterifikasi *In Situ*

Proses transesterifikasi *in situ* dilakukan selama 0,4, 1, 2, 3 dan 3,8 jam dengan kondisi suhu dan kecepatan sama seperti kondisi proses esterifikasi *in situ* sebelumnya. Pada proses ini ditambahkan katalis basa NaOH sebanyak 1,66%, 2%, 2,5%, 3% dan 3,34 % (b/b) terhadap bobot bahan (SBE). Setelah reaksi selesai dilakukan proses pemisahan dengan penyaringan untuk memisahkan antara tanah pemucat bekas (SBE) dengan methanol yang mengandung minyak. Setelah itu, pelarut dipisahkan dengan metil ester dan gliserol yang dihasilkan dengan menggunakan alat sokhlet. Selanjutnya metil ester dan gliserol dimasukkan kedalam corong pisah, diamkan sampai terbentuk 2 fasa yaitu fasa atas merupakan metil ester (biosolar) dan fasa bawah merupakan gliserol. Setelah metil ester dipisahkan, dilakukan pencucian dengan air yang bersuhu 60°C sampai air cucian netral (pH 7). Kemudian biosolar yang dihasilkan dikeringkan menggunakan

oven pada suhu 110°C untuk menguapkan sisa air dan pelarut didalam biosolar.
 Biosolar hasil reaksi transesterifikasi selanjutnya dikarakterisasi untuk menentukan bilangan asam dan penentuan indeks setana. Diagram alir proses transesterifikasi *in situ* dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Proses pembuatan Biosolar secara Esterifikasi dan Transesterifikasi *in situ* (Pasang, 2007)

3.5. Variabel Pengamatan

3.5.1. Penentuan rendemen biosolar

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

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{W biosolar}}{\text{W minyak}} \times 100\%$$

Keterangan :

W biosolar = Bobot biosolar (g)

W minyak = Bobot minyak (g)

3.5.2. Penentuan bilangan asam

Proses penentuan bilangan asam dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Sulastri (2011). Bilangan asam adalah ukuran jumlah asam lemak bebas, dihitung berdasarkan berat molekul dari asam lemak atau campuran asam lemak. Sampel biosolar 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 1% sampai terlihat perubahan warna merah jambu sebagai titik akhir titrasi. Untuk melihat besarnya nilai bilangan asam pada biosolar, selanjutnya dilakukan perhitungan menggunakan persamaan sebagai berikut :

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

Keterangan :

V : volume KOH yang dibutuhkan pada titrasi (ml)

N : normalitas KOH

M : berat sampel biosolar (gram)

56,1 : berat molekul KOH

3.5.3. Penentuan Bilangan Iod

Proses penentuan bilangan iod dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Sulastri (2011). Biosolar 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 dititrasi 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 3-5 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).

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

Keterangan :

Vb = mL tiosulfat yang dibutuhkan untuk menitrasi blanko

Vs = 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

3.5.4. 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 gram sampel minyak 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 larutan 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 minyak

56,1 = berat ekuivalen KOH

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 :

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

Keterangan :

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 didapatkan nilai R^2 88,13%, *lack of fit* 0.278 dan nilai optimum yang dihasilkan terjadi pada suhu pemanasan sebesar 64,33°C, konsentrasi katalis NaOH sebesar 2,39% dan waktu pemanasan 2,32 jam dengan nilai pada hasil optimum biosolar *spent bleaching earth* untuk setiap parameter uji berturut-turut adalah 21,45% rendemen, 2,28 mgKOH/g bilangan asam, 30,52 gI₂/100g bilangan iod, 140,69 mgKOH/g bilangan penyabunan dan 78,07 indeks setana.

5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang proses pembuatan biosolar secara transesterifikasi *in situ* mengenai pengaruh kecepatan pengadukan dan rasio molar pelarut terhadap rendemen dan karakteristik biosolar yang sesuai SNI 7182-2015.

