

# Buletin Penelitian Universitas Djuanda

VOLUME 13, NOMOR 2, SEPTEMBER 2008

Kelayakan Pengusahaan Terong Belanda (*Kasug*) Di Kabupaten Karo, Provinsi Sumatera Utara)

*Enda Wahyuni, Rita Nurmalina*

Pengaruh Suhu, Waktu, Kecepatan Pengadukan, Katalis dan Rasio Molar Metanol Terhadap Efektifitas Proses Transesterifikasi Pada Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Biji Nyamplung (*Calophyllum Inophyllum L.*)

*Sahirman, Ani Suryani, Djumali Mangunwidjaja, Sukardi, R. Sudradjat*

Mempelajari Teknik Pembuatan Teh Daun Legundi (*Vitex trifolia L.*) Dengan Metode Cabinet Dryer

*Mu'tashim, Noli Novidahlia, Lia Amalia*

Pengaruh Penambahan *Yeast Ekstrak* Terhadap Mutu dan Organoleptik Bakso Tempe

*Singgih, Lukmanul Hakim, Lia Amalia*

Pengaruh Berbagai Koagulan Lateks Terhadap Kondisi Penggumpalan, Spesifikasi Teknis, Karakteristik Vulkanisasi dan Sifat Fisik Vulkanisat

*Afrizal Vachlepi, M. Solichin, Azhari Anwar*

Peran Hukum Di Indonesia Dalam Menghadapi Perkembangan Teknologi dan Informasi

*Agus Pramono*

Indeks Pembangunan Manusia (IPM) : Telaahan Terhadap Pencapaian Target IPM Jawa Barat

*Eri Krisna*

Pemeliharaan Benih Ikan Maskoki (*Cavassius auratus*) Dengan Kepadatan Berbeda Pada Wadah Resirkulasi

*Rosnawati*

Lembaga Penelitian - UNIDA

**BULETIN PENELITIAN  
UNIVERSITAS DJUANDA**

**Pembina** : Rektor Universitas Djuanda Bogor  
**Penanggung Jawab** : Direktur Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat  
Universitas Djuanda Bogor

**Dewan Penyunting**

**Ketua Penyunting** : Ki Agus Abdul Aziz, Ir., M.Sc.

**Mitra Bestari** : Prof. Dr. H. A. Gani Abdullah  
Dr. Komari, APU  
Dr. Apendi Arsyad, M.Si., Ir.  
Dr. Reki Wicaksono Ashadi, Ir., M.Agr.  
Dr. Endin Mujahidin, M.Si.  
Dr. Hermawan Thaheer, Ir.  
Dr. Syamsuddin Ali Nasution, Drs.  
Dr. Elis Dihansih, Ir., M.Si.  
Abadi Soetisna, Drh., M.Si.  
Krisna R. Sempurnadjaya, S.H., M.H.  
Eri Krisna, Drs., M.Si.  
Sri Harini, Dra., M.Si.  
Burhanuddin Malik, Ir., M.Appl.Sc.

**Sekretaris** : Sawarni Hasibuan, Ir., M.T.

**Tata Usaha**

**Pelaksana** : Bambang Pitono, S.Sos.

Alamat Dewan Penyunting dan Tata Usaha :  
Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Universitas Djuanda  
Jl. Tol Ciawi 1, Kotak Pos 35 Ciawi, Bogor 16720  
Telepon: (0251) 240773; Fax: (0251) 240985  
e-mail: [lppm\\_unida@yahoo.com](mailto:lppm_unida@yahoo.com)

**PENGARUH SUHU, WAKTU, KECEPATAN PENGADUKAN, KATALIS DAN RASIO MOLAR METANOL TERHADAP EFEKTIFITAS PROSES TRANSESTERIFIKASI PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK BIJI NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum L.*)**

**EFFECTS OF TEMPERATURE, TIME, STIRRING SPEED, CATALYST, AND METHANOL MOLAR RATIO ON THE EFFECTIVENESS OF TRANSESTERIFICATION PROCESS IN BIODIESEL PRODUCTION FROM NYAMPLUNG (*Calophyllum Inophyllum L.*) SEED**

Sahirman<sup>1</sup>, Ani Suryani<sup>2</sup>, Djumali Mangunwidjaja<sup>2</sup>, Sukardi<sup>2</sup>, R. Sudradjat<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Pusat Pengembangan dan Pemberdayaan Pendidik dan Tenaga Kependidikan Pertanian Cianjur

<sup>2</sup>Departemen Teknologi Industri Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian IPB Bogor

<sup>3</sup>Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan Bogor

**ABSTRACT**

*The aim of this research was to find appropriate transesterification conditions at production biodiesel production from Alexandrian laurel (*Calophyllum inophyllum L.*) seed oil. Nyamplung crude oil before transesterification was given degumming and esterification treatment. Condition process of transesterification is obtained to follow experiment influence of external factor to know affectivity of transesterification process. External factor covered temperature, time, speed of stirring, ratio of methanol molar and catalyst. Some of external factor that having significant transesterification effect is optimized to determine accuracy of level factor.*

*Experiment influence of temperature treatment, time, speed of stirring, ratio molar of methanol and concentration of catalyst is done separately use Completely Randomize Design (CRD). Biodiesel product is measurement viscosity and free fatty acid at end of transesterification. Optimization process is done to get optimum response use Response Surface Method (RSM). Data is processed with Minitab 14 and SAS V6.12.*

