

RECOVERY METANOL PADA PROSES PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JARAK PAGAR (*JATROPHA CURCAS OIL*)

Wawang Suratno, In Jumanda K., Rita Karlina R.*

*Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Padjadjaran, E-mail: wawang@bdg.centrin.net.id

ABSTRAK

Salah satu sumber minyak tumbuhan yang sangat prospektif untuk bahan baku biodiesel adalah minyak biji jarak pagar (*Jatropha curcas L.*). Proses pembuatan biodiesel terdiri atas dua tahap yaitu proses esterifikasi dan transesterifikasi. Untuk menyempurnakan kedua proses tersebut, maka digunakan metanol berlebih. Proses esterifikasi menghasilkan fasa metanol-air, *gum*, dan metil ester, sedangkan proses transesterifikasi menghasilkan fasa, metil ester dan gliserol. Kelebihan metanol yang tidak bereaksi terdistribusi dalam fasa-fasa tersebut. Untuk memperoleh kembali sisa metanol dilakukan melalui distilasi satu tahap. Dari lima percobaan yang dilakukan, metanol berlebih yang dapat diperoleh kembali dari proses esterifikasi adalah 65,69%; 77,37%; 62,04%; 72,98%; dan 62,77% dari metanol sisa (teoritis). Sedangkan dari proses transesterifikasi adalah 10,99%; 21,69%; 9,05%; 28,73%; dan 21,72% dari jumlah metanol sisa (teoritis). Indeks refraksi metanol yang terdistilasi antara 1,3206 sampai 1,3306; dibanding dengan indeks refraksi metanol murni yang 1,3306. Sedangkan kromatogram dari analisis kromatografi gas cair menunjukkan bahwa kadar metanol berada antara 87,3% sampai 100%. Biodiesel yang dihasilkan telah memenuhi spesifikasi biodiesel Standar Nasional Indonesia.

Kata Kunci: Recovery metanol; Biodiesel, Minyak jarak pagar

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif dari bahan baku dapat diperbaharui yang tersusun dari berbagai macam ester asam lemak. Minyak nabati seperti minyak sawit (*palm oil*), minyak kelapa (*coconut oil*), minyak jarak pagar (*jatropha curcas oil*), minyak biji kapok randu, dan masih ada lebih dari 30 macam tumbuhan Indonesia yang potensial untuk dijadikan sumber energi cair ini. Biodiesel bersifat ramah lingkungan, daya bakarnya dan nilai pelumasan dapat dibuat lebih baik dari minyak solar.

Salah satu sumber minyak tumbuhan yang sangat prospektif untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel adalah biji jarak pagar (*Jatropha curcas L.*). Selain merupakan sumber energi dapat diperbaharui (*renewable fuels*), minyak jarak pagar tidak termasuk kategori minyak pangan (*edible oil*) sehingga pemanfaatannya sebagai biodiesel tidak akan mengganggu penyediaan kebutuhan minyak pangan nasional (Hambali dkk., 2006). Selain itu,

tanaman jarak pagar bisa hidup dan tetap produktif meski ditanam di tanah kritis dan tandus, tumbuh dengan baik di dataran rendah maupun pegunungan, sedikit hama dan mulai berbuah pada usia lima bulan sesudah ditanam, serta dapat dipanen terus-menerus hingga usia 50 tahun (Suherman, 2005).

Minyak jarak pagar dapat digunakan sebagai bahan bakar mesin disel perlu terlebih dahulu dilakukan proses esterifikasi dan transesterifikasi yaitu mengubah asam lemak bebas dan trigliserida dalam minyak itu menjadi metil ester (biodiesel) dan gliserol (Hambali dkk., 2006).

Untuk menyempumakan kedua proses tersebut, digunakan alkohol berlebih. Alkohol yang paling umum digunakan dalam proses pembuatan biodiesel adalah metanol, walaupun alkohol lain juga dapat digunakan seperti etanol, isopropil, dan butil alkohol. Faktor utama pemilihan alkohol adalah yang tidak mudah mengikat air. Faktor lain adalah harga, jumlah alkohol yang digunakan untuk reaksi, kemudahan dalam memperoleh kembali (*recovery*) dan mendaur ulang (*recycle*) alkohol. Pilihan terbaik saat ini, alkohol yang digunakan adalah metanol (Knothe *et al.*, 2004). Proses esterifikasi menghasilkan fasa metanol-air, *gum*, dan metil ester, sedangkan proses transesterifikasi menghasilkan fasa, metil ester dan gliserol. Kelebihan metanol yang tidak bereaksi terdistribusi dalam fasa-fasa tersebut. (Bam *et al.*, 1995).

Pada proses keseluruhan pengolahan minyak jarak pagar menjadi biodiesel, terdapat tiga aliran samping yang harus diolah, yaitu alkohol berlebih yang dapat didaur ulang dalam proses, produk samping gliserol, dan aliran air limbah dari proses. Proses *recovery* metanol sangat diperlukan agar proses produksi biodiesel menjadi lebih ekonomis dan mengurangi dampak lingkungan.