DAFTAR PUSTAKA

- Akbar, M.A. 2012. Optimasi Ekstraksi *Spent Bleaching Earth* dalam *Recovery Sawit*. (Skripsi). Universitas Indonesia. Depok.
- Amang, B., S. Pantjar, dan R. Anas. (1996). *Ekonomi Minyak Goreng di Indonesia*. IPB Press. Jakarta.
- Badan Standarisasi Nasional. 2015. Standar Nasional Indonesia (SNI) 7182-2015 tentang Biodiesel. BSN. Jakarta.
- Bozbas, K. 2005. *Biodiesel as an alternative motor fuel: Production and policies in the European Union*. Renewable and Sustainable Energy Reviews. 1 – 12.
- Canakci, M. dan H. Sanli. 2008. Biodiesel production from various feedstocks and their effects on the fuel properties. *Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology*. 35:431–441.
- Chanrai, N.G. dan S.G. Burde. 2004. *Recovery of Oil from Spent Bleaching Earth*. US Patent No. 6,780,321 B2.
- Darnoko, D. dan M. Cheryan. 2000. Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 77 1263-1267.
- Dewi M.T. dan N. Hidajati. 2012. Peningkatan mutu minyak goreng curah menggunakan absorben bentonit teraktivasi. *Jurnal. Kimia UNESA*, 1(2):47-52.
- Dharsono, W. 2010. Proses Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Metanol dengan Esterifikasi In Situ. (Skripsi). Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.
- Ditjenbun. 2016. *Statistik Perkebunan*. Departemen Pertanian, Direktorat Jendral Perkebunan Indonesia, Jakarta.
- Freedman, B., E.H. Pryde dan 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

- Freedman, B., R.O. Butterfield dan E.H. Pryde. 1986. Transesterification Kinetics of Soybean Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 63:1375-1380.
- Galuh, S.R. 2007. Optimasi Katalis Basa dalam Pembuatan Biodiesel dari Lemak Sapi. (Skripsi). Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta.
- Gates, B. 1991. *Catalytic Chemistry*. USA. John Wiley & Sons.
- 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. *Journal Fuel Processing Technology* 89:503-509.
- Gerpen J.V., B. Shanks, R. Pruszko, D. Clements dan G. Knothe. 2004. *Biodiesel Production Technology*. United State of America: National Renewable Energi Laboratory.
- Gunstone, F. D dan F.B. Padley. 1997. *Lipids Technologies and Applications*. Marcel Dekker. Inc. New York.
- Haas, M.J., K.M. Scott, W.N. Marmer and T.A. Foglia. 2004. In situ Alkaline Transesterification: An Effective Method for the Production of Fatty Acid Esters from Vegetable Oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 81:83-89.
- Hambali, E., S. Mujdalipah, A.H. Tambunan, A.W. Pattiwiri dan R. Hendroko. 2007. *Teknologi Bioenergi*. Agromedia. Jakarta.
- Hawley, G. 1973. *The Condensed Chemical Dictionary*. 10th edition. VNR. New York.
- Helwani, Z. 2009. Solid Heterogenous Catalysts for Transesterification of Triglycerides with Methanol : A Review. *App Catal A*:363:1-10.
- Hendartono, T. 2005. Pemanfaatan Minyak dari Tumbuhan untuk Pembuatan Biodiesel. www.Biodiesel.org. Diakses pada tanggal 16 mei 2018.
- Herawan, T. dan S. Sari. 1997. Sifat Fisika Kimia Apa Jenis Alkil Ester Asam Lemak Sawit dan Kemungkinan Aplikasinya. *Warta PPKS* 5: 131-136.
- Herlina, N. 2002. *Lemak dan Minyak*. Universitas Sumatra Utara. Medan. 8 hlm.
- Indartono, Y.S. 2006. Mengenal Biodisel : Karakteristik, Produksi Hingga Performansi Mesin. *Artikel Iptek* 07:36:15. Jakarta.
- Iriawan, N dan S.P. Astuti. 2006. *Mengolah data Statistik dengan Mudah Menggunakan Minitab 14*. Penerbit Andi. Yogyakarta.

- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis untuk Konversi Energi : Fundamental dan Aplikasi*. Edisi Pertama. Graha Ilmu. Yogyakarta.
- Julia, D. 2007. Kajian pengaruh temperatur dan persen 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.
- 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. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Kartika, I.A., M. Yani, dan D. Hermawan. 2012. Transesterifikasi In Situ Biji Jarak Pagar: Pengaruh Jenis Pereaksi, Kecepatan Pengadukan dan Temperatur Reaksi Terhadap Rendemen dan Kualitas Biodiesel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 21: 24-33.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Ketaren, S. 2005. *Minyak dan Lemak Pangan Edisi I*. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Ketaren, S. 2008. *Minyak dan Lemak Pangan*. Universitas Indonesia Press. Jakarta.
- Ketta M.C. dan J. John. 1988. *Chemical Processing Handbook Vol .* Marcell Dekker. New York. 239 hlm.
- Kheang, L.S., S.F. Cheng, Y.M. Choo dan A.N. Ma. 2006. A study of Residual Oils Recovery from Spent Bleaching Earth: Their characteristics and applications. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 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., E. Gruczynska and B. Kowalski. 2008. Changes in the Acid Value of Butter During Storage at Different Temperatures as Assessed by Standard Methods or by FT-IR Spectroscopy, *Journal of the American Food Technol* 3: 154-163.