*Transesterification process of nyamplung oil which can yield low of free fatty acid and viscosities is obtained at ratio molar of methanol to oil 6:1, catalyst NaOH 1%, temperature of transesterification 60 °C, time 30 minute and speed of stirring 400 rpm. Optimization from response FFA content, weight of product and methyl ester content from two significant factor effect is obtained at ratio molar of methanol 6,3:1 and optimum catalyst NaOH 1,1%*

Keywords: *nyamplung oil, degumming, esterification, transesterification, biodiesel.*

**PENDAHULUAN**

Pemerintah Republik Indonesia menargetkan tahun 2005-2010 memproduksi biodiesel 2 % dari konsumsi solar (0.72 juta KL) dan pada tahun 2016-2025 memproduksi 5 % dari konsumsi solar (4.7 juta KL (PP No 5 tahun 2006). Indonesia memiliki banyak spesies tanaman penghasil

minyak yang dapat digunakan sebagai bahan baku biodiesel. Salah satu jenis minyak rakyat yang dapat digunakan sebagai bahan baku biodiesel adalah minyak nyamplung atau minyak bintangur.

Minyak bintangur hasil pengepresan dengan alat kempa hidrolik mempunyai karakteristik kadar air 0.25 %, densitas

0.944 gr/ml), bilangan asam 59.94 mg KOH/g, kadar asam lemak bebas 29.53%, bilangan penyabunan 198.1 mg KOH/g dan bilangan iod 86.42 mg I<sub>2</sub>/g (Sudradjat *et al.* 2007). Minyak nyamplung mengandung empat jenis asam lemak utama yaitu asam palmitat 15.89%, asam stearat 12.30%, asam oleat 48.49% dan asam linoleat 20.70% (Sudradjat *et al.* 2007). Proses esterifikasi pada suhu 60 °C dengan menggunakan katalis HCl menunjukkan bahwa konsentrasi katalis 6-12 % adalah kisaran penggunaan katalis yang terbaik (Sahirman, 2006). Esterifikasi minyak biji bintangur yang paling optimum diperoleh pada suhu 60 °C, konsentrasi katalis 6% dari FFA dan rasio mol metanol terhadap FFA 20:1 (Sudradjat *et al.* 2007). Konstanta kecepatan reaksi esterifikasi (k) minyak biji bintangur ordo satu pada suhu 301°K, 318 °K, 333 K dan 341 °K masing-masing berturut-turut adalah 0.0470 menit<sup>-1</sup>, 0.0546 menit<sup>-1</sup>, 0.0575 menit<sup>-1</sup>, dan 0.0627 menit<sup>-1</sup> (Sahirman *et al.*, 2007).

Transesterifikasi minyak kedele dilakukan dengan NaOH 1%, temperatur 60°C, rasio molar minyak metanol 6:1 (Freedman *et al.* 1984). Minyak sawit dilakukan transesterifikasi dengan katalis KOH 1%, temperatur 60 °C, rasio metanol minyak 6:1, waktu 30 menit dengan reaktor *batch* menghasilkan biodiesel dengan konversi 90-98% (Darnoko dan Cheryan 2000). Proses transesterifikasi minyak nabati dilakukan dengan menggunakan KOH atau NaOH 0.5-1%, temperatur 60-80°C, tekanan 1 atmosfer, rasio molar metanol minyak 6:1 dan dengan pengadukan 5-10 menit setelah penambahan metanol (Lele 2005). Proses transesterifikasi minyak jarak pagar dilakukan dengan NaOH 0.5%, suhu 60 °C, waktu 30 menit dan metanol 10 % (Sudradjat *et al.* 2005). Menurut Canakci dan Gerven (2003) transesterifikasi terhadap minyak yang mempunyai bilangan asam 1.54 mgKOH/g dilakukan dengan menggunakan katalis NaOCH<sub>3</sub> 0.82%, rasio

metanol minyak 6:1 yang keduanya dihitung dari jumlah minyak, suhu 55-60 °C, waktu 1 jam, kemudian dilanjutkan dengan pencucian sebanyak empat kali dan setiap kali pencucian menggunakan air panas bersuhu 60 °C sebanyak 50 % dari berat ester.

## METODOLOGI

### Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juli 2007 sampai dengan Februari 2008, di Laboratorium Kimia dan Energi Pusat Penelitian Hasil Hutan Bogor dan Laboratorium Pengujian Mutu VEDCA Ciajur.

### Bahan dan Peralatan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak dan biji nyamplung (nyamplung) berasal dari Kebumen Jawa Tengah. Bahan kimia yang digunakan: metanol pa, asam sulfat pa, asam klorida, NaOH pa, KOH pa, asam fosfat, indikator PP dan bahan lain untuk analisa.

Peralatan yang digunakan adalah satu rangkaian reaktor esterifikasi-transesterifikasi (terdiri atas labu mulut tiga, pendingin balik, termokopel, pengaduk, statif, klem penjepit dan *hot plate* stirer), erlenmeyer, tabung reaksi, desikator, penangas air, labu ukur, pH meter, erlenmeyer, neraca analitik, oven, pendingin balik, pipet, corong pemisah, buret, *hot plate*, pengaduk (stirer), tabung reaksi, viskosimeter, dan alat analisa lain.

