

**PENGARUH SUHU DAN WAKTU REAKSI SERTA RASIO METANOL
PADA PRODUKSI CRUDE BIODIESEL DARI *SPENT BLEACHING
EARTH* (SBE) SECARA TRANSESTERIFIKASI *IN SITU***

(Skripsi)

Oleh

AULIA WULANDA



**FAKULTAS PERTANIAN
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRACT

EFFECT OF TEMPERATURE AND REACTION TIME AND METHANOL RATIO ON THE PRODUCTION OF CRUDE BIODIESEL FROM SPENT BLEACHING EARTH (SBE) BY IN SITU TRANSESTERIFICATION

By

AULIA WULANDA

The bleaching process for crude palm oil (CPO) usually uses bleaching earth. This process will produce Spent Bleaching Earth (SBE). SBE still contains 30-40% palm oil which has the potential to be reprocessed into biodiesel fuel. The method that can be used to produce biodiesel is in situ transesterification. This study aimed to obtain the optimum conditions of reaction temperature, reaction time, and methanol ratio to obtain good quality biodiesel. This study used the RSM method with a Central Composite Design, the independent variables used were reaction temperature $38\pm 1^{\circ}\text{C}$; $45\pm 1^{\circ}\text{C}$; $55\pm 1^{\circ}\text{C}$; $65\pm 1^{\circ}\text{C}$; $72\pm 1^{\circ}\text{C}$, reaction time 70 minutes; 90 minutes; 120 minutes; 150 minutes; 170 minutes, and the ratio of methanol volume to SBE 5.3:1; 6:1; 7:1; 8:1; 8.7:1 (v/b). The results showed that the best treatment combination was the reaction temperature of 61°C , reaction time of 108 minutes, with a ratio of methanol to SBE of 7:1 which produced a biodiesel yield of 15,0904%, with biodiesel characteristics: water content 3,5947%, acid number 2,3623 mgKOH/g, saponification number 129,3755 mgKOH/g, iodine number 42,5898 gI₂/100g, and cetane index 78,8442.

Keywords: spent bleaching earth (SBE), in situ transesterification, biodiesel

ABSTRAK

PENGARUH SUHU DAN WAKTU REAKSI SERTA RASIO METANOL PADA PRODUKSI CRUDE BIODIESEL DARI *SPENT BLEACHING EARTH* (SBE) SECARA TRANSESTERIFIKASI *IN SITU*

Oleh

AULIA WULANDA

Proses pemucatan warna pada minyak sawit mentah (CPO) biasanya menggunakan tanah pemucat (bleaching earth). Proses ini akan menghasilkan tanah pemucat bekas (SBE). SBE masih mengandung minyak sawit sebesar 30-40% yang sangat berpotensi untuk diolah kembali menjadi bahan bakar biodiesel. Metode yang dapat digunakan untuk memproduksi biodiesel adalah transesterifikasi in situ. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan kondisi optimum suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol untuk mendapatkan biodiesel dengan kualitas yang baik. Penelitian ini menggunakan metode RSM dengan rancangan Central Composite Desain, variabel bebas yang digunakan yaitu, suhu reaksi $38\pm 1^{\circ}\text{C}$; $45\pm 1^{\circ}\text{C}$; $55\pm 1^{\circ}\text{C}$; $65\pm 1^{\circ}\text{C}$; $72\pm 1^{\circ}\text{C}$, waktu reaksi 70 menit; 90 menit; 120 menit; 150 menit; 170 menit, dan nisbah volume metanol terhadap SBE 5,3:1; 6:1; 7:1; 8:1; 8,7:1 (v/b). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kombinasi perlakuan terbaik adalah suhu reaksi 61°C , waktu reaksi 108 menit, dengan rasio metanol terhadap SBE 7:1 yang menghasilkan rendemen biodiesel sebesar 15,0904%, dengan karakteristik biodiesel : kadar air 3,5947%, bilangan asam 2,3623 mgKOH/g, bilangan penyabunan 129,3755 mgKOH/g, bilangan iod 42,5898 gI₂/100g, dan indeks setana 78,8442.

Kata kunci : Tanah pemucat bekas (SBE), transesterifikasi in situ, biodiesel

**PENGARUH SUHU DAN WAKTU REAKSI SERTA RASIO METANOL
PADA PRODUKSI CRUDE BIODIESEL DARI *SPENT BLEACHING
EARTH* (SBE) SECARA TRANSESTERIFIKASI *IN SITU***

Oleh

AULIA WULANDA

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
2022**

Judul Skripsi : **PENGARUH SUHU DAN WAKTU REAKSI
SERTA RASIO METANOL PADA
PRODUKSI CRUDE BIODIESEL DARI
SPENT BLEACHING EARTH (SBE) SECARA
TRANSESTERIFIKASI *IN SITU***

Nama : **Aulia Wulanda**

Nomor Pokok Mahasiswa : 1814051056

Program Studi : Teknologi Hasil Pertanian

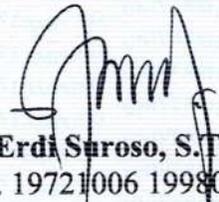
Fakultas : Pertanian




Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si.
NIP. 19640326 198902 1 001


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

2. Ketua Jurusan Teknologi Hasil Pertanian


Dr. Erdi Suroso, S.T.P., M.T.A.
NIP. 19721006 199803 1 005

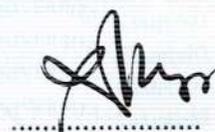
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

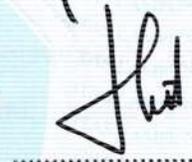
Ketua : Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si.



Sekretaris : Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc.



Penguji
Bukan Pembimbing : Dr. Sri Hidayati, S.T.P., M.P.



2. Dekan Fakultas Pertanian



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

NIP. 19611020 198603 1 002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 15 November 2022

PERNYATAAN KEASLIAN HASIL KARYA

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Aulia Wulanda

NPM : 1814051056

Dengan ini menyatakan bahwa apa yang tertulis dalam karya ilmiah ini adalah hasil kerja saya sendiri yang berdasarkan 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.

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

Bandar Lampung, 15 November 2022

Pembuat pernyataan



Aulia Wulanda

NPM. 1814051056

RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Gisting pada tanggal 30 Oktober 2000 sebagai anak ke tiga dari tiga bersaudara dari pasangan Bapak Idwar Rupaidi dan Ibu Almawati. Penulis mengawali pendidikan sekolah dasar di SD Negeri 1 Kutadalom yang selesai pada tahun 2012. Kemudian, penulis melanjutkan pendidikan sekolah menengah pertama di MTs Negeri 2 Tanggamus yang selesai pada tahun 2015. Pada tahun yang sama, penulis melanjutkan pendidikan menengah atas di MAN 1 Pringsewu dan lulus pada tahun 2018.

Pada tahun 2018, penulis diterima sebagai mahasiswa di Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN). Penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) Mandiri pada bulan Februari sampai Maret 2021 di Desa Banjar Negeri, Kecamatan Gunung Alip, Kabupaten Tanggamus. Penulis melaksanakan Praktik Umum (PU) di UMKM Robbani Snack, Pringsewu Lampung dan menyelesaikan laporan PU dengan judul “Proses Produksi dan Pengemasan Klanting Getuk di UMKM Robbani Snack Pringsewu Lampung”.

Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif di Unit Kegiatan Mahasiswa Forum Studi Islam (FOSI) Fakultas Pertanian dan menjabat sebagai anggota bidang Kaderisasi pada tahun 2018/2019 dan menjabat sebagai sekretaris bidang Kaderisasi pada tahun 2019/2020. Pada tahun 2019, penulis menjadi wakil ketua pelaksana Penyambutan Mahasiswa Baru Fakultas (PMBF) pada UKM FOSI Fakultas Pertanian. Pada tahun yang sama, penulis juga berpartisipasi sebagai panitia khusus (Pansus) pada pemilihan raya Universitas Lampung.

SANWACANA

Bismillahirrahmanirrahim...

Alhamdulillah rabbil'alamin, segala puji dan syukur penulis panjatkan atas semua limpahan rahmat, kemudahan, kesehatan, kemampuan, pengetahuan, dan keberkahan serta ridha dari Allah SWT., sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul “Pengaruh Suhu dan Waktu Reaksi serta Rasio Metanol pada Produksi Crude Biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* (SBE) secara Transesterifikasi *In Situ*”. Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari keterlibatan berbagai pihak, jadi pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Ir. Irwan Sukri Banuwa, M.Si., selaku Dekan Fakultas Pertanian Universitas Lampung.
2. Bapak Dr. Erdi Suroso, S.T.P., M.T.A., selaku Ketua Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Lampung.
3. Bapak Ir. Ribut Sugiharto, M.Sc., selaku dosen pembimbing akademik dan dosen pembimbing skripsi yang telah memberikan banyak bantuan, arahan, saran, masukan dan motivasi selama perkuliahan, pelaksanaan dan penyelesaian skripsi ini.
4. Bapak Prof. Dr. Ir. Murhadi, M.Si., selaku dosen pembimbing pertama atas semua bantuan, nasihat, saran dan masukan, serta motivasi yang telah diberikan selama penyusunan skripsi.
5. Ibu Dr. Sri Hidayati, S. T. P., M.P., selaku dosen pembahas, terimakasih untuk semua saran dan masukan serta nasihat yang telah diberikan sehingga skripsi ini dapat lebih baik.