1.2 Tujuan Penelitian

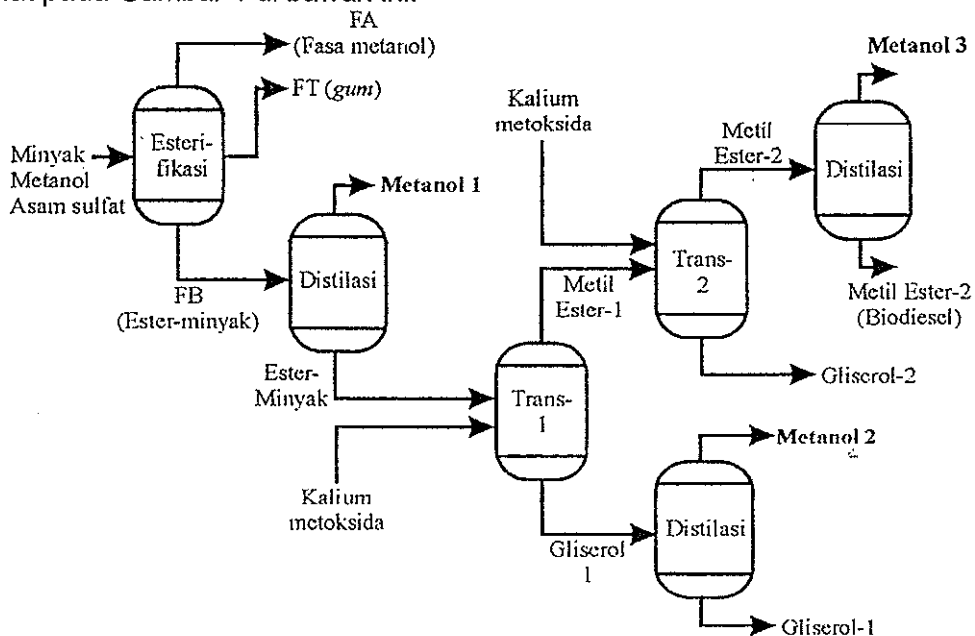
Dari latar belakang tersebut di atas timbul permasalahan yang akan dijawab dalam penelitian ini sekaligus merupakan tujuan penelitian adalah:

1. Mengetahui berapa banyak dan kualitas metanol yang bisa diperoleh kembali dari proses esterifikasi dan transesterifikasi pembuatan biodiesel dari minyak jarak pagar melalui distilasi satu tahap.
2. Mengetahui karakteristik biodiesel yang dihasilkan setelah *recovery* metanol?

II. METODOLOGI PENELITIAN

Analisis minyak jarak pagar yang meliputi uji bilangan asam, bilangan penyabunan, dan densitas. Kemudian waktu optimum proses esterifikasi ditentukan untuk mengetahui waktu proses esterifikasi minyak hingga menghasilkan bilangan asam kurang dari 1 mg KOH/g. Waktu optimum ini digunakan untuk proses esterifikasi asam lemak bebas dari minyak jarak pagar dengan bahan baku minyak yang lebih banyak. Selanjutnya *recovery* metanol dari fasa ester-minyak pada proses esterifikasi yang dilakukan dengan metode distilasi satu tahap. Kemudian dilanjutkan dengan proses transesterifikasi menggunakan katalis basa dan *recovery* metanol dari fasa ester dan gliserol pada proses ini juga melalui distilasi satu tahap. Metanol hasil distilasi dianalisis melalui metode refraktometri dan kromatografi gas cair. Sedangkan biodiesel yang dihasilkan setelah *recovery* metanol dianalisis sesuai spesifikasi Standar Nasional Indonesia. Terakhir, data yang diperoleh diinterpretasikan dan disimpulkan.

Diagram alir proses pembuatan biodiesel secara keseluruhan dapat dilihat pada Gambar 1 di bawah ini:



Gambar 1. Proses pembuatan biodiesel secara keseluruhan

II. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Analisis Awal Minyak Jarak Pagar

Sifat kimia penting dari minyak diantaranya adalah bilangan asam dan bilangan penyabunan. Hasil analisis awal minyak jarak pagar (*Jatropha curcas oil*) yang akan diproses menjadi biodiesel pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Analisis awal minyak jarak pagar

Parameter	Satuan	Hasil	Standar*
Bilangan asam	mg KOH/g	19,8844	1,0-38,2
Bilangan penyabunan	mg KOH/g	189,618	188-198
Densitas	g/mL	0,9090	0,9177

*Sumber: Mittelbach & Remschmidt, 2004

Bilangan asam minyak jarak pagar yang diperoleh adalah 19,8844 mg KOH/g minyak. Nilai ini menunjukkan bahwa asam lemak bebas yang terdapat dalam minyak cukup banyak. Jika jumlah asam lemak bebas kurang dari 1% dapat diabaikan. Oleh karena itu perlu dilakukan proses esterifikasi dahulu agar asam lemak yang ada tidak mengganggu proses transesterifikasi, sehingga hasil (*yield*) biodiesel optimal.

Nilai bilangan asam minyak jarak pagar ini digunakan untuk menghitung jumlah stoikiometri metanol yang digunakan pada proses esterifikasi. Sedangkan bilangan penyabunan digunakan untuk menghitung jumlah stoikiometri metanol yang digunakan untuk proses transesterifikasi.