### Metode Penelitian

#### Perlakuan pendahuluan

Minyak kasar dilakukan *degumming* pada suhu 80 °C dengan asam fosfat konsentrasi 20% sebanyak 0.3% dari berat minyak dilanjutkan dengan pencucian

dengan air hangat suhu 60°C dan pengeringan suhu 105 °C selama 120 menit dan pengeringan vakum suhu 80 °C tekanan 16 cmHg. Minyak nyamplung hasil *degumming* dilakukan esterifikasi pertama pada kecepatan pengadukan 300 rpm, suhu 60 °C, nisbah molar metanol terhadap ALB 20:1 dan katalis HCl 6% dari ALB dan esterifikasi kedua pada kecepatan pengadukan 300 rpm, suhu 60 °C, nisbah molar metanol terhadap ALB 40:1 dan katalis HCl 10% dari ALB. Hasil perlakuan pendahuluan diperoleh minyak nyamplung yang bersih dengan kadar asam lemak bebas sekitar 4.5%.

#### Mempelajari pengaruh kondisi proses transesterifikasi

Tahapan ini bertujuan untuk menentukan faktor-faktor yang berpengaruh terhadap proses transesterifikasi minyak nyamplung menjadi biodiesel. Faktor-faktor yang dimaksud meliputi suhu, kecepatan pengadukan, rasio molar metanol dan konsentrasi katalis. Percobaan mempelajari pengaruh suhu esterifikasi, kecepatan pengadukan, rasio molar metanol dan konsentrasi katalis dilakukan secara terpisah menggunakan rancangan acak lengkap (RAL). Parameter pengukuran untuk empat perlakuan tersebut adalah kadar asam lemak bebas dan viskositas biodiesel setelah mengalami pencucian dan pengeringan. Hasil proses transesterifikasi akan terbentuk dua lapisan yaitu gliserol pada bagian bawah dan metil ester (*crude biodiesel*) pada bagian atas. Dengan menggunakan *separating funnel* gliserol dengan mudah dapat dipisahkan dari metil ester. Selanjutnya metil ester yang diperoleh dicuci dengan menggunakan air panas bersuhu 60-70 °C yang telah ditambahkan asam asetat sebanyak 0.03%. Pencucian dilakukan sampai air cucian jernih dan mempunyai pH netral. Selanjutnya metil ester dikeringkan dengan menggunakan pemanasan suhu 105 °C selama 15 menit dilanjutkan dengan

pengeringan vakum selama 15 menit sampai tidak terbentuk gelembung uap air lagi.

Masing-masing percobaan di atas diulang tiga kali dengan analisis keragaman satu arah dan untuk mengetahui taraf perlakuan yang berbeda digunakan uji Duncan. Rasio molar metanol terhadap FFA yang digunakan tiga taraf yaitu 3, 6, dan 9. Waktu esterifikasi yang digunakan tujuh taraf percobaan yaitu 0, 5, 10, 15, 20, 25, dan 30 menit. Kecepatan pengadukan yang dicobakan lima taraf yaitu 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm, 400 rpm dan 500 rpm. Suhu transesterifikasi yang dicobakan tiga taraf yaitu 45, 60, 75 °C. Konsentrasi katalis terhadap FFA yang dicobakan empat taraf yaitu 0.5%, 1%, 1.5%, dan 2%. Model matematika untuk rancangan acak lengkap satu faktor menurut Mattjik dan Sumertajaya (2002) adalah sebagai berikut :

#### a. Pengaruh rasio molar metanol

$$Y_{ij} = \mu + M_i + E_{ij}$$

$Y_{ij}$  = Kadar asam lemak bebas pada perlakuan suhu transesterifikasi ke-i, dan ulangan ke k

$\mu$  = Nilai rata-rata sebenarnya  
 $M_i$  = Pengaruh rasio molar metanol ke-i

$E_{ij}$  = Galat percobaan pada perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

#### b. Pengaruh kecepatan pengadukan

$$Y_{ij} = \mu + R_i + E_{ij}$$

$Y_{ij}$  = Kadar asam lemak bebas pada perlakuan kecepatan pengadukan ke-i dan ulangan ke-j

$\mu$  = Nilai rata-rata sebenarnya  
 $R_i$  = Pengaruh kecepatan pengadukan ke-i

$E_{ij}$  = Galat percobaan pada perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

**c. Konsentrasi katalis**

$$Y_{ij} = \mu + K_i + \epsilon_{ij}$$

$Y_{ij}$  = Kadar asam lemak bebas pada perlakuan konsentrasi katalis ke-i dan ulangan ke-j  
 $\mu$  = Nilai rata-rata sebenarnya  
 $K_i$  = Pengaruh perlakuan konsentrasi katalis ke-i  
 $\epsilon_{ij}$  = Galat percobaan pada perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

**d. Pengaruh suhu transesterifikasi**

$$Y_{ij} = \mu + T_i + \epsilon_{ij}$$

$Y_{ij}$  = Kadar asam lemak bebas pada perlakuan suhu transesterifikasi ke-i, dan ulangan ke k  
 $\mu$  = Nilai rata-rata sebenarnya  
 $T_i$  = Pengaruh perlakuan suhu transesterifikasi ke-i  
 $\epsilon_{ij}$  = Galat percobaan pada perlakuan ke-i dan ulangan ke-j