6. Bapak dan Ibu dosen pengajar atas ilmu yang diberikan selama diperkuliahan, staff administrasi serta pranata Laboratorium THP atas bantuannya selama penulis melaksanakan penelitian dan perkuliahan.
7. Ayah, ibu, uwo, dan odo yang selalu memberikan dukungan dan nasihat terbaik, serta do'a yang tidak terputus sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dan perkuliahan ini dengan baik.
8. Teman sambat ku Fika, Inay, Dara, Monic, dan Novi terimakasih sudah mendengarkan keluh kesah, membantu dan mendukung serta memberikan motivasi untuk tetap semangat menyelesaikan perkuliahan dan penelitian.
9. Sahabat syurga dan teman-teman Kabinet Progresif Inspiratif FOSI Fakultas Pertanian periode 2020, yang sudah memberikan banyak pembelajaran, ilmu baru, dan pengalaman yang dapat menjadi bekal untuk penulis, serta kenangan indah semasa perkuliahan dan berorganisasi.
10. Tim penelitian SBE Fika, Jeki, dan Nurhan yang sudah banyak memberikan bantuan, saling bertukar keluh kesah, saling memotivasi untuk tetap semangat menyelesaikan penelitian dan skripsi.
11. Teman-teman kelas THP B dan keluarga THP angkatan 2018 yang sudah memberikan bantuan dan dukungan kepada penulis dalam menyelesaikan perkuliahan dan skripsi.
12. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan perkuliahan dan skripsi ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak kekurangan dan membutuhkan banyak perbaikan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun sebagai bahan perbaikan untuk penulisan selanjutnya. Semoga tulisan ini dapat bermanfaat untuk kita semua *Aamiin yarabbal 'alamin...*

Bandar Lampung, 15 November 2022
Penulis,

Aulia Wulanda

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xiv
I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang dan Masalah.....	1
1.2. Tujuan	3
1.3. Kerangka Pemikiran.....	4
1.4. Hipotesis	7
II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Spent Bleaching Earth (SBE).....	8
2.3. Transesterifikasi <i>in situ</i>	11
2.4. Suhu Reaksi	13
2.5. Waktu Reaksi	13
III. BAHAN DAN METODE	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	15
3.2. Bahan dan Alat Penelitian.....	15
3.3. Metode Penelitian	15
3.4. Prosedur Penelitian	18
3.4.1. Penelitian pendahuluan.....	18
3.4.2. Proses esterifikasi <i>in situ</i>	21
3.4.3. Proses transesterifikasi <i>in situ</i>	21
3.5. Variabel Pengamatan	24
3.5.1. Penentuan rendemen biodiesel.....	24
3.5.2. Penentuan bilangan asam.....	24
3.5.3. Penentuan bilangan iod.....	24
3.5.4. Penentuan bilangan penyabunan.....	25
3.5.5. Penentuan indeks setana	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1. Penelitian Pendahuluan	27
4.2. Penelitian Utama	29
4.2.1. Rendemen biodiesel.....	31
4.2.2. Kadar air biodiesel	35
4.2.3. Bilangan asam biodiesel	40
4.2.4. Bilangan penyabunan biodiesel	45
4.2.5. Bilangan iod biodiesel.....	49

4.2.6. Indeks setana biodiesel	54
4.2.7. Optimasi RSM pada produksi biodiesel	58

V. KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan	60
5.2. Saran	60

DAFTAR PUSTAKA	61
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN.....	67
----------------------	-----------

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Syarat Mutu Biodiesel berdasarkan SNI 7182:2015	10
2. Hasil Desain <i>Respon Surface</i>	16
3. Faktor, Variabel, dan Taraf Variabel RSM secara Faktorial 2^3	17
4. Desain Percobaan 2^3 Faktorial dengan 3 Variabel Bebas	18
5. Karakteristik <i>Spent Bleaching Earth</i> (SBE).....	27
6. Hasil analisis variabel kadar air, rendemen, bilangan asam, bilangan iod, bilangan penyabunan, dan indeks setana	30
7. Hasil analisis <i>Full Quadratic Response Surface</i> rendemen biodiesel.	31
8. Hasil analisis kadar biodiesel pada <i>deoiled bleaching earth</i> (DBE)...	35
9. Hasil analisis <i>Full Quadratic Response Surface</i> kadar air biodiesel ..	36
10. Hasil analisis <i>Full Quadratic Response Surface</i> bilangan asam	40
11. Hasil analisis <i>Full Quadratic Response Surface</i> bilangan penyabunan biodiesel	45
12. Hasil analisis <i>Full Quadratic Response Surface</i> bilangan iod biodiesel	50
13. Hasil analisis <i>Full Quadratic Response Surface</i> indeks setana biodiesel	54

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Reaksi transesterifikasi	11
2. Diagram alir proses pembuatan biodiesel secara esterifikasi <i>in situ</i> ..	21
3. Diagram alir proses transesterifikasi <i>in situ</i> pembuatan biodiesel	23
4. Kontur respon rendemen sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	33
5. Respons permukaan rendemen sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	33
6. Prediksi pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol terhadap rendemen	34
7. Kontur respons kadar air sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	37
8. Respons permukaan kadar air sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	38
9. Prediksi pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol terhadap kadar air	38
10. Kontur respons bilangan asam sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	42
11. Respons permukaan bilangan asam sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	42
12. Prediksi pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol terhadap bilangan asam	43
13. Kontur respons bilangan penyabunan sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	47

14. Respons permukaan bilangan penyabunan sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	47
15. Prediksi pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol terhadap bilangan penyabunan.....	48
16. Kontur respons bilangan iod sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi...	51
17. Respons permukaan bilangan iod sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	52
18. Prediksi pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol terhadap bilangan iod.....	52
19. Kontur respons indeks setana sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	56
20. Respons permukaan indeks setana sebagai fungsi dari waktu reaksi dan rasio metanol pada produksi biodiesel secara transesterifikasi <i>in situ</i>	56
21. Prediksi pengaruh suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio metanol terhadap indeks setana	57
22. Optimasi RSM pada produksi biodiesel dari SBE secara transesterifikasi <i>in situ</i>	59
23. Karakterisasi kadar minyak, kadar abu, kadar air, dan kadar ALB pada SBE.....	68
24. Proses transesterifikasi <i>in situ</i>	68
25. Proses filtrasi hasil transesterifikasi <i>in situ</i>	68
26. Proses destilasi metanol hasil transesterifikasi <i>in situ</i>	68
27. Proses pemisahan dan pencucian metil ester	68
28. Pengeringan biodiesel	69
29. Hasil biodiesel.....	69
30. Proses pemanasan uji bilangan asam	69
31. Proses titrasi uji bilangan asam	69
32. Hasil uji bilangan asam	69
33. Proses pemanasan uji bilangan penyabunan	69
34. Sampel uji bil. penyabunan sebelum ditetesi indikator PP.....	70
35. Sampel uji bil. penyabunan setelah ditetesi indikator PP	70
36. Hasil titrasi uji bilangan penyabunan.....	70

37. Pendiaman sampel uji iod selama 30 menit	70
38. Sampel uji bil. Iod sebelum dititrasi	70
39. Sampel uji bil. Iod setelah dititrasi.....	70

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang dan Masalah

Crude Palm Oil merupakan minyak kelapa sawit mentah yang belum mengalami proses pemurnian, yang diperoleh dari hasil ekstraksi atau pengempaan daging buah kelapa sawit. *Crude palm oil* (CPO) dikenal kaya akan zat warna yang terdapat secara alamiah di dalam kelapa sawit, seperti α -karoten, β -karoten, xanthopil, kloropil dan antosianin. Zat-zat warna tersebut menyebabkan minyak yang dihasilkan memiliki warna yang kurang disukai dalam dunia perdagangan, sehingga diperlukan suatu proses agar minyak dapat memiliki kualitas yang lebih baik. *Crude Palm Oil* (CPO) atau minyak sawit mentah diolah menjadi minyak goreng, melalui beberapa tahapan proses yaitu penghilangan gum/getah (*degumming*), proses penghilangan asam lemak bebas (netralisasi), proses pemucatan warna (*bleaching*), dan proses penghilangan bau (deodorisasi) (Jonathan, 2016).

Proses pemucatan warna atau *bleaching* merupakan salah satu proses yang sangat penting untuk membantu memperbaiki kualitas warna pada minyak, sehingga minyak dapat diterima oleh masyarakat. Proses ini biasanya dilakukan dengan menambahkan tanah pemucat (*bleaching earth*) pada minyak sawit mentah. *Bleaching earth* merupakan bahan aktif yang digunakan untuk menghilangkan atau menyerap pigmen warna dan bahan pengotor sisa dari proses sebelumnya yang terdapat di dalam CPO, sehingga akan dihasilkan minyak dengan karakteristik yang lebih disukai oleh masyarakat. Di industri minyak, pemucatan atau penjernihan minyak biasanya menggunakan beberapa jenis bahan pemucat, seperti bentonit, *activated clay* dan arang aktif. *Bleaching earth* yang

digunakan dalam proses pemucatan CPO sebesar 0,5% hingga 2,0% dari massa CPO (Wahyudi, 2000).

Proses pemucatan warna CPO dengan menggunakan tanah pemucat akan menghasilkan tanah pemucat bekas atau yang dikenal dengan *Spent Bleaching Earth* (SBE). SBE ini tidak dapat digunakan kembali pada proses pemucatan CPO, sehingga pada akhirnya SBE hanya menjadi limbah yang biasanya pada industri minyak SBE ditimbun pada suatu lahan. Peningkatan jumlah produksi minyak goreng akan mengakibatkan meningkatnya jumlah limbah SBE. Limbah SBE masih mengandung residu minyak dan asam lemak bebas yang cukup tinggi yang sangat berpotensi sebagai pencemar lingkungan. Oleh karena itu, diperlukan pengelolaan limbah SBE untuk mengurangi pencemaran pada lingkungan seperti menjadikan limbah tersebut sebagai pupuk, mengurangi kandungan minyaknya, dan memanfaatkan limbah sebagai bahan baku dalam pembuatan bahan bakar (Abdullah *et al.*, 2017; Suwanno *et al.*, 2017).

Spent Bleaching Earth merupakan adsorben bekas pakai dari *bleaching earth* yang seluruh pori-porinya sudah terisi oleh bahan pengotor. Menurut Yusnimar *et al.* (2012) limbah SBE masih mengandung minyak sawit yang cukup tinggi yaitu sebesar 20-30%. Tingginya kandungan minyak dalam SBE ini sangat berpotensi untuk dikelola kembali, salah satunya menjadi bahan bakar biodiesel. Biodiesel merupakan salah satu bahan bakar alternatif terbarukan yang dapat menggantikan bahan bakar fosil. Biodiesel merupakan campuran dari metil ester asam lemak rantai panjang yang dapat diolah dari minyak yang berasal dari bahan hayati seperti minyak nabati dan lemak hewani. Terdapat berbagai macam tumbuhan yang berpotensi untuk dijadikan bahan baku biodiesel antara lain kelapa sawit, jarak pagar, biji kapuk, dan lainnya (Darmawan dan Wayan, 2013).

Menurut Jiuxu (2013) biodiesel merupakan bahan bakar yang diperoleh dari proses konversi trigliserida (CPO) menjadi metil ester dengan bantuan katalis basa/asam melalui reaksi transesterifikasi. Pada umumnya, proses produksi biodiesel menggunakan dua tahap, pertama ekstraksi minyak dari kelapa sawit

dan kemudian transesterifikasi minyak menjadi biodiesel. Dua tahap proses ini kurang efektif dan efisien dikarenakan dilakukan secara terpisah dan diskontinyu yang akan memakan energi, waktu dan biaya yang cukup tinggi. Oleh karena itu, diperlukan sebuah tahapan atau proses alternatif untuk mengatasi hal tersebut, seperti dengan menggunakan cara transesterifikasi *in situ*. Transesterifikasi *in situ* merupakan proses produksi biodiesel dengan cara menyatukan proses ekstraksi dengan proses esterifikasi atau transesterifikasi, sehingga cara ini lebih efisien dan efektif dibandingkan dengan cara transesterifikasi konvensional (El-Enin *et al.*, 2013).