3.2 Penentuan waktu Optimum Proses Esterifikasi

Proses esterifikasi bertujuan untuk mengkonversi asam lemak bebas menjadi ester dengan mengolah minyak jarak pagar dengan metanol. Katalis yang digunakan adalah asam sulfat. Campuran ini direfluks dengan variasi waktu 0,5; 1; 1,5; dan 2 jam untuk mengetahui waktu optimum proses esterifikasi melalui pengujian bilangan asam dari ester-minyak yang dihasilkan.

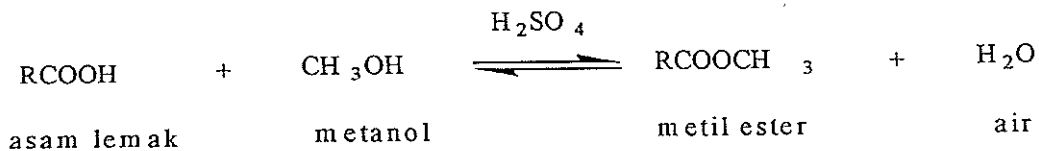
Tabel 2. Bilangan asam ester-minyak

Waktu (jam)	Aa (mg KOH/g)
2	0,9214
1,5	0,6654
1	0,4607
0,5	1,1518

Dari tabel di atas dapat dilihat bahwa pada proses esterifikasi 1 jam menghasilkan angka asam paling rendah, yaitu 0,4607 mg KOH/g minyak. Dengan demikian, waktu 1 jam ini digunakan untuk proses esterifikasi pada pembuatan biodiesel. Sedangkan pada waktu 0,5 jam, bilangan asam masih lebih dari 1 mg KOH/g. Ini berarti reaksi konversi asam lemak bebas menjadi ester belum sempurna. Dan waktu 1,5 dan 2 jam kemungkinan ada penguraian trigliserida menghasilkan asam-asam lemak bebas, sehingga bilangan asam lebih tinggi dari 1 jam.

3.3 Proses Esterifikasi

Pada tahap pertama dari proses pembuatan biodiesel, asam lemak bebas dikonversi menjadi ester melalui reaksi esterifikasi asam (Gambar 3.1).



Gambar 2. Reaksi esterifikasi asam lemak bebas

Reaksi esterifikasi dilakukan melalui proses refluks. Tujuan proses refluks adalah: (1) Mempertahankan suhu reaksi pada kondisi tertentu (65°C); (2) Pengadukan isi labu reaksi dengan bantuan gelembung-gelembung uap yang timbul; (3) Mengeluarkan panas dari suatu reaksi eksotermis dengan memanfaatkannya sebagai panas penguapan.

Reaksi esterifikasi bersifat reversibel. Untuk memperoleh rendemen tinggi dari ester, kesetimbangan harus digeser ke arah ester. Hal ini dapat dicapai dengan menggunakan salah satu pereaksi yang murah secara berlebihan. Sistem katalis asam umumnya memiliki laju reaksi lambat, karena itu, perbandingan alkohol terhadap asam lemak harus tinggi (10:1 atau lebih).

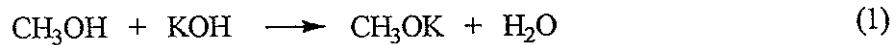
Pemisahan pada proses esterifikasi menghasilkan tiga fasa. Fasa atas berupa fasa metanol (sisa metanol dan sedikit air), fasa bawah merupakan fasa ester-minyak (berupa minyak dan terdapat sedikit ester), sedangkan fasa tengah merupakan *gum*, karena minyak jarak yang digunakan tidak mendapat perlakuan *degumming* terlebih dahulu.

3.4 Proses Transesterifikasi

Biodiesel diperoleh melalui reaksi transesterifikasi dari mono-, di- dan trigliserida dengan metanol dalam basa. Zat antara ini sering mengkontaminasi

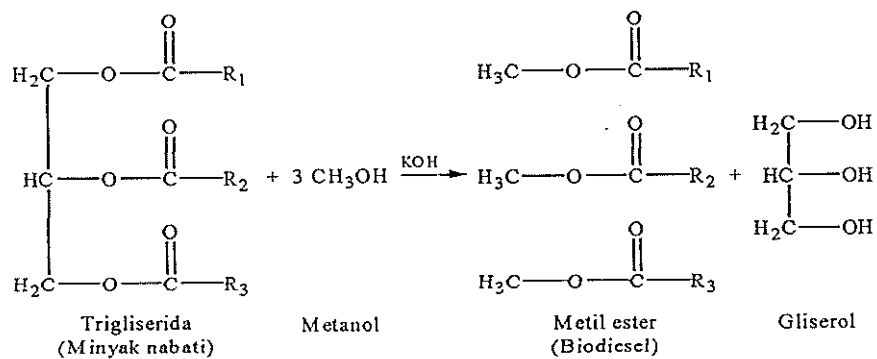
produk akhir. Zat-zat lain yang dapat mengkontaminasi biodiesel adalah residu metanol, gliserol, dan katalis.

Katalis yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah kalium hidroksida. Jumlah katalis yang umum digunakan untuk kalium hidroksida adalah 1% dari massa minyak (Gerpen *et al.*, 2004a). Katalis tersebut direaksikan dengan metanol seperti ditunjukkan reaksi berikut:



Senyawa kalium metoksida terdiri atas ion CH_3O^- (alkoksida) dan ion K^+ . Ion CH_3O^- adalah spesies yang menyerang trigliserida.