**e. Pengaruh waktu dan suhu**

$$Y_{ij} = \mu + W_j + M_i + MW_{ij} + \epsilon_{ijk}$$

$Y_{ij}$  = Kadar asam lemak bebas pada perlakuan rasio molar metanol terhadap minyak ke-i, waktu ke-j dan ulangan ke k  
 $\mu$  = Nilai rata-rata sebenarnya  
 $M_i$  = Pengaruh perlakuan rasio molar metanol ke-i  
 $W_j$  = Pengaruh waktu ke j  
 $MW_{ij}$  = Pengaruh interaksi suhu dan waktu transesterifikasi  
 $\epsilon_{ijk}$  = Galat percobaan pada perlakuan rasio molar metanol ke-i, waktu ke j dan ulangan ke-k

Perhitungan gram metanol:

$$\text{Gram metanol} = \frac{R \times M_1 \times A}{M_2}$$

$$\text{ml metanol} = \text{gram metanol} / 0.7918$$

$R$  = Rasio molar metanol  
 $M_1$  = BM metanol = 32  
 $A$  = Berat minyak (gram)  
 $M_2$  = BM minyak dinyatakan sebagai triolein = 885.46

Perhitungan NaOH pada setiap percobaan mengikuti rumus berikut:

$$\text{gram NaOH} = \% \text{ katalis} \times \text{berat minyak (gram)}$$

**Optimasi proses**

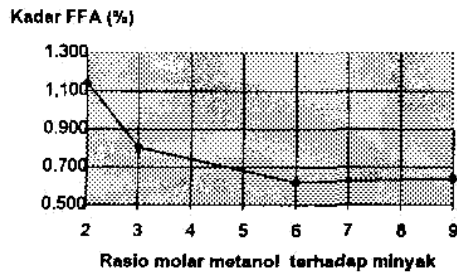
Optimasi proses transesterifikasi (optimasi respon proses transesterifikasi) dilakukan berdasarkan pengaturan kondisi proses dengan cara menentukan titik-titik optimum pada setiap variabel (perlakuan) proses dengan menggunakan metode permukaan respon (*Surface Respon Methode*) (Box *et al.* 1978 dan Montgomery 1991). Respon hasil esterifikasi yang dioptimasi adalah kadar asam lemak bebas. Pengolahan data optimasi respon menggunakan program Minitab 14 dan SAS V6.12. Taraf percobaan yang diambil didasarkan pada hasil penelitian kajian pengaruh dan kajian pustaka. Rentang rasio molar metanol terhadap minyak mempertimbangkan hasil penelitian Freedman *et al.* 1984, Darnoko dan Cheryan 2000 dan Lele 2005 yaitu sekitar 6:1. Rentang katalis mempertimbangkan hasil penelitian Darnoko dan Cheryan 2000, Lele 2005 dan Canacki dan Gerpen (2003) yaitu sekitar 1% dari jumlah minyak. Suhu esterifikasi, waktu esterifikasi dan kecepatan pengadukan ditetapkan sama untuk seluruh perlakuan berdasarkan hasil penelitian pendahuluan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Penentuan Kondisi Proses Transesterifikasi

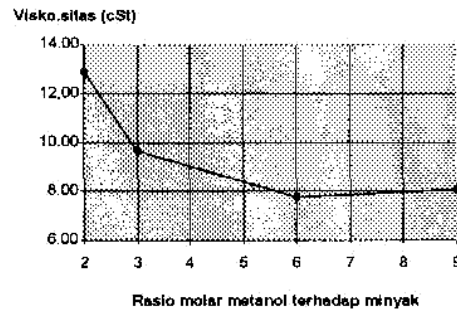
#### 1. Pengaruh Rasio Molar Metanol

Rasio molar metanol transesterifikasi yang dicobakan adalah 2:1, 3:1, 6:1 dan 9:1 sedangkan waktu transesterifikasi 30 menit, kecepatan pengadukan 400 rpm, suhu 60°C, dan katalis NaOH 1% dari jumlah minyak. Hasil pengukuran kadar FFA dan viskositas akhir proses transesterifikasi disajikan pada Gambar 1 dan 2.



Gambar 1 Kadar FFA produk hasil proses transesterifikasi dengan NaOH 1% waktu 30 menit, pengadukan 400 rpm, suhu 60 °C pada berbagai rasio molar methanol.

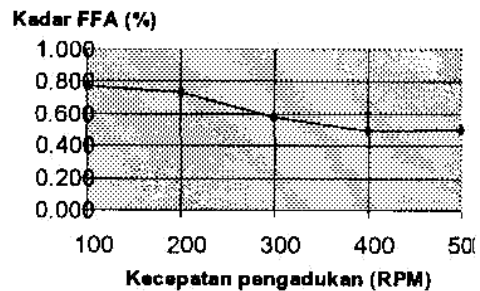
Berdasarkan parameter kadar FFA dan viskositas produk setelah proses transesterifikasi ternyata ada perbedaan nyata penggunaan rasio molar metanol dalam proses transesterifikasi. Rasio molar metanol 3:1 menghasilkan viskositas dan kadar FFA yang masih relatif tinggi dibandingkan dengan rasio molar metanol 6:1 dan 9:1 dan tidak ada perbedaan yang nyata antara rasio molar metanol 6:1 dan 9:1 dengan demikian rasio molar 6:1 yang dipilih. Rasio molar metanol 6:1 digunakan untuk proses transesterifikasi oleh Freedman *et al* (1986) dan Nouredini dan Zhu (1997), Darnoko dan Cheryan (2000) dan Cheng *et al.* (2004).