Proses produksi biodiesel dengan transesterifikasi *in situ* dipengaruhi oleh dua faktor yang dapat mempengaruhi hasil akhir dari biodiesel. Pertama, faktor internal yang meliputi kandungan air dan kandungan asam lemak bebas. Kedua, faktor eksternal yang terdiri dari kecepatan dalam pengadukan, suhu reaksi, waktu reaksi, jenis dan konsentrasi katalis, dan rasio pelarut terhadap minyak (Pramitha *et al.*, 2016). Hasil penelitian sebelumnya, menyatakan bahwa semakin tinggi suhu dan semakin lama waktu reaksi akan menghasilkan rendemen biodiesel yang semakin tinggi dan kualitas biodiesel yang semakin baik (Sinaga *et al.*, 2013). Perbandingan rasio molar juga akan berpengaruh terhadap kualitas biodiesel yang dihasilkan, semakin tinggi rasio molar yang diberikan maka akan semakin tinggi pula rendemen biodiesel yang dihasilkan (Desiyana *et al.*, 2014). Namun, dari penelitian-penelitian tersebut belum ada penelitian yang menyatakan besarnya suhu, waktu, dan rasio pelarut yang dapat mengoptimalkan kualitas biodiesel yang dihasilkan. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan besarnya suhu dan waktu reaksi, serta rasio pelarut (metanol) yang optimal dalam proses produksi biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* (SBE) secara transesterifikasi *in situ*.

1.2. Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh suhu dan waktu reaksi serta rasio pelarut (metanol) pada

proses produksi crude biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* secara transesterifikasi *in situ*.

2. Mendapatkan kondisi optimum suhu dan waktu reaksi serta rasio pelarut (metanol) pada proses produksi crude biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* untuk menghasilkan crude biodiesel dengan kualitas yang baik.

1.3. Kerangka Pemikiran

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang berbahan baku sumber hayati baik hewani maupun nabati, sehingga dapat diperbaharui dan lebih ramah lingkungan. Biodiesel memiliki kandungan sulfur yang lebih rendah dan emisi yang ditimbulkan lebih baik dibandingkan dengan solar yang terbuat dari minyak bumi. Selain itu, di Indonesia bahan baku biodiesel (sumber hayati) sangat melimpah, sehingga bahan bakar biodiesel ini sangat berpotensi untuk menggantikan minyak bumi di Indonesia. Biodiesel terdiri dari monoalkil ester dari rantai panjang asam lemak yang diproduksi secara esterifikasi/transesterifikasi dengan bantuan katalis asam atau basa. Proses transesterifikasi adalah proses yang paling umum digunakan, pada proses ini trigliserida direaksikan dengan metanol dengan menggunakan bantuan katalis, sehingga dihasilkan metil ester. Pada proses transesterifikasi dengan katalis basa, minyak yang akan diolah menjadi biodiesel harus memiliki asam lemak bebas (ALB) yang rendah (tidak lebih dari 2%), dikarenakan jika ALB melebihi 2% maka akan terbentuk sabun yang dapat menghambat pemisahan ester dari gliserin. Jika ALB yang terkandung pada minyak lebih dari 2% maka terlebih dahulu harus dilakukan proses esterifikasi dengan mereaksikan ALB dengan metanol dan katalis asam untuk mengurangi kadar ALB tersebut, kemudian dilakukan proses transesterifikasi dengan katalis basa untuk mendapatkan biodiesel (Niawanti, 2019).

Penelitian yang dilakukan oleh Wijaya (2017) tentang produksi biodiesel secara transesterifikasi *in situ* dari *Spent Bleaching Earth* (SBE), diperoleh hasil terbaik pada perlakuan konsentrasi katalis NaOH 3,5% (b/b) dan suhu reaksi sebesar 65°C. Penelitian ini menghasilkan rendemen biodiesel yang cukup tinggi yaitu

sebesar 53,11%, dengan karakteristik bilangan asam 1,49 mg KOH/gram, bilangan penyabunan 194,48 mg KOH/gram, bilangan iod 28,68 gI₂/100g, dan bilangan setana sebesar 67,98. Penelitian Suryani *et al.* (2014) tentang pembuatan biodiesel dari residu minyak dalam SBE secara *in situ*, diperoleh hasil terbaik rasio metanol:heksana:SBE sebesar 6:0:1 pada suhu 65°C dengan waktu 1 jam dan kecepatan pengadukan 650 rpm. Hasil dari penelitian ini adalah rendemen biodiesel sebesar 90,17%, densitas 0,85 mg/mL, viskositas 6cSt, bilangan asam 0,77 KOH/g, bilangan penyabunan 287,59 mg KOH/g, gliserol total 0,21%, dan kadar ester alkil 99,76%. Penelitian yang dilakukan oleh Cholik (2018) tentang penerapan metode RSM untuk mengevaluasi proses produksi biodiesel dari SBE secara transesterifikasi *in situ*, dari penelitian ini diperoleh hasil terbaik pada suhu pemanasan sebesar 64,33°C, konsentrasi katalis NaOH sebesar 2,39%, dan waktu pemanasan 2,32 jam. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai R² 88,13%, *lack of fit* 0,278, rendemen sebesar 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.

Suhu merupakan salah satu faktor yang sangat berpengaruh dalam proses terbentuknya biodiesel, suhu akan menentukan besar kecilnya jumlah rendemen yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu akan menghasilkan biodiesel dengan rendemen yang tinggi dan kualitas biodiesel yang baik. Namun, suhu yang digunakan dalam proses ini maksimal 65°C atau tidak melebihi titik didih pelarut (metanol), jika suhu reaksi melebihi titik didih metanol akan menyebabkan adanya penurunan konversi biodiesel yang mengakibatkan menguapnya sebagian metanol saat reaksi dan warna produk akan menjadi gelap (Poltack, 2013). Waktu reaksi juga dapat berpengaruh pada hasil akhir biodiesel, semakin lama waktu reaksi maka rendemen yang dihasilkan akan semakin tinggi dikarenakan pada waktu yang lama molekul-molekul antar reaktan akan semakin lama bertumbukan. Namun, jika reaksi dilakukan pada waktu yang lebih lama juga akan mengakibatkan terjadinya reaksi balik dan penurunan rendemen biodiesel (Supardan *et al.*, 2014). Selain itu, rasio metanol juga sangat berpengaruh, dikarenakan pada reaksi transesterifikasi metanol berfungsi sebagai pereaksi

sehingga dengan rasio yang tinggi dapat mendorong reaksi ke arah produk dan menurunkan titik nyala dari produk (Duma, 2013).

Penelitian Daryono (2013) tentang pembuatan biodiesel dari minyak biji pepaya dengan transesterifikasi *in situ* menggunakan katalis NaOH 2%, diperoleh perlakuan terbaik pada waktu reaksi 120 menit, suhu 60°C, kecepatan pengadukan 600 rpm, volume metanol 400 mL, rendemen yang dihasilkan sebesar 77,68%. Muji *et al.* (2019) juga telah melakukan penelitian pembuatan biodiesel dari ampas kelapa, dari penelitian tersebut didapatkan hasil terbaik pada perbandingan rasio metanol terhadap ampas kelapa sebesar 12:5:1 (v/b), *yield* biodiesel yang diperoleh sebesar 96,43%. Penelitian pembuatan biodiesel dari biji kemiri secara *in situ* yang dilakukan oleh Mahlinda *et al.*, 2016, rendemen biodiesel tertinggi diperoleh pada perlakuan suhu reaksi 65°C, waktu reaksi 80 menit, jumlah katalis 4%, dan rasio metanol terhadap biji 40:1. Rendemen yang didapatkan sebesar 57,85% dengan hasil pengujian sifat densitas dan viskositas telah sesuai dengan SNI 7182:2012. Adanya peningkatan suhu akan berpengaruh pada meningkatnya energi kinetik reaktan untuk mengatasi energi penghalang (energi aktivasi), sehingga tumbukan antara trigliserida dengan pelarut (metanol) akan lebih efektif dan produk akan lebih cepat terbentuk (Mahlinda *et al.*, 2016).

Penelitian-penelitian tersebut belum mendapatkan kondisi optimum untuk suhu, waktu reaksi, dan juga rasio pelarut (metanol) dalam pembuatan biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* (SBE) secara transesterifikasi *in situ*. Namun, penelitian-penelitian tersebut dapat dijadikan sebagai acuan dalam melakukan penelitian ini, sehingga diharapkan melalui penelitian ini dapat diketahui suhu dan waktu reaksi serta rasio pelarut (metanol) yang optimal untuk mendapatkan rendemen biodiesel yang tinggi dan kualitas biodiesel yang baik sesuai dengan standar SNI 7182:2015.

1.4. Hipotesis

Adapun hipotesis yang diajukan dalam penelitian ini adalah :

1. Terdapat pengaruh suhu dan waktu reaksi serta rasio pelarut (metanol) pada proses produksi crude biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* secara transesterifikasi *in situ*.
2. Terdapat kondisi optimum suhu dan waktu reaksi serta rasio pelarut (metanol) pada proses produksi crude biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* untuk menghasilkan crude biodiesel dengan kualitas yang baik.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Spent Bleaching Earth* (SBE)

Spent Bleaching Earth (SBE) merupakan limbah padat yang dihasilkan dari proses pemurnian minyak goreng yang terdiri dari campuran antara minyak dengan tanah pemucat (*bleaching earth*) yang memiliki sifat mudah terbakar. Tanah pemucat atau *bleaching earth* yang digunakan merupakan tanah lempung yang komposisi utamanya terdiri dari SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , dan MgO . Tanah pemucat dibuat dari bahan dasar bentonit yang mengandung mineral montmorillonit cukup banyak yaitu sekitar 85% dan fragmen sisanya terdiri dari campuran mineral kuarsa, gipsum, kolinit, dan lain-lain. *Bleaching earth* (BE) yang biasa digunakan dalam proses pemucatan CPO memiliki konsentrasi sekitar 1-2% (b/b) minyak (Supeno, 2007).

Proses pemurnian minyak kasar yang terdiri dari proses penghilangan gum dan pemucatan akan menghasilkan limbah SBE yang cukup banyak. Limbah SBE dari industri minyak goreng biasanya dibuang langsung ke lingkungan tanpa dilakukan pengolahan terlebih dahulu, padahal dalam limbah tersebut masih mengandung minyak dan beberapa komponen yang dapat mencemari lingkungan. Limbah *Spent Bleaching Earth* hasil pemurnian CPO masih mengandung senyawa trigliserida yang cukup besar dan beberapa komponen organik seperti digliserida, asam lemak bebas, protein, zat warna alami, wax, dan komponen asam fosfat. *Spent Bleaching Earth* yang telah digunakan dalam proses pemurnian CPO lama kelamaan akan terdeaktivasi karena permukaannya yang telah terisi oleh bahan-bahan pengotor seperti fosfatida, gum, logam, asam lemak, serta zat warna pada CPO sehingga tidak dapat digunakan kembali. Senyawa-senyawa

tersebut dapat terurai saat SBE bereaksi dengan air, sehingga menimbulkan bau busuk yang mengganggu lingkungan (Wahyudi, 2000).