Penggunaan langsung kalium metoksida sebagai katalis menjadi cara terbaik. Reaksi metanol dan KOH (persamaan 1) tidak dapat terjadi dalam reaksi yang bebas air. Transesterifikasi dapat terjadi secara langsung, dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3. Reaksi transesterifikasi

Jika terlalu banyak KOH yang digunakan, terjadi penyabunan hasilnya berbentuk gel yang mengganggu proses selanjutnya. Jika penggunaan KOH kurang, maka reaksi tidak sempurna sehingga sebagian minyak yang tidak bereaksi akan bercampur dengan biodiesel dan gliserol. Hasil proses akan membentuk tiga lapisan yaitu biodiesel pada bagian atas, minyak yang tidak bereaksi dan gliserol pada bagian bawahnya.

Proses transesterifikasi dilakukan sebanyak dua kali. Hal ini dilakukan untuk menyempurnakan konversi reaksi agar dapat memenuhi standar gliserol total sesuai dengan spesifikasi biodiesel. Di akhir reaksi, terdapat dua lapisan (fasa) yaitu fasa gliserol dan fasa metil ester (FAME: *fatty acid methyl ester*).

3.5 Recovery Metanol

Penggunaan metanol berlebih bertujuan agar reaksi lebih bergeser ke arah produk, sehingga reaksi lebih sempurna. Metanol sisa pada setiap fasa

dapat diperoleh kembali (*recovery*) dan didaur ulang (*recycle*) ke dalam proses untuk meminimalkan ongkos operasi dan pengaruh buruk terhadap lingkungan.

Metanol mendidih pada suhu 64,7°C, namun mulai menguap sebelum mencapai titik didihnya. Metanol lebih mudah diperoleh kembali dan didaur ulang karena tidak membentuk azeotrop dengan air, dan relatif menghasilkan metanol murni yang dapat digunakan kembali. Metanol dapat diperoleh kembali di akhir proses atau hanya dari fasa gliserol, karena sekurang-kurangnya 70% dari jumlah kelebihan metanol yang berada di dalam fasa gliserol (Gerpen *et al.*, 2004).

Recovery metanol dilakukan melalui metode distilasi satu tahap dengan dibantu aliran nitrogen yang bertujuan untuk mencegah oksidasi dari metil ester ataupun gliserol. Pada fasa gliserol, distilasi dilakukan hingga suhu 65-70°C, sehingga semua metanol terdistilasi. Suhu akan meningkat hingga 100°C atau lebih, dan kemudian mulai berbusa dan distilasi harus dihentikan. Jika tidak, akan didapatkan produk samping berupa busa berwarna coklat dalam kondensat metanol.

Dari lima percobaan yang dilakukan, diperoleh data pemisahan fasa pada proses esterifikasi, sekaligus volume metanol hasil distilasi dari fasa bawah (fasa ester-minyak) seperti terlihat pada Tabel 3.3 di bawah ini.

Tabel 3. Data pemisahan fasa pada proses esterifikasi

Percobaan	Metanol (mL)	Volume (mL)			Vol. distilat metanol (mL)	
		FA	FT	FB	FA	FB (metanol 1)
1	144	75	25	597	-	15
2	144	78	28	597	-	28
3	144	78	23	597	-	7
4	144	71	18	597	-	29
5	144	62	30	597	-	24

Keterangan: FA = fasa atas (fasa metanol); FT = fasa tengah (*gum*)
FB = fasa bawah (fasa ester-minyak)

Berdasarkan Tabel di atas, dari volume fasa ester-minyak yang sama dari masing-masing percobaan, setelah didistilasi menghasilkan metanol 1 dengan volume yang berbeda-beda. Hal ini kemungkinan berasal dari dalam proses distilasi, walaupun kondisi distilasi dijaga konstan. Data persentase *recovery* metanol pada proses esterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data hasil *recovery* metanol pada proses esterifikasi

Per c.	Metan ol umpa n	Metanol reaksi		Metanol sisa (teoritis)		Metanol sisa (distilat)		Metan ol yang tidak teram bil (X)	% <i>recove ry</i>
		mL	%	mL	%	mL	%		
1	144 mL	6,993 9 mL	4,85 %	137,00 61 mL	95,14 %	90 mL	62,5%	47,00 61 mL	65,69 %
2	144 mL	6,993 9 mL	4,85 %	137,00 61 mL	95,14 %	10 6 mL	73,61 %	31,00 61 mL	77,37 %
3	144 mL	6,993 9 mL	4,85 %	137,00 61 mL	95,14 %	85 mL	59,03 %	52,00 61 mL	62,04 %
4	144 mL	6,993 9 mL	4,85 %	137,00 61 mL	95,14 %	10 0 mL	69,44 %	37,00 61 mL	72,98 %
5	144 mL	6,993 9 mL	4,85 %	137,00 61 mL	95,14 %	86 mL	59,72 %	51,00 61 mL	62,77 %

Metanol yang bereaksi berasal dari selisih jumlah asam lemak bebas dari fasa ester-minyak dan jumlah asam lemak bebas minyak jarak pagar. Sedangkan metanol sisa (distilat) merupakan jumlah metanol hasil distilasi dari fasa ester-minyak dengan fasa atas (fasa metanol). Metanol yang tidak terambil atau metanol yang masih tersisa dalam ester-minyak dimasukkan sebagai metanol umpan untuk proses transesterifikasi. Dari data pada tabel di atas menunjukkan hasil *recovery* rata-rata pada proses esterifikasi adalah 68,17%.