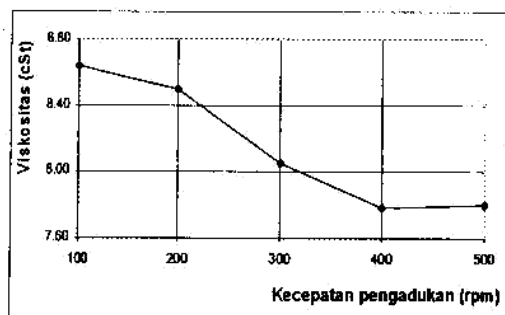
Gambar 2 Viskositas produk hasil proses transesterifikasi dengan NaOH 1%, kecepatan pengadukan 400 rpm, suhu 60 °C dan waktu 30 menit pada berbagai rasio molar metanol.

#### 2. Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Kecepatan Pengadukan berkaitan dengan kebutuhan energi untuk proses tumbukan supaya reaksi dapat berlangsung dengan sempurna. Kecepatan Pengadukan yang dicobakan adalah 100 rpm, 200 rpm, 300 rpm, 400 rpm dan 500 rpm pada suhu, waktu, rasio molar metanol, dan konsentrasi katalis yang sama masing-masing adalah 60°C, 30 menit, 6:1 dan 1% seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3 Kadar FFA setelah proses transesterifikasi dengan NaOH 1%, suhu 60°C, rasio molar metanol 6:1, waktu 30 menit pada berbagai kecepatan.



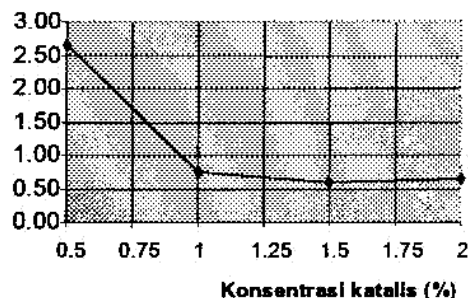
Gambar 4 Kadar FFA setelah proses transesterifikasi dengan NaOH 1%, suhu 60°C, rasio molar metanol 6:1, waktu 30 menit pada berbagai kecepatan.

Berdasarkan Gambar 3 dan 4 ternyata semakin tinggi intensitas pengadukan sampai dengan 400 rpm kadar FFA dan densitas akhir transesterifikasi semakin kecil akan tetapi antara 400 rpm dan 500 rpm tidak ada perbedaan yang nyata. Dengan demikian kecepatan pengadukan 400 rpm dipilih untuk proses transesterifikasi. Kecepatan pengadukan yang digunakan untuk proses transesterifikasi bervariasi tergantung dari bahan baku yang digunakan. Cheng *et al* (2004) menggunakan kecepatan pengadukan 350 rpm dan Noredinni (1997) menggunakan kecepatan pengadukan 400-600 rpm.

### 3. Pengaruh Konsentrasi katalis

Konsentrasi katalis yang digunakan sebaiknya tepat karena konsentrasi katalis yang berlebih menyebabkan pemborosan sebaliknya jika konsentrasi kurang mengakibatkan reaksi transesterifikasi tidak berjalan sempurna sehingga kadar asam lemak bebas akhir masih tinggi. Konsentrasi katalis yang dicobakan adalah 0.5%, 1%, 1.5%, dan 2 % pada suhu, waktu, rasio molar metanol, kecepatan Pengadukan yang sama masing-masing adalah 60°C, 30 menit, 6:1 dan 400 rpm seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5.

Kadar FFA (%)



Gambar 5 Kadar FFA biodiesel setelah proses transesterifikasi dengan pengadukan 400 rpm, suhu 60°C, rasio molar metanol 6:1, waktu 30 menit pada berbagai konsentrasi katalis.

Berdasarkan Gambar 5 ada perbedaan nyata pemakaian katalis NaOH 0.5% dengan pemakaian katalis 1%, 1.5% dan 2% namun pemakaian katalis 1%, 1.5% dan 2 % tidak berbeda. Dengan demikian pemakaian katalis 1% adalah paling sesuai dengan konsentrasi lainnya. Konsentrasi katalis NaOH 1% disarankan untuk proses transesterifikasi oleh (Fredman *et al*. 1984; Nouredinni dan Zhu 1997; dan Lele 2005).

### 4. Pengaruh Suhu

Suhu transesterifikasi yang digunakan digunakan untuk proses transesterifikasi sebaiknya tepat karena suhu yang berlebih menyebabkan pemborosan sebaliknya jika suhu yang digunakan kurang mengakibatkan reaksi transesterifikasi tidak sempurna ditandai dengan viskositas yang relatif tinggi yang mencerminkan adanya sisa gliserol. Suhu transesterifikasi yang dicobakan adalah 45°C, 60 °C dan 75 °C pada konsentrasi katalis, waktu, rasio molar metanol, kecepatan Pengadukan yang sama masing-masing berturut-turut adalah 1%, 30 menit, 6:1 dan 400 rpm. Hasil pengamatan viskositas, kadar FFA dan rendemen disajikan pada Tabel 1.