2.2. Biodiesel

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif mesin diesel yang sangat menjanjikan yang terbuat dari bahan-bahan yang berasal dari alam (hayati) baik nabati atau hewani, sehingga dapat terbaharukan. Bahan baku biodiesel yang paling umum berasal dari minyak nabati berbagai tanaman seperti karet, biji kapas, kedelai, kelapa, bunga matahari, kanola, dan biji jarak, atau dapat juga terbuat dari lemak hewan dan limbah minyak goreng. Minyak nabati mengandung trigliserida yang sangat banyak yakni sekitar 90-98%, sedangkan monogliserida dan digliserida hanya dalam jumlah yang kecil. Trigliserida ialah ester dari tiga asam lemak rantai panjang yang terikat pada satu gugus gliserol. Asam lemak yang terdapat pada minyak nabati ada lima jenis yaitu asam stearat, asam palmitat, asam oleat, asam linoleat, dan asam linolenat (Nurfadillah, 2011).

Biodiesel terdiri dari campuran *monoalkyl* ester yang berasal dari rantai panjang asam lemak, yang dihasilkan dari proses transesterifikasi trigliserida dengan alkohol menggunakan bantuan katalis basa. Produksi biodiesel biasanya menggunakan alkohol jenis metanol atau etanol, sedangkan katalis yang digunakan adalah NaOH, KOH, atau senyawa basa lainnya. Kandungan FFA (*Free Fatty Acid*) dalam minyak merupakan salah satu faktor yang harus diperhatikan dalam produksi biodiesel. Pada reaksi transesterifikasi, FFA yang tinggi atau lebih dari 3% akan bereaksi dengan katalis basa sehingga terbentuk sabun, selain itu kelebihan pada FFA ini juga dapat mengurangi yield yang diperoleh dan meningkatkan kesulitan dalam pemisahan produk. Oleh karena itu, harus dilakukan proses esterifikasi asam terlebih dahulu untuk mengurangi kadar FFA, kemudian dilakukan proses transesterifikasi basa untuk menghasilkan biodiesel (Chai, 2014).

Menurut Natasya (2008) biodiesel disebut sebagai bahan bakar alternatif karena memiliki beberapa kelebihan, diantaranya :

1. Biodiesel merupakan bahan bakar yang sangat ramah lingkungan karena tidak mengandung halogen, sulfur bebas, dan kadar abu yang rendah.
2. Biodiesel bersifat biodegradable, sehingga mudah terurai oleh lingkungan.
3. Biodiesel memiliki bilangan setana yang tinggi lebih dari 60, sehingga efisiensi pembakarannya lebih baik.
4. Biodiesel merupakan energi yang dapat diperbaharui, karena bahan baku pembuatannya adalah minyak yang berasal dari sumber hayati.
5. Biodiesel memberikan efek pelumasan yang lebih baik dibandingkan dengan minyak diesel konvensional, penambahan biodiesel sebanyak 1% dapat meningkatkan pelumasan hingga 30%.

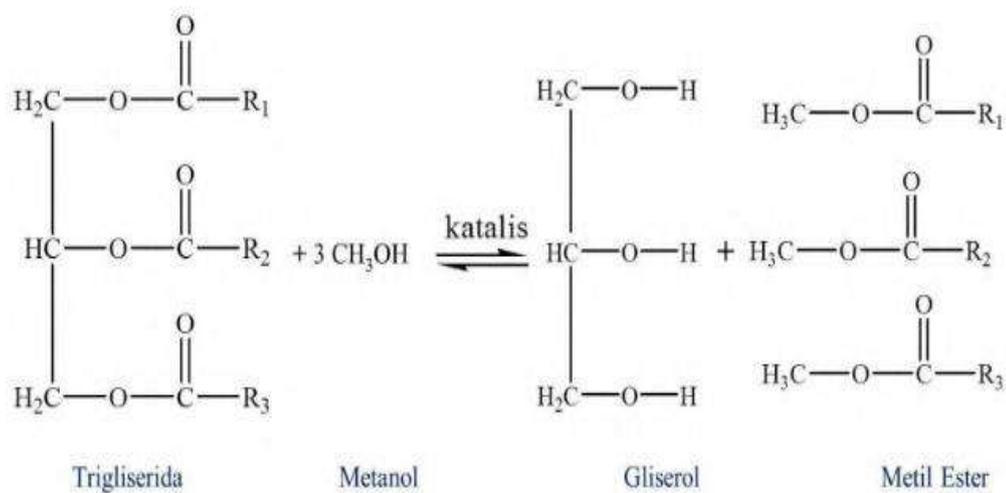
Berdasarkan Badan Standarisasi Nasional (BSN) tahun 2015, Standar Nasional Indonesia (SNI) syarat mutu biodiesel disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Syarat mutu biodiesel berdasarkan 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)		nomor 1
7.	Residu karbon		
	- dalam percontoh asli; atau	%-massa, maks	0,05
	- dalam 10% ampas distilasi		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 /100 g), maks	115
18.	Kestabilan oksidasi		
	Periode induksi metode rancimat atau	Menit	480
	Periode induksi metode petro oksidasi		36
19.	Monogliserida	%-massa, maks	0,8

2.3. Transesterifikasi *in situ*

Reaksi transesterifikasi atau disebut juga dengan reaksi alkoholis merupakan suatu proses konversi trigliserida menjadi alkil ester melalui reaksi dengan alkohol, sehingga dihasilkan produk samping berupa gliserol. Reaksi ini akan berlangsung dengan baik dengan bantuan katalis basa yang berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi dan jumlah produk. Reaksi ini cenderung lebih efisien dan cepat dalam menghasilkan metil ester dibandingkan dengan reaksi esterifikasi dengan bantuan katalis asam. Pada reaksi ini, bahan baku harus dipastikan memiliki angka asam lemak bebas (ALB) yang kecil ($< 2\%$), agar pada saat proses berlangsung tidak terjadi pembentukan sabun (Pristiyani, 2015). Reaksi transesterifikasi dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



Gambar 1. Reaksi transesterifikasi (Rustamaji, 2010)

Reaksi transesterifikasi *in situ* merupakan salah satu metode baru yang dapat digunakan sebagai alternatif dalam pembuatan biodiesel agar lebih efisien. Transesterifikasi *in situ* dilakukan dengan cara menyatukan dua tahap yaitu ekstraksi minyak dengan reaksi transesterifikasi minyak menjadi biodiesel dalam satu kali proses. Reaksi ini adalah reaksi yang prosesnya lebih sederhana dari reaksi transesterifikasi secara konvensional, dikarenakan pada reaksi ini proses ekstraksi minyak, *degumming*, dan proses esterifikasi dihilangkan sehingga proses produksi biodiesel dapat lebih cepat (Daryono, 2013; Samuel dan Dairo, 2012). Pada reaksi ini, menggunakan alkohol sebagai pelarut ekstraksi sekaligus *reagent*

selama proses transesterifikasi *in situ* berlangsung, sehingga alkohol yang digunakan akan lebih banyak dibandingkan dengan penggunaan alkohol dalam reaksi secara konvensional (Supardan *et al.*, 2014).

Menurut Freedman *et al.* (1984), ada beberapa faktor yang dapat mempengaruhi proses transesterifikasi dalam produksi biodiesel, antara lain :

1. Asam lemak bebas (ALB) dan air

Minyak nabati yang akan ditransesterifikasi menjadi produk biodiesel harus memiliki kandungan asam lemak bebas yang kecil ($< 2\%$), dan minyak nabati juga harus bebas dari air. Adanya kandungan air dan ALB yang tinggi dapat menghambat reaksi dan menurunkan jumlah rendemen yang dihasilkan.

2. Perbandingan molar alkohol dan bahan mentah

Secara stoikiometri, alkohol yang dibutuhkan untuk reaksi adalah sebanyak 3 mol untuk setiap 1 mol trigliserida agar diperoleh 3 mol alkil ester dan 1 mol gliserol. Semakin banyak alkohol yang digunakan, maka akan semakin banyak konversi yang didapatkan. Perbandingan alkohol dengan minyak nabati 4:8:1 dapat menghasilkan konversi sebesar 98% (Bradshaw and Meuly, 1944).

3. Katalis

Katalisator dalam reaksi berfungsi untuk mengurangi tenaga aktivasi, sehingga pada suhu tertentu kecepatan reaksi akan semakin besar. Katalis yang biasa digunakan dalam proses transesterifikasi adalah katalis basa, karena katalis basa lebih efisien dalam mempercepat reaksi dibandingkan dengan katalis asam. Katalis basa yang paling umum digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah natrium hidroksida (NaOH) (Fukuda, 2001).

4. Suhu

Reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada suhu yang sesuai dengan titik didih metanol yaitu berkisar antara 30-65°C. Semakin tinggi suhu, maka konversi yang diperoleh juga akan semakin tinggi untuk waktu yang singkat. Suhu yang optimum untuk memproduksi biodiesel adalah 60°C (Wulandari, 2009).

2.4. Suhu Reaksi

Suhu reaksi merupakan salah satu faktor yang sangat berpengaruh terhadap hasil akhir dari produk biodiesel. Perubahan suhu dalam reaksi transesterifikasi menyebabkan gerakan molekul yang semakin cepat (tumbukan antar molekul pereaksi meningkat) atau dengan kata lain perubahan suhu akan mempengaruhi peluang molekul dengan energi yang sama atau lebih tinggi dari energi aktivasi. Suhu reaksi berhubungan dengan panas yang dibutuhkan untuk mencapai energi aktivasi. Suhu yang semakin tinggi akan menyebabkan semakin banyak energi yang digunakan reaktan untuk saling bertumbukan dalam mencapai energi aktivasi (Nurhayati, 2014).

Suhu yang dapat digunakan untuk reaksi esterifikasi/transesterifikasi adalah pada rentang suhu 30-65°C. Suhu yang digunakan dalam reaksi ini tidak boleh melebihi suhu titik didih dari metanol, yaitu 65°C, dikarenakan suhu yang melebihi titik didih metanol akan mengakibatkan hilangnya metanol dan menggelapkan warna produk. Suhu reaksi yang tinggi akan mengkonsumsi energi yang lebih banyak, sehingga dapat menyebabkan meningkatnya biaya produksi biodiesel. Selain itu, suhu yang tinggi juga akan mempengaruhi densitas dan viskositas produk yang dihasilkan, sedangkan viskositas dan densitas adalah dua parameter fisik yang sangat mempengaruhi pemanfaatan biodiesel sebagai bahan bakar (Sahirman, 2009).