Jumlah metanol umpan pada proses transesterifikasi diperoleh dari bilangan penyabunan minyak jarak pagar, yaitu 68,3 mL (1 stoikiometri). Untuk menyempumakan reaksi transesterifikasi, maka digunakan metanol berlebih, sehingga jumlah total metanol sebanyak 1,5 stoikiometri, yaitu 102,4 mL. Jumlah total metanol ini dibagi menjadi dua tahap proses transesterifikasi, yaitu transesterifikasi I dan II sebanyak lima perlakuan, dengan penambahan metanol seperti tertera pada Tabel 4.5 dan 4.6. Tujuan perlakuan penambahan metanol ini adalah untuk mengetahui banyaknya metanol yang dapat diperoleh kembali dengan metode distilasi satu tahap. Data pemisahan fasa pada proses transesterifikasi I dan II, serta hasil distilasi dari fasa gliserol 1 dan metil ester 2 dapat dilihat pada Tabel 5 dan 6.

Tabel 5. Data pemisahan fasa pada proses transesterifikasi I

Percobaan	Penambahan metanol	Jumlah metanol (mL)	Volume (mL)		Vol. distilat metanol (mL)	
			FA	FB	FA	FB (metanol 2)
1	1,0 stoik	68,3	549	57	-	5
2	1,1 stoik	75,1	546	64	-	6
3	1,2 stoik	81,9	537	78	-	5
4	1,3 stoik	88,8	530	97	-	14
5	1,4 stoik	95,6	537	97	-	16

Keterangan: FA = fasa atas (metil ester 1); FB = fasa bawah (gliserol 1).

Tabel 6. Data pemisahan fasa pada proses transesterifikasi II

Percobaan	Penambahan metanol	Jumlah metanol (mL)	Volume (mL)		Vol. distilat metanol (mL)	
			FA	FB	FA (metanol 3)	FB
1	0,5 stoik	34,1	545	27	4	-
2	0,4 stoik	27,3	555	12	8	-
3	0,3 stoik	20,5	533	15	3	-
4	0,2 stoik	13,6	535	0	7	-
5	0,1 stoik	6,8	532	4	3	-

Keterangan: FA = fasa atas (metil ester 2); FB = fasa bawah (gliserol 2)

Pemisahan fasa dilakukan setelah proses transesterifikasi I. Metanol 2 diperoleh dari distilasi satu tahap terhadap fasa gliserol 1. Sedangkan fasa metil ester 1 langsung memasuki proses transesterifikasi II, karena di dalamnya masih terdapat metanol berlebih yang diperlukan untuk reaksi transesterifikasi II agar konversi reaksi lebih sempurna. Metanol 3 diperoleh dari distilasi satu tahap terhadap fasa metil ester 2. Fasa gliserol 2 tidak dilakukan distilasi karena volumenya sedikit. Pada percobaan 4 terlihat tidak terdapat fasa gliserol 2. Hal ini disebabkan pada proses transesterifikasi I, fasa gliserol sudah keluar cukup banyak. Data *recovery* metanol pada proses transesterifikasi tertera pada Tabel 7.

Tabel 7. Data hasil *recovery* metanol pada proses transesterifikasi

Per c.	Metanol l umpan	Metanol reaksi		Metanol sisa (teoritis)		Metanol sisa (distilat)		Metanol yang tidak terambil	% <i>recovery</i>
1	149,40 61 mL	67,55 96 mL	45,21 %	81,84 65 mL	54,78 %	9 m L	6,02 %	72,84 65 mL	10,99 %
2	133,40 61 mL	68,86 87 mL	51,62 %	64,53 74 mL	48,37 %	14 m L	10,49 %	50,53 74 mL	21,69 %
3	154,40 61 mL	66,05 65 mL	42,78 %	88,34 96 mL	57,22 %	8 m L	5,18 %	80,34 96 mL	9,05%
4	139,40 61 mL	66,31 91 mL	47,57 %	73,08 7 mL	52,42 %	21 m L	15,06 %	52,08 7 mL	28,73 %
5	153,40 61 mL	65,92 72 mL	42,97 %	87,47 89 mL	57,02 %	19 m L	12,38 %	68,47 89 mL	21,72 %

Volume total metanol umpan pada proses transesterifikasi berasal dari jumlah total 1,5 stoikiometri yang diperoleh dari uji bilangan penyabunan minyak jarak pagar dan volume metanol yang tidak terambil pada proses esterifikasi. Metanol yang bereaksi pada proses transesterifikasi setara dengan kadar metil ester (biodiesel) yang diperoleh dari masing-masing percobaan. Banyaknya metanol sisa (teoritis) diperoleh dari selisih metanol umpan dengan metanol reaksi. Sedangkan volume metanol sisa (distilat) diperoleh dari jumlah volume metanol dari hasil distilasi pada masing-masing percobaan. Dari Tabel di atas, terlihat bahwa metanol yang diperoleh melalui distilasi satu tahap sangat kecil sehingga masih banyak metanol yang tidak terambil dalam biodiesel dan sebagian lagi berada dalam fasa gliserol 2.