Tabel 1 Kadar FFA, viskositas,  $\rho$  dan rendemen biodiesel dari proses transesterifikasi (pengadukan 400 rpm, konsentrasi katalis 1%, rasio molar metanol 6:1, waktu 30 menit)

Parameter	Suhu		
	45 °C	60 °C	75 °C
Viskositas (cP)	8.9	8.4	10.3
FFA (%)	0.661	0.643	0.615
Berat jenis ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	0.889	0.886	0.880
Rendemen (%)	66.4	69.8	68.0

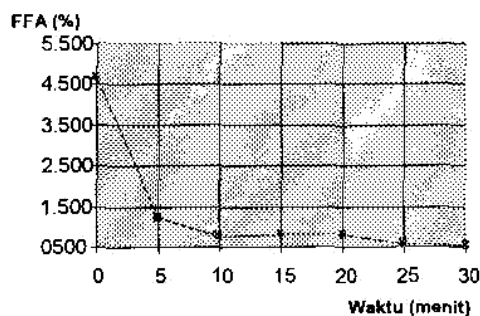
Berdasarkan Tabel 1 menunjukkan bahwa kadar FFA dan berat jenis tidak ada perbedaan yang nyata akan tetapi untuk viskositas dan rendemen transesterifikasi suhu 60 °C menunjukkan perlakuan yang paling baik karena menghasilkan viskositas yang lebih rendah dan rendemen yang lebih tinggi. Suhu 60 °C juga digunakan untuk transesterifikasi oleh Darnoko dan Cheryan (2000), Cheng et al. (2004) dan Sudradjat et al (2005).

### 5. Pengaruh Waktu

Waktu transesterifikasi yang dicobakan adalah 5 menit, 10 menit, 15 menit, 20 menit, 25 menit dan 30 menit. Kadar FFA setelah proses transesterifikasi 45 °C, 60 °C dan 75 °C pada konsentrasi katalis, waktu, rasio molar metanol, kecepatan pengadukan yang sama masing-masing berturut-turut adalah 1%, 30 menit, 6:1 dan 400 rpm. Hasil pengamatan kadar FFA ditunjukkan pada Gambar 6.

Berdasarkan Gambar 6 menunjukkan bahwa penurunan kadar FFA pada suhu 60 °C hampir sama yaitu sangat cepat sampai pada 5 menit awal kemudian melambat dan mendekati konstan setelah 25 menit. Berdasarkan kadar FFA, waktu esterifikasi 25 menit sudah cukup untuk proses transesterifikasi akan tetapi untuk lebih memantapkan proses maka waktu transesterifikasi dlebihkan menjadi 30

menit. Nouredini and Zhu (1997), Sudradjat et al (2005) menggunakan waktu esterifikasi 60 menit sedangkan Darnoko dan Cheryan (2000) dan Cheng et al. (2004) menggunakan waktu transesterifikasi 30 menit.



Gambar 6 Kadar FFA setelah proses transesterifikasi dengan pengadukan 400 rpm, konsentrasi katalis %, suhu 60°C, rasio molar metanol 6:1, pada berbagai waktu.

### Optimasi Proses Transesterifikasi

Optimasi proses transesterifikasi diperlukan untuk menentukan kondisi proses yang paling sesuai sehingga diperoleh hasil yang optimum. Optimasi proses transesterifikasi dilakukan dengan metode permukaan respon dengan perancangan faktorial ( $2^2=4$ ) ditambah titik pusat (5) dan titik observasi (4). Dipilih dua faktor yang dioptimasi yaitu nisbah molar metanol terhadap minyak dan konsentrasi katalis didasarkan pada tingkat pengaruh faktor tersebut dan pertimbangan ekonomi. Titik tengah dari konsentrasi katalis terhadap minyak 1%, nisbah molar metanol terhadap minyak 6:1, sedangkan faktor lain dibuat tetap yaitu kecepatan pengadukan 400 rpm, suhu transesterifikasi 60 °C dan waktu transesterifikasi 30 menit. Hasil estimasi koefisien regresi dan analisis varian dari optimasi respon produk oleh dua input

variabel yaitu nisbah molar metanol terhadap minyak dan katalis NaOH terhadap minyak yang dilakukan pada kecepatan pengadukan 400 rpm, suhu 60°C dan waktu 30 menit terhadap parameter kadar ALB, rendemen, viskositas dan kadar metil ester disajikan pada Tabel 2 dan Gambar 7.

Berdasarkan analisis ragam kadar ALB, viskositas, rendemen, dan metil ester khususnya dilihat dari nilai  $p$  ternyata model regresi kuadratik menunjukkan nilai peluang ( $p$ ) model regresi kuadratik kadar ALB, rendemen dan metil ester masing-masing berturut-turut adalah 0.000, 0.008 dan 0.000 < 0.05, hal tersebut menunjukkan bahwa model regresi kuadratik adalah tepat. Hasil uji kesesuaian model menunjukkan bahwa model kuadratik kadar ALB, rendemen dan kadar metil ester mempunyai nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) relatif tinggi masing-masing yaitu 96.0%, 89.7%, dan 97.3%. Hal itu menunjukkan bahwa 96.0%, 89.7%, dan 97.3% dari keragaman pada parameter optimasi dapat dijelaskan dengan model. Uji *lack of fit* yang digunakan untuk menguji kecukupan model berdasarkan tabel analisis ragam menunjukkan bahwa  $P$ -value *lack of fit* kadar ALB, rendemen dan metil ester masing-masing berturut-turut adalah = 0.383, 0.066 dan 0.084 >  $\alpha = 0.05$  maka tidak ada *lack of fit* artinya model yang dibuat telah sesuai dengan data. Hasil uji residual menunjukkan bahwa plot residual menyebar acak sehingga dapat disimpulkan bahwa model regresi cukup tepat dengan

data. Disamping itu plot residual mendekati garis lurus sehingga dapat disimpulkan bahwa residual telah terdistribusi normal. Uji kecukupan model juga dilakukan dengan cara menganalisis residual yaitu menguji kenormalan residual dengan menggunakan statistik Kolmogorov-Smirnov. Nilai statistik Kolmogorov-Smirnov untuk kadar ALB, rendemen dan kadar metil ester berturut-turut adalah 0.202, 0.094 dan 0.0110 < 0.361 (nilai statistik tabel Kolmogorov-Smirnov dengan 13 pengamatan). Kesimpulan dari uji kenormalan residual adalah model regresi linier yang dibuat telah mengikuti distribusi normal sehingga kenormalan residual pada suatu model regresi telah dipenuhi sehingga model bisa digunakan.