2.5. Waktu Reaksi

Waktu dalam proses produksi biodiesel merupakan salah satu faktor yang sangat penting, karena dapat mempengaruhi rendemen biodiesel yang dihasilkan. Semakin lama waktu reaksi akan menyebabkan semakin banyak produk yang dihasilkan, namun waktu proses yang berlebihan dari kondisi optimum juga akan menyebabkan menurunnya rendemen biodiesel. Hal ini dikarenakan terjadinya reaksi balik (*backward reaction*) dan terjadinya pembentukan sabun yang akan menghalangi proses pembentukan biodiesel (Ramachandran *et al.*, 2013). Waktu

reaksi yang semakin lama akan memberikan kesempatan terhadap molekul-molekul untuk saling bertumbukan satu sama lain, sehingga katalis akan bekerja dengan maksimal. Namun, jika reaksi sudah mencapai pada titik kesetimbangan maka penambahan waktu reaksi tidak akan memberikan pengaruh terhadap produk yang dihasilkan. Hal ini justru akan menyebabkan produk berkurang, karena adanya reaksi balik yaitu metil ester terbentuk menjadi trigliserida. Pada proses transesterifikasi *in situ*, waktu yang dibutuhkan akan lebih lama dibandingkan dengan reaksi transesterifikasi konvensional, dikarenakan pada reaksi transesterifikasi *in situ* dibutuhkan waktu untuk mengesktraksi minyak dari bahan sebelum dilakukan proses transesterifikasi minyak menjadi biodiesel (Maharani dan Zuliyana, 2010).

2.6. Pelarut (Metanol)

Metanol adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CH_3OH yang merupakan bentuk paling sederhana dari alkohol. Metanol biasanya digunakan sebagai bahan bakar, bahan pendingin anti beku, bahan aditif pada industri etanol, dan sebagai pelarut (Laksono, 2013). Pada produksi biodiesel baik secara esterifikasi maupun transesterifikasi membutuhkan alkohol sebagai komponen utama atau sebagai pelarut. Pelarut metanol ini berfungsi untuk menggeser keseimbangan reaksi ke arah produk, sehingga biodiesel yang dihasilkan akan memiliki kualitas yang baik. Pada proses transesterifikasi *in situ*, metanol tidak hanya berperan sebagai pelarut tetapi juga berperan sebagai *reagent*, sehingga pada reaksi ini membutuhkan metanol dalam jumlah yang lebih banyak untuk menghasilkan biodiesel dengan kualitas yang baik. Produksi biodiesel menggunakan pelarut metanol dikarenakan pelarut ini memiliki reaktivitas yang paling tinggi dibandingkan dengan senyawa alkohol lainnya. Metanol memiliki rantain atom C yang pendek, sehingga hambatan steriknya akan semakin kecil saat penyerangan gugus karbonil pada trigliserida. Selain itu, metanol juga memiliki harga yang relatif murah, memiliki kelarutan yang cukup baik, dan mudah di *recovery* sehingga metanol dipilih sebagai pelarut pada produksi biodiesel bukan alkohol jenis lainnya (Budiman *et al.*, 2014)

III. METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Analisis Hasil Pertanian dan Laboratorium Pengelolaan Limbah Agroindustri Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Lampung pada bulan April sampai dengan Agustus 2022.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini adalah *Spent Bleaching Earth* (SBE) yang diperoleh dari PT. LDC Lampung. Bahan-bahan lainnya adalah metanol, NaOH, heksana, H₂SO₄, aquades, alkohol 96%, indikator fenolftalein (PP), etanol 96%, KOH, kloroform, larutan Wijs, larutan KI, HCl, dan indikator amilum.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah soxhlet, kondensor, buret, gelas beaker 50 mL dan 100 mL, labu Erlenmeyer, *filtrering flask* 500 mL, gelas ukur 25 mL; 50 mL; 100 mL, pipet gondok 25 mL, labu bunchner, labu destilasi, labu tiga leher, *magnetic stirrer*, oven, pipet tetes, pipet volume, termometer, kertas saring, pompa vakum, corong pemisah, statif dan klem.

3.3. Metode Penelitian

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

metode respon permukaan ini bertujuan untuk mengetahui nilai optimum (suhu, waktu reaksi, dan rasio metanol) pada penelitian pembuatan biodiesel dari *Spent Bleaching Earth* (SBE). RSM atau *Response Surface Methodology* merupakan sekumpulan teknik matematika dan statistika yang dapat digunakan untuk menganalisis pengaruh dari variabel bebas terhadap variabel respon yang tujuan akhirnya mendapatkan kondisi respon yang optimal. Cara yang digunakan pada metode ini adalah dengan mencari tempuhan titik tengah dan tempuhan lengan bintang (*star arm runs*). Metode RSM ini juga berfungsi untuk meningkatkan, mengembangkan, dan mengoptimalkan proses penentuan sebuah formulasi. Biasanya metode ini diterapkan pada bidang rancangan, pengembangan, dan perumusan produk baru, serta pada peningkatan rancangan produk yang sudah ada (Trihaditia, 2015).

Penelitian ini menggunakan 3 variabel bebas yaitu suhu reaksi, waktu reaksi, dan rasio pelarut (metanol) terhadap SBE, sehingga didapatkan nilai rotabilitasnya $(\alpha) = (3^2)^{1/4} = 1,682$. *Central Composite Design* dengan 3 variabel bebas akan menghasilkan *respon surface* yang menunjukkan jumlah rancangan percobaan 2^3 faktorial, 6 *center point*, dan 6 *axial point* (Tabel 2).

Tabel 2. 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		
$\alpha : 1,682$			

Suhu reaksi yang digunakan yaitu $38\pm 1^\circ\text{C}$; $45\pm 1^\circ\text{C}$; $55\pm 1^\circ\text{C}$; $65\pm 1^\circ\text{C}$; $72\pm 1^\circ\text{C}$, waktu reaksi transesterifikasi *in situ* selama 70 menit; 90 menit; 120 menit; 150 menit; 170 menit, dan nisbah volume pelarut (metanol) terhadap SBE yang digunakan yaitu 5,3:1; 6:1; 7:1; 8:1; 8,7:1 (v/b) (Tabel 3). Rancangan percobaan 2^3 yang digunakan pada penelitian ini disajikan pada Tabel 4. Variabel respon pada penelitian ini yaitu rendemen biodiesel, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod, dan indeks setana. Variabel respon yang diperoleh dianalisis sidik ragamnya dengan menggunakan program Minitab 17 (Iriawan dan Astuti, 2006).

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

No	Faktor	Variabel	Taraf Variabel				
			$-\alpha$ -1,68	Rendah -1	Tengah 0	Tinggi +1	$+\alpha$ +1,68
1	Suhu Reaksi ($^\circ\text{C}$)	S	38 ± 1	45 ± 1	55 ± 1	65 ± 1	72 ± 1
2	Waktu Reaksi (menit)	W	70	90	120	150	170
3	Rasio Pelarut (mL) (v/b)	R	5,3	6	7	8	8,7

Keterangan :

- $\alpha = \sqrt[4]{2^k}$

k = jumlah faktor atau variabel bebas

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

- $\pm 1,682 = \frac{\text{X-nilai tengah}}{\text{selisih taraf}}$

Tabel 4. Desain percobaan 2³ faktorial dengan 3 variabel bebas

Run	Taraf Variabel			Nama Variabel			Kode Sampel
	S	W	R	S (°C)	W (menit)	R (mL)	
1	-1	-1	-1	45±1	90	6	S1W1R1
2	1	-1	-1	65±1	90	6	S2W1R1
3	-1	1	-1	45±1	150	6	S1W2R1
4	1	1	-1	65±1	150	6	S2W2R1
5	-1	-1	1	45±1	90	8	S1W1R3
6	1	-1	1	65±1	90	8	S2W1R3
7	-1	1	1	45±1	150	8	S1W2R3
8	1	1	1	65±1	150	8	S3W3R3
9	-1,682	0	0	38±1	120	7	S4W4R4
10	1,682	0	0	72±1	120	7	S5W3R4
11	0	-1,682	0	55±1	70	7	S4W4R2
12	0	1,682	0	55±1	170	7	S5W1R2
13	0	0	-1,682	55±1	120	5,3	S4W2R3
14	0	0	1,682	55±1	120	8,7	S4W3R4
15	0	0	0	55±1	120	7	S5W4R5
16	0	0	0	55±1	120	7	S5W5R3
17	0	0	0	55±1	120	7	S4W2R1
18	0	0	0	55±1	120	7	S5W2R3
19	0	0	0	55±1	120	7	S4W1R4
20	0	0	0	55±1	120	7	S5W1R3

Sumber : Iriawan dan Astuti (2006)

Keterangan :

S = Suhu Reaksi

W = Waktu Reaksi

R = Rasio Pelarut

3.4. Prosedur Penelitian

3.4.1. Penelitian pendahuluan

Penelitian pendahuluan yang dilakukan pada penelitian ini berupa karakterisasi dari *Spent Bleaching Earth* (SBE). Karakterisasi meliputi analisis kadar minyak, analisis kadar asam lemak bebas, analisis kadar air dan kadar abu pada *Spent Bleaching Earth* (SBE).

1. Analisis kadar minyak dalam SBE

Analisis kadar minyak dalam SBE dilakukan berdasarkan SNI-01-2891-1992 yaitu dengan menggunakan metode ekstraksi lemak bebas dengan pelarut non

polar yaitu heksana atau pelarut lemak lainnya. Proses dalam analisis kadar minyak dimulai dengan menimbang 1-2 gram sampel kemudian dimasukkan ke dalam selongsong kertas saring dan dikeringkan pada suhu 80°C selama kurang lebih satu jam. Setelah itu, dihubungkan dengan alat soxhlet yang telah terhubung dengan labu lemak yang berisi batu didih yang telah dikeringkan dan dihitung bobotnya. Selanjutnya, sampel diekstrak dengan pelarut heksan selama kurang lebih 6 jam, dan kemudian heksan dipisahkan dari dalam oven pengering pada suhu 105°C. Terakhir, labu lemak didinginkan dan ditimbang bobotnya (pengeringan ini diulangi hingga tercapai bobot yang tetap). Kadar minyak dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut :

$$\text{Kadar minyak} = \frac{W_2 - W_1}{W} \times 100\%$$

Keterangan :

- W : Bobot sampel (gram)
 W1 : Bobot labu sebelum ekstraksi
 W2 : Bobot labu sesudah ekstraksi

2. Analisis kadar asam lemak bebas (ALB)

Analisis kadar asam lemak bebas pada penelitian ini dilakukan mengikuti prosedur pada penelitian Saad *et al.* (2007) yaitu dengan menimbang 10 mL minyak hasil ekstraksi dan memasukan minyak tersebut ke dalam erlenmeyer 250 mL. Selanjutnya pada minyak tersebut ditambahkan 25 mL etanol 96% dan dilanjutkan dengan proses pemanasan pada suhu 40°C. Setelah itu, ditambahkan 5 tetes indikator PP dan dilakukan proses titrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai tercapai titik akhir titrasi. Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna pada larutan menjadi warna merah jambu dan warnanya tidak hilang selama 10 detik. Nilai bilangan asam lemak bebas dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut :

$$\text{Kadar asam lemak bebas} = \frac{M \times V \times N}{1000 \times m} \times 100\%$$