- Krisnangkura, K. 1986. A Simple Method for Estimation of Cetane Index of Vegetable Oil Metyl Esters. *Journal of computational science*. 63(4):552-553.
- 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. 2000. Heterogeneous Base Catalysts for Transesterification in Biodiesel Synthesis. *Catalysis Surveys from Asia*. 13, 63-77.
- Leung D.Y.C., X. Wu dan M.K.H. Leung. 2010. A review on biodiesel production using catalyzed transesterification. *Journal App Energy*. 87: 1083-1095.
- Lu, H. dan 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 (2009)
- Ma, F., dan M.A. Hanna,. 1999. Biodiesel Production : A Review, *Journal Series* 12109. Agricultural Research Division Institute of Agriculture and Natural Resources University of Nebraska-Lincoln.
- Maharani, H.N dan Zuliyana. 2010. Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi. (Skripsi). Universitas Diponegoro. Semarang.
- Maria, W.S. 2010. Proses Transesterifikasi *In Situ* Bungkil Wijen (*Seame Cake*) untuk Produksi Biodiesel : Pengaruh Konsentrasi Katalis NaOH dan Suhu. (Skripsi). Universitas Sebelas Maret. Surakarta.
- Nasikin, M. dan B.H. Susanto, 2010. *Katalis Heterogen. Edisi Pertama*. Penerbit Universitas Indonesia. Jakarta.
- Ningtyas, D.P., S.A. Budhiyanti dan L. Sahubawa, 2013. Pengaruh Katalis Basa (NaOH) pada Tahap Reaksi Transesterifikasi Terhadap Kualitas Biofuel dari Minyak Tepung Ikan Sardin. *Jurnal Teknosains*. Jurusan Perikanan Fakultas Pertanian UGM. Hal : 71-158.
- Nurhayati. 2014. *Teknologi Pemrosesan Biodiesel*. Teaching Biomass Technologies. Bandung. 83 hlm.
- 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.