Uji parameter model menunjukkan bahwa kuadrat nisbah molar metanol dan kuadrat konsentrasi katalis memiliki pengaruh penting terhadap model kadar ALB, rendemen dan kadar metil ester dibandingkan dengan variabel nisbah molar metanol dan konsentrasi katalis. Nilai  $p$  dari pengaruh variabel kuadrat nisbah molar metanol terhadap kadar ALB, rendemen dan metil ester masing-masing berturut-turut adalah 0.001, 0.006 dan 0.000 sedangkan untuk pengaruh variabel kuadrat katalis masing-masing berturut-turut adalah 0.000, 0.025 dan 0.000. Dengan demikian kuadrat variabel mempunyai pengaruh nyata terhadap model persamaan regresi.

Tabel 2: Rata-rata kadar ALB, viskositas, rendemen, dan kadar metil ester hasil percobaan dan perhitungan model pada optimasi proses transesterifikasi

Met	Kat	Kadar ALB (%)		Rendemen biodiesel (%)		Kadar metil ester (%)	
		Hasil	Model* <sup>1</sup>	Hasil	Model* <sup>2</sup>	Hasil	Model* <sup>3</sup>
-1	-1	1.243	1.292	68.40	66.83	71.55	74.04
1	-1	1.332	1.378	58.60	60.74	51.43	54.39
-1	1	1.479	1.434	66.70	66.03	76.32	73.92
1	1	1.043	0.996	60.50	63.55	90.08	88.16
-1.414	0	1.276	1.273	64.50	66.39	69.18	69.23
1.414	0	1.023	1.024	63.70	60.33	66.03	65.41
0	-1.414	1.552	1.485	64.60	64.50	69.77	66.03
0	1.414	1.251	1.316	67.30	65.92	86.66	89.83
0	0	0.725	0.831	70.40	70.50	93.24	93.12
0	0	0.841	0.831	70.00	70.50	95.42	93.12
0	0	0.880	0.831	69.10	70.50	91.82	93.12
0	0	0.819	0.831	70.10	70.50	90.80	93.12
0	0	0.891	0.831	72.90	70.50	94.31	93.12

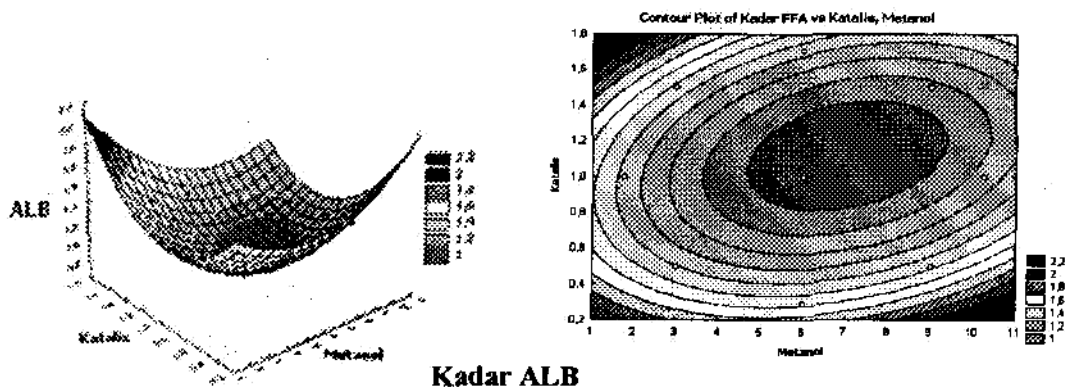
\*<sup>1</sup> :  $Y_1 = 0.831 - 0.088M - 0.059K + 0.159M^2 + 0.285K^2 - 0.131MK$