Keterangan :

- M : Bobot molekul asam lemak bebas (asam palmitat) (256,4 g/mol)
 V : Volume KOH
 N : Normalitas KOH (0,1 N)
 m : Bobot sampel (gram)

3. Analisis kadar air SBE

Analisis kadar air SBE pada penelitian ini dilakukan dengan mengikuti prosedur pada penelitian Pratama *et al.* (2012) yaitu dengan menggunakan metode oven. Tahap yang dilakukan yaitu dengan memanaskan cawan porselen di dalam oven dengan suhu 105°C selama 30 menit. Kemudian, cawan didinginkan dalam desikator dan kemudian ditimbang beratnya. Selanjutnya, ditimbang sampel SBE sebanyak 5 gram yang dimasukkan ke dalam cawan porselen dan kemudian dikeringkan di dalam oven dengan suhu 105°C selama 5 jam. Setelah itu, dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang beratnya (perlakuan tersebut diulangi hingga diperoleh berat yang konstan). Kadar air dapat dihitung dengan rumus berikut :

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

Keterangan :

A : Bobot sampel (gram)

B : Bobot sampel dan cawan sebelum dioven (gram)

C : Bobot sampel dan cawan setelah dioven (gram)

4. Analisis kadar abu (SNI-01-2891-1992)

Analisis kadar abu memiliki prinsip pada prosesnya pengabuan zat-zat organik diuraikan menjadi air dan CO₂ tetapi mineral tidak. Proses analisis kadar abu dimulai dengan menimbang sampel sebanyak 2-3 gram ke dalam cawan porselen yang sudah diketahui bobotnya. Kemudian, sampel diarsir diatas nyala pembakar dan diabukan dalam tanur listrik bersuhu maksimum 550°C sampai sampel menjadi abu secara sempurna (pintu tanur dibuka sekali-kali agar oksigen dapat masuk). Terakhir, didinginkan dalam desikator dan ditimbang kembali hingga bobotnya tetap. Kadar abu dapat dihitung dengan rumus berikut :

$$\text{Kadar abu} = \frac{W_2 - W}{W_1} \times 100\%$$

Keterangan :

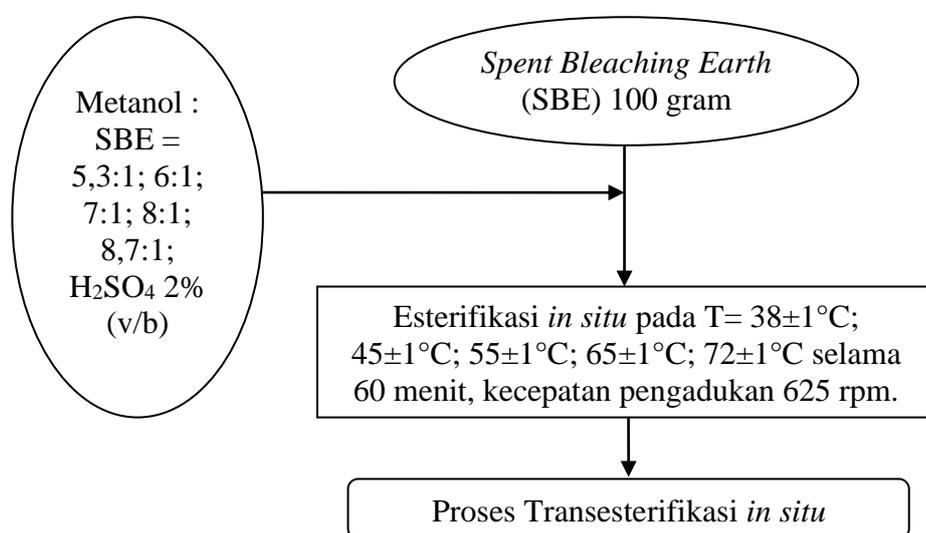
W : Bobot cawan kosong (gram)

W₁ : Bobot SBE sebelum diabukan (gram)

W₂ : Bobot SBE + cawan setelah diabukan (gram)

3.4.2. Proses esterifikasi *in situ*

Proses esterifikasi *in situ* dilakukan apabila kadar asam lemak bebas (ALB) yang terkandung dalam *Spent Bleaching Earth* (SBE) lebih dari 2%. Proses ini dilakukan dengan mereaksikan 100 gram SBE dengan metanol dan H₂SO₄. Perbandingan jumlah metanol dengan SBE yang digunakan yaitu 5,3:1; 6:1; 7:1; 8:1; 8,7 (v/b) dengan konsentrasi H₂SO₄ 2%. Reaksi esterifikasi *in situ* dilakukan selama 60 menit pada suhu 38±1°C; 45±1°C; 55±1°C; 65±1°C; 72±1°C dengan kecepatan pengadukan 625 rpm. Setelah proses esterifikasi *in situ* selesai, dilanjutkan dengan proses transesterifikasi *in situ*. Diagram alir proses esterifikasi *in situ* dapat dilihat pada Gambar 2.

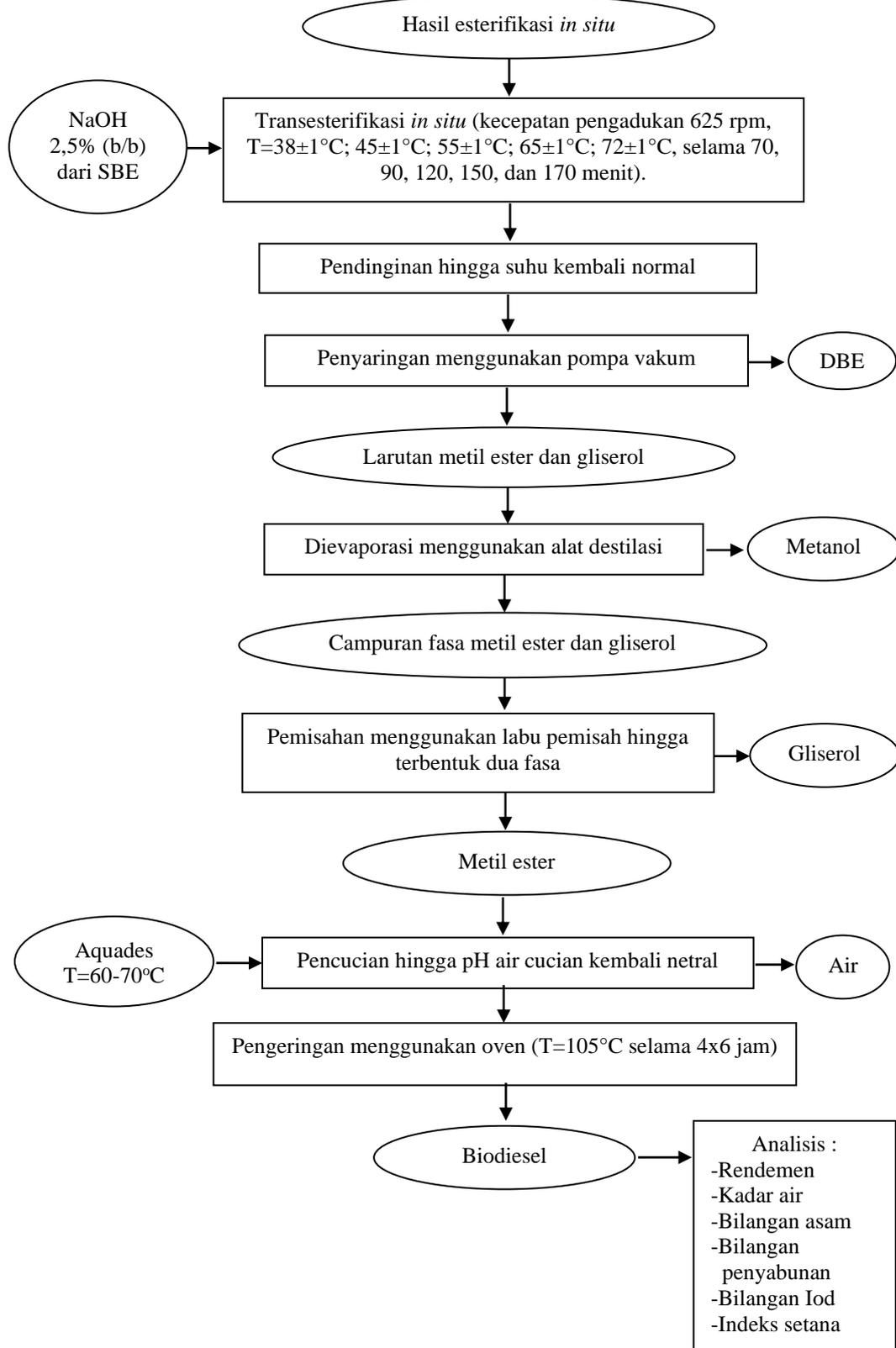


Gambar 2. Diagram alir proses pembuatan biodiesel secara esterifikasi *in situ* (Mardawati *et al.*, 2019).

3.4.3. Proses transesterifikasi *in situ*

Proses transesterifikasi *in situ* dilakukan dengan menambahkan katalis NaOH pada hasil dari proses esterifikasi *in situ* sebanyak 2,5% (b/b). Proses ini dilakukan selama 70 menit; 90 menit; 120 menit; 150 menit; 170 menit dengan suhu 38±1°C; 45±1°C; 55±1°C; 65±1°C; 72±1°C dan kecepatan pengadukan 625 rpm. Kombinasi perlakuan yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 2. Reaksi dihentikan setelah waktu reaksi tercapai, dengan cara menghentikan proses pengadukan dan pemanasan. Hasil dari proses ini dibiarkan hingga suhunya kembali normal, kemudian dilakukan filtrasi menggunakan pompa vakum yang

dihubungkan dengan erlenmeyer berukuran 500 mL yang sudah dirangkai dengan labu *bunchner*, sehingga ampas SBE atau *deoiled bleaching earth* (DBE) terpisah dan diperoleh filtratnya. Selanjutnya, filtrat yang diperoleh dievaporasi dengan menggunakan alat destilasi sehingga metanol menguap dan didapatkan larutan campuran dari metil ester dan gliserol. Setelah itu, larutan metil ester dan gliserol tersebut dimasukkan ke dalam labu pemisah, dan didiamkan selama 1 jam atau sampai terbentuk 2 fasa yaitu fasa atas merupakan metil ester sedangkan fasa bawah adalah gliserol. Fasa bawah dikeluarkan hingga batas antar fasa, sedangkan fasa atas (metil ester) dilakukan pencucian dengan menggunakan aquades bersuhu 60-70°C sebanyak 100 mL dengan 4 kali ulangan atau hingga pH air cucian kembali netral. Selanjutnya, dilakukan pengeringan pada biodiesel yang dihasilkan dengan menggunakan oven bersuhu 105°C selama 4x6 jam untuk menguapkan sisa air dan pelarut yang ada pada biodiesel. Biodiesel hasil dari transesterifikasi *in situ* selanjutnya dikarakterisasi untuk menentukan rendemen, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod, dan indeks setana. Proses transesterifikasi *in situ* pembuatan biodiesel dari *spent bleaching earth* (SBE) disajikan pada diagram alir berikut (Gambar 3).