- Panjaitan, F. 2005. Produksi Biodiesel Sawit Secara Sinambang. (Tesis). Sekolah Pascasarjana Universita Sumatra Utara. Medan.
- Pasang, P.M. 2007. Studi Efektivitas Transesterifikasi *In Situ* pada Ampas Kelapa (*Cocos nucifera*) untuk Produksi Biodiesel. (Tesis). Program Studi Teknik Kimia. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Peraturan Pemerintah Republik Indonesia. (2014). *Peraturan Pemerintah (PP) No. 101 tahun 2014 tentang Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun*. Jakarta.
- Perry, R.H. dan D.W. Green. 1984. *Perry's Chemical Engineering Handbook, 6th ed, Mc Graw Hill Book Company. Inc. New York.*
- Prasetyo, G.D. 2014. Pemanfaatan Ampas Segar Kelapa Sawit Menjadi Bahan Bakar Alternatif (Biodiesel) dengan Proses Transesterifikasi *In Situ*. (Laporan Akhir). Politeknik Negeri Sriwijaya. Palembang.
- Prihandana, R., R. Hendroko dan M. Nuramin.. 2006. *Menghasilkan Biodiesel Murah*. Penerbit Agromedia. Bogor.
- 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 dan 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.
- Rahim, A.M.E.N., dan I. Prihatiningtyas. (2015). Pengaruh Katalis Asam dan Basa Terhadap Biodiesel Yang Dihasilkan Pada Proses Trans(Esterifikasi) *In Situ* Biji Karet (*Havea Brasiliensis*). *Jurnal Teknik Kimia*. Universitas Mulawarman. Samarinda.
- Ramadhas, A.S., S. Jayaraj dan C. Muraleedharan. 2005. Biodiesel production from high FFA rubber seed oil. *Fuel* 84 : Hal. 335-340.
- Rohman, A. (2013). *Analisis Komponen Makanan*. Penerbit Graha Ilmu. Yogyakarta. Hal. 98-109.
- Saad, B., C.H. Ling, S.M. Jab, P.B. Lim, M.S.A. Ali, T.W. Wai dan 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.
- Sander, C. dan W. Kabsch. 1983. Dictionary of Protein Secondary Structure: Pattern Recognition of Hydrogen-bonded and Geometrical Features *Biopolymers*. 22:12. 2577–2637.
- Sarastina, P. 2014. Produksi Biodiesel melalui Proses Transesterifikasi Minyak Curah dengan Metode Distilasi Reaktif Berdasarkan Rasio Umpan. (Skripsi). Universitas Diponegoro. Semarang.
- Schuchardt, Shercheli, Ricardo dan R.M. Vargas. 1998. *Transesterification of Vegetable Oils*. Instituto de Quimica. Universidade Estadual de Campinas. Brazil.
- Setyawardhani, D.A., S. Distantina, H. Henfiana, dan A.S. Dewi. 2010. Pembuatan Biodiesel dari Asam Lemak Jenuh Minyak Biji Karet. *Jurnal Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*. Universitas Sebelas Maret Surakarta. ISSN : 1411-4216.
- Sharma, Y.C., B. Sigh dan S.N. Upadhyay. 2008. *Advancements in Development and Characterization of Biodiesel :A Review* : 87: 2355-2373.
- Shiu, P.J., S. Gunawan, W.H. Hsieh, N.S. Kasim dan Y.H. Ju. 2010. Biodiesel Production from Rice Bran by a Two-Step *in situ* process. *Bioresour Technol*. 101:984-989
- Shreve, R.N. 1956. *Chemical engineering series. The Chemical Process Industries*. 2nd eds. New York, Toronto. London.
- Shriver, D.F., P.W. Atkins dan C.H. Langford. 1990. *Inorganic Chemistry*. USA:Oxford University Press
- Soerawidjaja, T.H. 2006. *Minyak-lemak dan produk-produk kimia lain dari kelapa*. Teknik Kimia, Institut Teknologi Bandung.
- Solomon, G., 1992. *Organic Chemistry*. 5th ed, John Wiley Sons, Canada.
- Sufriani, T., 2006. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas Oil*) dengan Proses Transesterifikasi. *Jurnal Ilmiah*. Institute Teknologi Sepuluh November. Surabaya.
- Sundryono, A. 2011. Karakteristik biodiesel dan blending biodiesel dari *oil losses* limbah cair pabrik minyak kelapa sawit. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 20(1):14–19.

- Sulastris. 2011. Uji Sifat Fisiko-Kimia dan Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Mahoni (*Swietenia mahagoni (L.) Jacq.*) (Tesis). Universitas Indonesia. Depok.
- Supeno, M. 2007. Bentonit Alam Terpilas Sebagai Material Katalis/ Co-Katalis Pembuatan Gas Hidrogen dan Oksigen dari Air. (Disertasi). Universitas Sumatera Utara. Medan.
- 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
- 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*. ITP. Bogor.
- Susila. 2008. Pembuatan Metil Ester Asam Lemak dari CPO Off Grade dengan metode Esterifikasi-Transesterifikasi. Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya.
- 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
- Sutapa, I.W. 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.
- Tan, K.H. 1993. *Principle of Soil Chemistry*. Marcel Dekker Inc. New York.
- Taylor, D.R. dan D.B. Jenkins. 1999. Factors Affecting the Pyrophoristy of Spent Bleaching Clay. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 67:678.
- 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.
- Utami, S.W. 2010. Kajian Proses Produksi Biodiesel Melalui Transesterifikasi *In Situ* Biji Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L.*) pada Berbagai Kondisi Operasi. (Skripsi). IPB. Bogor.
- Wahyudi, M.Y. 2000. Studi Penggunaan kembali *Bleaching Earth* Bekas sebagai Adsorben dalam Proses Refining CPO. (Tesis). IPB. Bandung.

- Wijaya, V.W. (2017). Efek Suhu dan Konsentrasi Katalis dalam Proses Transesterifikasi *In Situ* Terhadap Produksi Biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* (SBE). (Skripsi). Universitas Lampung. Lampung.
- 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: John Wiley and Sons. Pages 39-69
- Zuhdi, M.F.A. 2002. Aplikasi Penggunaan Waste Methyl Ester pada High Speed Marine Diesel Engine. Seminar Nasional Teori Aplikasi Teknologi Kelautan FTK ITS: Surabaya.