4.7 Analisis Metanol

Analisis metanol yang dilakukan meliputi pengujian indeks refraksi menggunakan refraktometer dan metode kromatografi gas cair. Analisis ini berguna untuk menentukan kualitas metanol hasil distilasi pada proses pembuatan biodiesel.

Indeks refraksi (indeks bias) merupakan salah satu sifat fisik dari zat dan digunakan untuk menunjukkan kemurnian suatu zat. Kirk & Othmer (1952) dalam bukunya *Encyclopedia of Chemical Technology*, menyatakan bahwa indeks

refraksi metanol adalah 1,3306 (suhu 16°C dan cahaya natrium). Hasil analisis indeks refraksi sampel metanol hasil percobaan dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Data indeks refraksi metanol

Sampel	η_D^{20}	Sampel	η_D^{20}
Metanol 1-1	1,3232	Metanol 3-3	1,3257
Metanol 1-2	1,3274	Metanol 4-1	1,3206
Metanol 1-3	1,3256	Metanol 4-2	1,3217
Metanol 2-1	1,3242	Metanol 4-3	1,3306
Metanol 2-2	1,3236	Metanol 5-1	1,3226
Metanol 2-3	1,3256	Metanol 5-2	1,3236
Metanol 3-1	1,3207	Metanol 5-3	1,3236
Metanol 3-2	1,3277	Standar	1,3306

Keterangan: Metanol 1-1 = metanol 1 pada percobaan 1
Metanol 1-2 = metanol 2 pada percobaan 1
Metanol 1-3 = metanol 3 pada percobaan 1

Data tabel di atas menunjukkan bahwa indeks refraksi metanol hasil *recovery* mendekati indeks refraksi metanol standar.

Analisis metanol lainnya adalah metode kromatografi gas cair. Kromatografi gas cair merupakan metode pemisahan yang sangat efisien dan serbaguna. Sistem ini sangat baik sehingga dapat dikatakan sebagai metode pilihan dalam kromatografi karena dapat memisahkan dengan cepat dan peka. Data kadar metanol hasil *recovery* dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 9 Data kadar metanol berdasarkan metode KGC

No.	Sampel	Puncak ke-	Waktu retensi	Luas puncak	Kadar metanol
1	Metanol p.a-1	1	1,200	113371,4680	
2	Metanol p.a-2	1	1,233	114935,8340	
Rata-rata luas puncak				114153,651	99,9%
3	Metanol 1-1	1	1,166	111599,0620	97,6%
4	Metanol 1-2	1	1,150	110362,3560	96,6%
		2	2,400	2580,3010	
		3	4,650	931,5790	
5	Metanol 1-3	1	1,216	105319,3730	92,2%
		2	1,933	6602,1275	
6	Metanol 2-1	1	1,200	111587,2820	97,6%
7	Metanol 2-2	1	1,200	102630,2260	89,8%
		2	1,883	7333,8580	
8	Metanol 2-3	1	1,350	99795,0815	87,3%
		2	2,050	7457,0390	

9	Metanol 3-1	1	1,266	114909,7090	100%
10	Metanol 3-2	1	1,200	101937,7980	89,2%
		2	2,616	2724,5520	
11	Metanol 3-3	1	1,216	105759,7995	92,5%
		2	2,433	3886,1935	
12	Metanol 4-1	1	1,166	115379,6100	100%
13	Metanol 4-2	1	1,200	101605,9710	88,9%
		2	1,966	3253,7525	
		3	4,200	227,8560	
		4	4,500	810,9990	
14	Metanol 4-3	1	1,200	102608,7960	89,8%
		2	2,066	4078,7900	
		3	4,500	617,1330	
		4	5,233	395,9015	
		5	5,850	612,1915	
15	Metanol 5-1	1	1,250	110856,7760	97%
		2	1,966	6836,7140	
16	Metanol 5-2	1	1,216	107976,3520	94,5%
		2	2,083	6250,9160	
		3	7,433	336,3740	
17	Metanol 5-3	1	1,216	110255,5770	96,5%
		2	2,116	4395,6580	
		3	4,550	1765,4290	
		4	7,550	387,2730	

Keterangan: Metanol 1-1 = metanol 1 pada percobaan 1, hasil distilasi fasa ester-minyak pada proses esterifikasi.

Metanol 1-2 = metanol 2 pada percobaan 1, hasil distilasi fasa gliserol I pada proses transesterifikasi I.

Metanol 1-3 = metanol 3 pada percobaan 1, hasil distilasi fasa metil ester II pada proses transesterifikasi II.

Data tabel di atas menunjukkan bahwa kadar metanol hasil kromatografi gas cair adalah antara 87,3% hingga 100% dengan kadar metanol standar sebesar 99,9%. Adanya sampel metanol yang kadarnya melebihi standar, kemungkinan disebabkan oleh kesalahan dari pemasukan cuplikan terutama karena volume injeksi yang tidak tepat dan oleh pelebaran puncak. Kemungkinan lain disebabkan oleh adanya sedikit pengaruh azeotrop antara metanol dan air pada saat proses distilasi.