Gambar 3. Diagram alir proses transesterifikasi *in situ* pembuatan biodiesel (Mardawati *et al.*, 2019)

3.5. Variabel Pengamatan

3.5.1. Penentuan rendemen biodiesel

Rendemen merupakan perbandingan berat biodiesel dengan berat minyak awal. Rendemen biodiesel pada penelitian ini dianalisis dengan mengikuti prosedur pada penelitian Suryani *et al.* (2014), dengan persamaan sebagai berikut :

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

Keterangan :

W biodiesel = berat biodiesel (g)

W minyak = berat minyak (g)

3.5.2. Penentuan bilangan asam

Bilangan asam merupakan jumlah asam lemak bebas yang dihitung berdasarkan berat molekul dari asam lemak bebas atau campuran asam lemak. Penentuan bilangan asam pada penelitian ini mengikuti prosedur penelitian Sulastri (2011). Sebanyak 1 gram sampel biodiesel dimasukan ke dalam erlenmeyer 250 mL, dan ditambahkan 50 mL etanol 95%. Kemudian, campuran tersebut dipanaskan pada suhu 65°C sambil diaduk hingga terbentuk larutan yang homogen. Selanjutnya, dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N menggunakan indikator PP sampai terbentuk warna merah jambu yang permanen. Nilai bilangan asam dapat dilihat dengan melakukan perhitungan dengan menggunakan persamaan berikut :

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times V \times N}{m}$$

V : volume KOH yang dibutuhkan untuk tirsasi (mL)

N : normalitas KOH

m : berat sampel biodiesel (gram)

56,1 : berat molekul KOH

3.5.3. Penentuan bilangan iod

Bilangan iod pada penelitian ini ditentukan dengan mengikuti prosedur pada penelitian Sulastri (2011) dengan cara 0,5 gram biodiesel yang sudah dibungkus rapat dengan alumunium foil dimasukan ke dalam Erlenmeyer 250 mL. Kemudian, ditambahkan 10 mL kloroform dan 25 mL larutan Wijs ke dalam

erlenmeyer yang berisi sampel biodiesel, dan didiamkan selama 30 menit. Selanjutnya, ditambahkan 10 mL larutan KI 15% dan dikocok hingga homogen, lalu dititrasikan dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N hingga larutan berubah warna dari merah kekuningan menjadi kuning pucat. Setelah itu, larutan ditetesi dengan larutan indikator amilum atau kanji sebanyak 4 tetes (larutan berubah warna menjadi kuning gelap), dan titrasi dilanjutkan hingga warna kuning pada larutan hilang. Bilangan iod dapat dihitung dengan persamaan berikut :

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

Keterangan :

- V_b = mL tiosulfat yang dibutuhkan untuk menitrasi blanko
- V_s = mL tiosulfat yang dibutuhkan untuk menitrasi sampel minyak
- N = normalitas tiosulfat
- m = 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

Penentuan bilangan penyabunan pada penelitian ini dilakukan mengikuti prosedur penelitian Sulastri (2011) yaitu dengan cara 1 gram biodiesel dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 12,5 ml KOH-alkoholis 0,5 N. Kemudian, labu erlenmeyer yang berisi campuran biodiesel dan KOH dihubungkan dengan pendingin baik dan dididihkan selama 30 menit atau sampai semua sampel minyak tersabunkan (tidak terlihat butiran minyak). Setelah minyak tersebut tersabunkan secara sempurna, larutan didiamkan kurang lebih selama 1 menit kemudian ditambahkan 3-5 tetes indikator fenolftalein 1%, dan dilakukan titrasi dengan larutan HCl 0,5 N hingga warna merah jambu hilang. Bilangan penyabunan dapat dihitung dengan persamaan berikut :

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

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
- m = bobot biodiesel
- 56,1 = berat ekuivalen KOH

3.5.5. Penentuan indeks setana

Penentuan indeks setana pada penelitian ini dilakukan dengan mengikuti metode AOCS (*American Oil Chemist Society*) yang telah dilakukan pada penelitian Krisnangkura (1986). Indeks setana ester asam lemak dipengaruhi oleh dua variabel independen (panjang rantai dan derajat ketidakjenuhan) yaitu bilangan penyabunan (berat molekul minyak) dan angka iod (ketidakjenuhan atau jumlah ikatan rangkap minyak). Berikut persamaan indeks setana :

$$\text{Indeks setana} = 46,3 + \left[\frac{5458}{x} \right] - 0,225y$$

Keterangan :

x = bilangan penyabunan

y = bilangan iod

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

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

1. Variabel suhu reaksi berpengaruh secara nyata terhadap bilangan iod dan indeks setana, sedangkan waktu reaksi berpengaruh secara nyata terhadap kadar air, bilangan asam, bilangan penyabunan, dan indeks setana. Rasio metanol terhadap SBE berpengaruh nyata terhadap kadar air, bilangan asam, bilangan penyabunan, dan rendemen biodiesel yang dihasilkan.
2. Biodiesel dengan kualitas terbaik dengan nilai rendemen sebesar 15,0904%, kadar air 3,5947%, bilangan asam 2,3623 mgKOH/g, bilangan penyabunan 129,3755 mgKOH/g, bilangan iod 42,5898 gI₂/100g, dan indeks setana 78,8442 dapat dihasilkan pada suhu reaksi 61°C, waktu reaksi 108 menit, dengan rasio metanol terhadap SBE 7:1. Bilangan iod dan indeks setana yang dihasilkan telah sesuai dengan SNI 7182:2015, sedangkan kadar air dan bilangan asam yang dihasilkan belum memenuhi SNI 7182:2015.

5.2. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang pengaruh konsentrasi katalis dan kecepatan pengadukan pada produksi biodiesel secara transesterifikasi *in situ* untuk mendapatkan biodiesel yang sesuai dengan SNI 7182:2015. Selain itu, pada penelitian selanjutnya sebaiknya pengeringan biodiesel dilakukan dengan menggunakan oven vakum supaya kadar air dan bilangan asam yang terkandung pada biodiesel dapat seminimal mungkin dan sesuai dengan SNI.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, Sianipar, R. N., Ariyani, D., dan Nata, I. F. 2017. Conversion of Palm Oil Sludge to Biodiesel using Alum and KOH as Catalyst. *Sustainable Environment Research*, 27 (1) : 291-295.
- Alfred, T. 2002. *Fats and Fatty Oils*. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Weinheim : Wiley-VCH. 173 hlm.
- Ambarita, M. T. D. 2002. Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas untuk Produksi Metil Ester. (Skripsi). Fakultas Teknologi Pertanian. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Badan Standardisasi Nasional. 1992. SNI 01-2891-1992: *Cara Uji Makanan dan Minuman*. Jakarta.
- Badan Standardisasi Nasional. 2015. *Syarat Mutu Biodiesel SNI 7182 : 2015*. SNI Biodiesel. BSN. Jakarta. 26–27.
- Barabas, I., and Todorut, I. 2011. Biodiesel Quality, Standards, and Properties. In Dr. Gisela Montero (Ed.) *Biodiesel Quality, Emissions, and By-Products*. Croatia: InTech. pp. 3-28.
- Bradshaw, G. B., and Meuly, W.C 1944. Preparation of Detergent, U.S. *Patent Office*. (2) : 360-844.
- Budiman, A., Ratna, D. K., Yano, S. P., dan Ni'mah, A. L. 2014. *Biodiesel : Bahan Baku, Proses, dan Teknologi*. Gajah Mada University Press. Yogyakarta. 192 hlm.
- Chai, M., Tu, Q., Lu, M., and Yang, Y. J. 2014. *Esterification Pretreatment of Free Fatty Acid in Biodiesel Production from Laboratory to Industry*. University of Nebraska-Lincoln. Nebraska.
- Cholik, R. 2018. Efek Konsentrasi Katalis, Suhu dan Waktu Reaksi terhadap Transesterifikasi *In situ* dalam Produksi Biosolar dari Spent Bleaching Earth (SBE). (Skripsi). Jurusan Teknologi Hasil Pertanian. Universitas Lampung. 70 hlm.

- Darmawan, F. I. 2013. *Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Metode Pencucian Dry-Wash*. Sistem Jurusan Teknik Mesin UNESA. Surabaya. 1 (1) : 80-87.
- Daryono, E. D. 2013. Biodiesel Dari Minyak Biji Pepaya dengan Transesterifikasi(*Insitu*). *Jurnal Teknik Kimia*, 8 (1): 7- 11.
- Desiyana, V., Haryanto, A., dan Hidayati, S. 2014. Pengaruh Rasio Molar dan Waktu Reaksi Terhadap Hasil dan Mutu Biodiesel Melalui Reaksi Transesterifikasi dengan Gelombang Ultrasonik. *Jurnal Teknik Pertanian Lampung*, 3 (1): 49-58.
- Duma, A. 2013. Studi Proses Produksi Biodiesel dari Biji Karet (*Hevea brasiliensis*) dengan Metode (Trans) Esterifikasi *In situ*. (Tesis). Universitas Diponegoro. Semarang. 117 hlm.
- El-Enin, A.A.A., Attia, N.K., El-Ibiari, N.N., El-Diwani, G.I., and El-Khatib, K.M. 2013. In-situ transesterification of rapeseed and cost indicators. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 18(1) : 471-477.
- Freedman, B., E.H. Pryde., and T.L. Mounts. 1984. Variable Affecting the Yield of Fatty Esters from Transesterification Vegetable Oils. *Journal of American Oil Chemist Society*, 2 (61) : 1638-1643.
- Fukuda, H., Kondo, A., and Noda, H. 2001. Biodiesel Fuel Production by Transesterification of Oils. *J Biosci Bioeng*, 405-416.
- Hendartomo, T. 2005. *Pemanfaatan Minyak dari Tumbuhan untuk Pembuatan Biodiesel*. Yogyakarta.
- Hikmah, M. N., dan Zuliyana. 2010. Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi. (Tugas Akhir). Universitas Diponegoro. Semarang. 43 hlm.
- Irawan, D., Arifin, Z., Fitriyana, F., Olivia, C., dan Nopal, M. 2019. Pengaruh Rasio Metanol dan KOH pada Proses Pembuatan Biodiesel dengan Metode Elektrolisis Menggunakan Elektroda Perak. *Prosiding SENIATI*. 2 Februari 2019. 268-272.
- Irdoni, H.S., dan Nirwana . 2007. *Pengaruh Kecepatan Pengadukan pada Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas L*) dengan Menggunakan Katalis Abu Tandan Sawit*. Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia UNRI. 364-370.
- Iriawan, N., dan Astuti, S.P. 2006. *Mengolah data Statistik dengan Mudah Menggunakan Minitab 14*. Penerbit Andi. Yogyakarta. 469 hlm.

- Jiuxu, L. 2013. Biodiesel Synthesis via Transesterification Reaction in Supercritical Methanol: a) A Kinetic Study, b) Biodiesel Synthesis Using Microalgae Oil. SURFACE Biomedical and Chemical Engineering. (Theses). College of Engineering and Computer Science. Syracuse University. 149 hlm.
- Jonathan, A. C. 2016. *Proses Pemurnian Minyak Kelapa Sawit di PT. Salim Ivomas Pratama Tbk Tanjung Priok*. Jakarta Utara. 34 hlm.
- Kartika, I. A., dan Yuyun, P. 2012. Optimasi Produksi Biodiesel dari Biji Jarak Pagar melalui Transesterifikasi *In situ* Menggunakan Metode Respon Permukaan. *E-Jurnal Agroindustri Indonesia*, 1(2) : 68-74.
- Knothe, G. 2005. Dependence Of Biodiesel Fuel Properties On The Structure Of Fatty Acid Alkyl Esters. *Fuel Processing Technology*, 86(1) : 1059–1070.
- Krisnangkura, K. 1986. A Simple Method for Estimation of Cetane Index of Vegetable Oil Methyl Esters. *Journal of computational science*, 63(4) : 552-553.
- Kurniasih, E. 2012. Produksi Biodiesel dari Crude Palm Oil Melalui Reaksi Dua Tahap. *Seminar Nasional Yusuf Benseh*. Aceh. 76 hlm.
- Laksono, T. 2013. Pengaruh Jenis Katalis NaOH dan KOH serta Rasio Lemak dengan Metanol terhadap Kualitas Biodiesel Berbahan Baku Lemak Sapi. (Skripsi). Universitas Hasanuddin. Makassar. 131 hlm.
- Mahlinda., dan Djafar, F. 2016. Pengaruh Co-Solvent Terhadap Rendemen dan Mutu Biodiesel Secara Transesterifikasi *In situ* Menggunakan Radiasi Gelombang Mikro. *Jurnal Riset Tindakan Indonesia*, 10 (2) : 119-126.
- Mardawati, E., Hidayat, M.S., Rahmah, D.M., dan Rosalinda, S. 2019. Produksi Biodiesel dari Minyak Kelapa Sawit Kasar Off Grade dengan Variasi Pengaruh Asam Sulfat pada Proses Esterifikasi terhadap Mutu Biodiesel yang Dihasilkan. *Jurnal Industri Pertanian*, 1 (3) : 46–60.
- Maulana, A. R., dan Setyoningrum, T. M. 2019. Pembuatan Biodiesel dari Ampas Kelapa dengan Metode Transesterifikasi In-Situ dan Katalis Kalsium Oksida. *Eksergi*, 16 (1) : 13-17.
- Musa, M. L., Mat, R., and Abdullah, T. A. T. 2018. Catalytic Conversion of Residual Palm Oil in Spent Bleaching Earth (SBE) by HZSM-5 Zeolite based-Catalysts. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 13 (3) : 456-465.
- Nurfadillah. 2011. Pemanfaatan dan Uji Kualitas Biodiesel dari Minyak Jelantah. (Skripsi). UIN Alauddin Makassar. Makassar. 104 hlm.

- Nurhayati. 2014. Teknologi Pemrosesan Biodiesel. *Teaching Biomass Technologies*. Bandung. 83 hlm.
- Pamata, N. 2008. *Sintesis Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Biji Kemiri Hasil Ekstraksi Melalui Metode Ultrasonokimia*. Departemen Kimia, Universitas Indonesia. Depok. 80 hlm.
- Poltack, F. N. 2013. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Kapok dengan Proses Esterifikasi Transesterifikasi. *Jurnal teknologi kimia dan industry*, 2 (2) : 262- 266.
- Pramitha, R. I., Haryanto, A., dan Triyono, S. 2016. Pengaruh Perbandingan Molar Dan Durasi Reaksi Terhadap Rendemen Biodiesel Dari Minyak Kelapa (Coconut Oil). *Jurnal Teknik Pertanian Lampung*, 5 (3): 157-166.
- Pranowo, D., Syakir, M., Prastowo, B., Herman, M., Aunillah, A., dan Sumanto. 2014. *Pembuatan Biodiesel dari Kemiri Sunan (Reutealis trisperma (Blanco) Airy Shaw) dan Pemanfaatan Hasil Samping*. IAARD Press. Jakarta. 100 hlm.
- Pratama, R. V., Mardiana, M., dan Niawanti, H. 2019. Pemanfaatan Limbah Lemak Ayam Broiler (*Gallus domesticus*) Sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel Melalui Proses Transesterifikasi. *Jurnal Chemurgy*. 2(2): 6-14.
- Pratama, S.A., J.R.M. Revolta., dan C. Gayatri. 2012. Uji Aktivitas antioksidan dan total flavonoid pada ekstrak etanol pinang yaki (*Areca vestiaria*). *Pharmacon*, 1 (2) : 1-6.
- Pristiyani, R. 2015. Sintesis Biodiesel dan Fuel Bioadditive Triasetin Secara Simultan dengan Metode Interesterifikasi Minyak Jarak (*Jatropha curcas*). (Tugas Akhir). Universitas Negeri Semarang. Semarang. 124 hlm.
- Prihandana, R., Nuramin, M., dan Hendroko, R. 2006. *Menghasilkan Biodiesel Murah Mengatasi Polusi dan Kelangkaan BBM*. Agromedia Pustaka. Bogor. 128 hlm.
- Qian, J., Wang, F., Liu, S., and Yun, Z. 2008. *In situ* Alkaline Transesterification of Cottonseed Oil for Production of Biodiesel and Nontoxic Cottonseed Meal. *Bioresource Technology*, 99 (18) : 9009–9012.
- Ramachandran, K., Suganya, N., Gandhi , N.N., and Renganathan, S. 2013. Recent developments for biodiesel production by ultrasonic assist transesterification using different heterogenous catalyst: A review. *Renew Sustain Energ Rev*, 22(1) : 410-418.
- Rustamaji, H., Sulistyoy, H., dan Budiman, A. 2010. Pemodelan dan simulasi kinetika reaksi alkoholisis minyak jarak pagar (*Jatropha curcas*) dengan katalisator zirkonia tersulfatasi. *Jurnal Rekayasa Proses*, 4(1) : 19-24.

- Saad, B.C.H., Ling, S.M., Jab, P.B., Lim, M.S.A., Ali, T.W., Wai., and Saleh, I.M. 2007. Determination Of Free Fatty Acids in Palm Oil Samples Using non- Aqueous Flow Injection Titrimetric Method. *Food chemistry*, 102(1) : 1407- 1414.
- Sahirman. 2009. Perancangan Proses Produksi Biodiesel dari Minyak Biji Nyamplung (*Calopyllum in ophyllum*). (Disertasi). Institut Pertanian Bogor. Bogor. 248 hlm.
- Samuel, D.O., and Dairo, U.O. 2012. A Critical review of *In-Situ* transesterification process for biodiesel production. *The Pasific Journal Of Science and Technology*, 13 (2) : 72-79.
- Sinaga, S.V., Haryanto, A., dan Triyono, S. 2014. Pengaruh suhu dan waktu reaksi pada pembuatan biodiesel dari minyak jelantah. *Jurnal Teknik Pertanian Lampung (Journal Of Agricultural Engineering)*, 3(1) : 27-34.
- Sulastrri, Y. 2010. Sintesis Methyl Ester Sulfonic Acid (MESA) dari Crude Palm Oil (CPO) menggunakan Single Tube Falling Film reaktor. (Tesis). IPB: Bogor.
- Sulastrri. 2011. Uji Sifat Fisiko-Kimia dan Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Mahoni (*Swietenia mahagoni (L.) Jacq.*). (Tesis). Universitas Indonesia. Depok. 123 hlm.
- Supardan, M.D., dan Satriana, M.R. 2014. Transesterifikasi *In situ* Biji Jarak Pagar Menggunakan Kavitas Hidrodinamik. *Agricultural Technology*, 34(1) : 43-49.
- Supeno, M. 2007. Bentonit Alam Terpillar Sebagai Material Katalis/ Co-Katalis Pembuatan Gas Hidrogen dan Oksigen dari Air. (Disertasi). Universitas Sumatera Utara. Medan. 139 hlm.
- Suryani, A. 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., Pari, G., dan Aswad, A. 2015. Proses reaktivasi tanah pemucat bekas sebagai adsorben untuk pemurnian minyak sawit kasar dan biodiesel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, 25(1) : 52-67
- Suwanno, S., Rakkan, T., Yunu, T., Paichid, N., Kimtun, P., Prasertsan, P., and Sangkharak, K. 2017. The Production of Biodiesel using Residual Oil from Palm Oil Mill Effluent and Crude Lipase from Palm Fruit as an Alternative Substrate and Catalyst. *Fuel*. 192(1): 82-87.

- Trihaditia, R. 2015. Penentuan Formulasi Optimum pada Pembuatan Minuman Fungsional Rambut Jagung dengan Penambahan Madu dan Jeruk Nipis Menggunakan Metode RSM (*Response Surface Method*). (Tesis). Fakultas Teknologi Pangan Universitas Pasundan. Bandung.
- Van Gerpen, J. H., Peterson, C.I., and Goering, C.E. 2007. *Biodiesel: An Alternative Fuel for Compression Ignition Engines*. American Society of Agricultural and Biological Engineers. United Stated of America.
- Wahyudi, M.Y. 2000. Studi Penggunaan kembali Bleaching Earth Bekas sebagai Adsorben dalam Proses Refining CPO. (Tesis). Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Widyawati, Y., dan Ufidian, D. 2017. Pengaruh penambahan spent bleaching earth pada minyak nyamplung untuk gemuk lumas. *Jurnal Konversi*, 6(1) : 1-6.
- 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. 59 hlm.
- Wulandari. 2009. *Penerapan MOL (Mikroorganisme Lokal) Bonggol Pisang Sebagai Biostarter Pembuatan Kompos*. PKM-P Universitas Sebelas Maret. Surakarta. 15 hlm.
- 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(2) : 39-69.
- Yusnimar., Ida, Z., dan Desi, H. 2012. *Sumber Bahan Bakar Alternatif dari Spent Bleaching Earth Asal Industri Refinery Minyak Sawit*. Universitas Riau. Riau. 57 hlm.
- Zalfiatri, Y., Restuhadi, F., dan Zulhardi, R. 2019. Karakteristik biodiesel dari minyak jelantah menggunakan katalis abu gosok dengan variasi penambahan metanol. *Chempublish Journal*, 4(1) : 1-8.