4.8 Analisis Biodiesel

Kualitas bahan bakar biodiesel dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu : (1) Kualitas bahan baku; (2) Komposisi asam lemak dari minyak tumbuhan; (3) Proses produksi dan zat-zat lain yang digunakan dalam proses; (4) Parameter-parameter setelah produksi.

Salah satu parameter penting kualitas biodiesel adalah kadar gliserol total. Meningkatnya nilai gliserol total menunjukkan reaksi transesterifikasi yang makin sempurna. Tetapi gliserol ini harus dipisahkan dengan baik dari metil esternya. Disamping karena gliserol punya nilai ekonomi, juga dapat menyebabkan deposit karbon dalam mesin. Nilai kadar gliserol total dan karakteristik biodiesel lainnya dapat dilihat pada Tabel 10.

Gliserol tidak larut dalam biodiesel sehingga semua gliserol dengan mudah dapat dipisahkan melalui sentrifugasi. Umumnya gliserol ini dapat dihilangkan selama proses pencucian dengan air. Bahan bakar yang dicuci oleh air hangat umumnya memiliki kadar gliserol bebas yang kecil. Sedikit gliserol dapat bersisa sebagai tetesan-tetesan tersuspensi dalam biodiesel, dikenal sebagai gliserol bebas. Bahan bakar dengan gliserol bebas berlebih akan memiliki masalah dengan pengendapan gliserol di dalam tangki penyimpanan, menghasilkan campuran yang sangat kental yang dapat menyumbat penyaring bahan bakar dan menyebabkan masalah pembakaran dalam mesin.

Tabel 10. Karakteristik biodiesel

Parameter	Satuan	Hasil percobaan						Standar Nasional Indonesia
		1	2	3	4	5	Rata-rata	
Bilangan asam	Mg KOH/g	0,1615	0,1514	0,1413	0,1615	0,1312	0,1493	Maks. 0,8
Bilangan iod	g I ₂ /100 g	96,88	99,81	100,05	98,10	99,07	98,78	Maks. 115
Bilangan penyabunan	Mg KOH/g	198,90	194,69	197,30	196,72	200,20	197,56	-
Kadar gliserol total	%-b	0,2258	0,2216	0,2206	0,2227	0,2196	0,2220	Maks. 0,24
Kadar gliserol bebas	%-b	0,0098	0,0089	0,0058	0,0026	0,0079	0,007	Maks. 0,02
Kadar ester	%-b	97,89	97,85	97,88	97,87	98,01	97,9	Min. 96,5
Densitas (26°C)	g/mL	0,8718	0,8726	0,8726	0,8716	0,8713	0,8719	0,85-0,89 (40°C)

Bilangan iod digunakan sebagai indikator dari kejenuhan biodiesel atau untuk mengukur jumlah ikatan rangkap dalam biodiesel. Struktur asam lemak dan kejenuhan tidak berpengaruh banyak pada proses transesterifikasi, namun mempengaruhi sifat-sifat biodiesel. Lemak jenuh menghasilkan bahan bakar biodiesel dengan stabilitas oksidatif yang lebih baik, angka setana yang lebih tinggi, tetapi mudah membeku pada suhu kamar.

Bilangan iod berhubungan pula dengan viskositas dan bilangan setana, yang keduanya menurun dengan meningkatnya derajat ketakjenuhan. Menurunnya stabilitas oksidatif menyebabkan pembentukan bermacam-macam produk degradasi, yang dapat mempengaruhi kinerja mesin. Bahan bakar dengan bilangan iod tinggi cenderung terjadi polimerisasi dan membentuk deposit pada lubang injektor, cincin piston dan alur cincin piston, ketika dipanaskan.

Jika terdapat air, ester dapat menghidrolisis rantai asam lemak panjang yang dapat menyebabkan bilangan asam, viskositas, atau kandungan sedimen biodiesel meningkat. Akibatnya bahan bakar tidak dapat digunakan lagi untuk bahan bakar transportasi.

Stabilitas penyimpanan merupakan kemampuan bahan bakar untuk tahan terhadap perubahan kimia selama penyimpanan dalam waktu yang lama. Perubahan tersebut biasanya terdiri atas oksidasi karena kontak dengan oksigen dari udara. Komposisi asam lemak dari bahan bakar biodiesel adalah faktor penting dalam menentukan stabilitas terhadap udara. Umumnya, asam lemak tak jenuh (C 18:2, asam linoleat; C 18:3, asam linolenat) lebih rentan terhadap oksidasi. Perubahan dapat dikatalisis melalui keberadaan logam-logam (termasuk tangki penyimpanan) dan cahaya. Perubahan kimia dalam bahan bakar juga didukung oleh oksidasi yang biasanya menghasilkan hidroperoksida yang dapat memproduksi rantai asam lemak pendek dan aldehid. Pada kondisi sebenarnya, hidroperoksida dapat juga berpolimerisasi. Oleh karena itu, oksidasi biasanya dapat dinyatakan melalui peningkatan bilangan asam dan viskositas bahan bakar. Perubahan tersebut sering disertai oleh warna biodiesel yang gelap, dari kuning menjadi coklat dan baunya yang tidak enak.

Bilangan penyabunan merupakan jumlah miligram KOH yang diperlukan untuk menyabunkan satu gram biodiesel. Dalam hal ini akan terjadi reaksi antara KOH dan metil ester. Parameter ini adalah ukuran dari massa molekul relatif rata-rata (atau panjang rantai) dari semua asam lemak yang terdapat dalam biodiesel. Besarnya bilangan penyabunan tergantung dari massa molekul relatif. Biodiesel yang mempunyai massa molekul relatif rendah akan mempunyai bilangan penyabunan yang lebih tinggi daripada biodiesel yang mempunyai massa molekul relatif tinggi.

Densitas sampel metil ester asam lemak bergantung pada komposisi asam lemak dan kemumiannya. Di sisi lain, densitas meningkat dengan menurunnya rantai panjang dan meningkatnya jumlah ikatan rangkap, hal ini menyatakan nilai yang tinggi untuk bahan bakar yang kaya akan senyawa tak

jenuh. Di sisi lain, densitas dapat dikurangi oleh keberadaan kontaminan berdensitas rendah, seperti metanol.

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari percobaan yang dilakukan dalam penelitian ini dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Metanol yang dapat diperoleh kembali dari proses esterifikasi melalui distilasi satu tahap adalah rata-rata 68,17% dari jumlah metanol sisa (teoritis). Sedangkan dari proses transesterifikasi adalah 10,99%; 21,69%; 9,05%; 28,73%; dan 21,72% dari jumlah metanol sisa (teoritis).
2. Metanol yang diperoleh dari proses *recovery* memiliki kadar antara 87,3% sampai 100% dan hasil analisis refraktometri menunjukkan indeks refraksi antara 1,3206 sampai 1,3306. Sehingga metanol hasil distilasi mendekati standar metanol murni.
3. Karakteristik biodiesel yang dihasilkan telah memenuhi standar Forum Biodiesel Indonesia.

Saran

Saran yang dapat dianjurkan adalah sebagai berikut:

1. Proses *recovery* metanol dapat dilakukan dengan metode lain, seperti distilasi vakum atau evaporator vakum. Dengan demikian dapat dibandingkan metode yang lebih baik dengan jumlah metanol yang lebih banyak dan lebih murni.
2. Penelitian selanjutnya sebaiknya menganalisis kadar fosfor dari fasa tengah hasil pemisahan proses esterifikasi yang diduga merupakan *gum*.
3. Sebaiknya diteliti pula penggunaan pencampuran biodiesel dan petrodiesel pada mesin kendaraan, sehingga dapat diketahui unjuk kerja penggunaan biodiesel terhadap mesin tanpa mempengaruhi komponen-komponen mesin.
4. Kajian ekonomi pemanfaatan minyak jarak pagar untuk proses produksi biodiesel masih harus ditelaah kembali, mengingat perolehan bahan baku biji jarak pagar yang masih mahal dan produksinya belum skala besar.
5. Penggunaan minyak jarak pagar sebagai bahan bakar alternatif yang disertai modifikasi mesin perlu diteliti lebih lanjut, sehingga minyak jarak pagar dapat digunakan langsung agar lebih efisien dan biaya lebih murah.

DAFTAR PUSTAKA

- Bam, N., Drown, D.C., Korus, R., Hoffman, D.S., Johnson, T.G., and Washam, J.M. 1995. *Method for Purifying Alcohol Esters*. US Patent 4,424,467. June 13.
- Brodjonegoro, T.P., Soerawidjaja, T.H., dan Reksowardojo, I.K. 2006. *Biodiesel Bahan Bakar Cair Hayati*. Disampaikan pada Seminar Alternatif Bahan Bakar di Politeknik Bandung. Bandung, 7 Januari 2006.
- Gerpen, J.V., Shanks, B., Pruszko, R., Clements, D., Knothe, G. 2004a. *Biodiesel Analytical Methods*. NREL/SR-510-36240. July 24. [online]. Available at <http://www.nrel.gov>.
- 2004b. *Biodiesel Production Technology*. NREL/SR-510-36244. July 24. [online]. Available at <http://www.nrel.gov>.
- Hambali, E., Suryani, A., Dadang, Hariyadi, Hanafie, H., Reksowardojo, I.K., Rivai, M., Ihsanur, M., Suryadarma, P., Tjitrosemito, S., Soerawidjaja, T.H., Prawitasari, T., Prakoso, T., dan Purnama, W. 2006. *Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodiesel*. Cetakan I. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Knothe, G., Gerpen, J.V., and Krahl, J. 2004. *The Biodiesel Handbook*. Illinois: AOCS Press.
- Lele, S. 2004. *The cultivation of Jatropha curcas (VanaErand or RatanJyot)*. [Online]. Available at <http://www.svlele.com/green.gif>.
- Mittelbach, M. and Remschmidt, C. 2004. *Biodiesel The Comprehensive Handbook*. First Edition. Austria: Boersedruck Ges.m.b.H, Vienna.
- Suherman, C. 2005. *Budidaya Tanaman Jarak (Jatropha curcas L.) Bahan Alternatif Biofuel*. Disampaikan pada Seminar Ilmiah Himpunan Mahasiswa Sosek Fakultas Pertanian Unpad. Bandung, 23 Desember 2005.