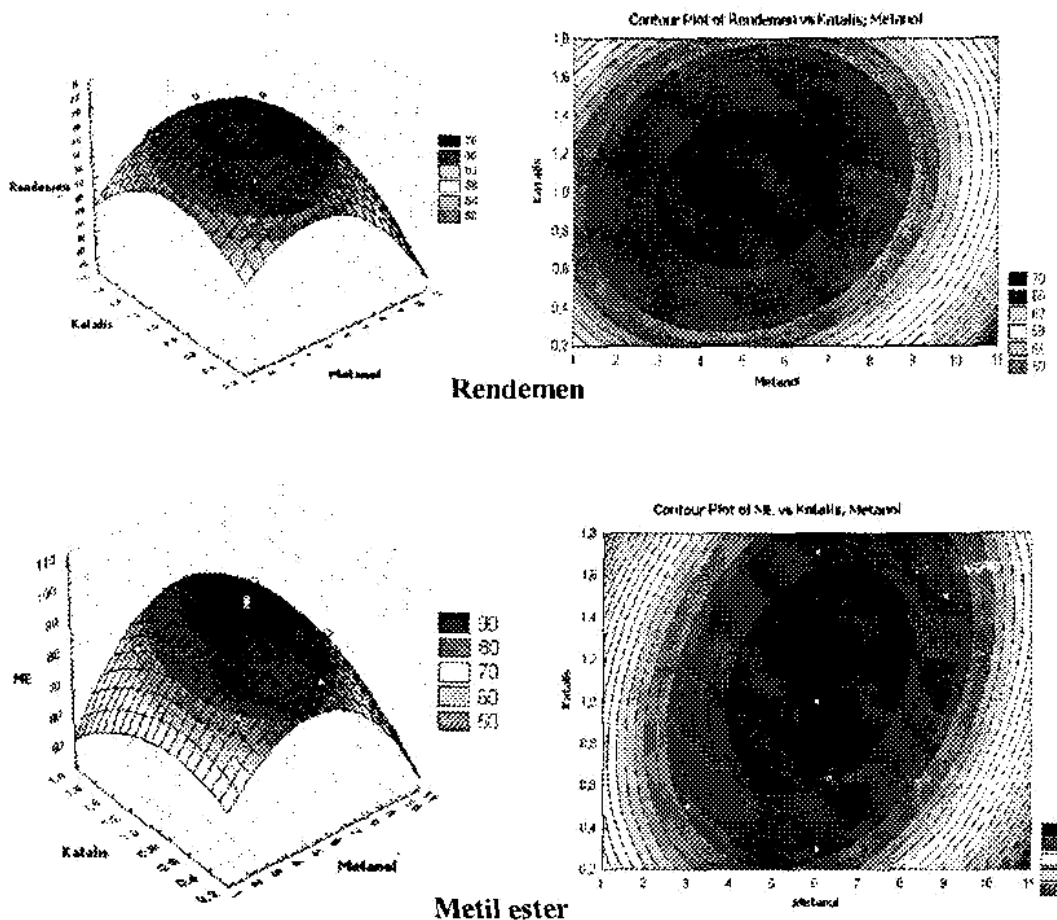
\*<sup>2</sup> :  $Y_2 = 70.500 - 2.141M + 0.502K - 3.569M^2 - 2.643K^2 - 0.900MK$

\*<sup>3</sup> :  $Y_3 = 93.118 - 1.352M + 8.413K - 12.898M^2 - 7.593K^2 - 8.470MK$

$Y_1$  = kadar ALB,  $Y_2$  = rendemen,  $Y_3$  = Metil ester

M = nisbah molar metanol terhadap minyak, K = konsentrasi katalis NaOH terhadap berat minyak





Gambar 7 Optimasi proses transesterifikasi berdasarkan respon permukaan dan kontur terhadap kadar ALB, viskositas, rendemen dan metil ester.

Hasil analisis kanonik yang digunakan untuk menentukan titik optimum adalah penentuan titik stasioner terhadap nisbah molar metanol terhadap minyak dan persentase katalis NaOH terhadap minyak. Hasil analisis kanonik titik optimum diperoleh pada nilai kode peubah nisbah molar metanol terhadap minyak 0.1121 atau nilai aktual 6.3 :1 dan kode persentase katalis NaOH terhadap berat minyak 0.1785 atau nilai aktual persentase katalis NaOH terhadap berat minyak sebesar 1.1% dari

berat minyak. Model hasil percobaan dilakukan validasi laboratorium dengan cara melakukan proses transesterifikasi sebanyak 5 kali pada kondisi optimum. Hasil pengukuran parameter proses transesterifikasi rata-rata adalah kadar ALB 0.623 % (model 0.831 %), rendemen 70.64% (model 70.50 %) dan kadar metil ester 95.7% (model 93.12%). Hal tersebut menunjukkan bahwa hasil validasi model melalui percobaan mendekati hasil perhitungan model.

## KESIMPULAN

1. Proses transesterifikasi minyak biji nyamplung hasil proses esterifikasi dipengaruhi oleh rasio molar metanol, konsentrasi katalis, kecepatan pengadukan, suhu dan waktu transesterifikasi.
2. Kondisi proses transesterifikasi yang sesuai diperoleh pada suhu 60 °C, rasio molar metanol terhadap minyak 6:1, katalis NaOH 1% dari berat minyak, kecepatan pengadukan 400 rpm dan waktu transesterifikasi 30 menit.
3. Hasil optimasi respon menunjukkan bahwa rasio molar metanol terhadap minyak 6.3:1 dan katalis NaOH 1.1% dari berat minyak adalah kondisi proses transesterifikasi yang paling optimum.

## DAFTAR PUSTAKA

- Box GEP, Hunter WG, Hunter JS. 1978. *Statistics for Experimenters*. New York: John Wiley & Son.
- Cheng SF, Choo VM, Ma AN, Chuah CH. 2004. Kinetics study on transesterification of palm oil. *J. Oil Palm Res* 16: 19-29.
- Canakci M, Van Gerpen JV. 2003. A pilot plant to produce biodiesel from high free fatty acid feedstocks. *Trans Asae* 46(4): 945-954.
- Darnoko D, Cheryan M. 2000. Kinetics of palm oil transesterification in batch reaktor. *J Am Oil Chem Soc* 77: 1263-1267.
- Freedman B, Pryde EH, Mounts TL. 1984. Variable affecting the yields of fatty esters from transesterification vegetable oils. *J Am Oil Chem Soc* 61:1638-1643.
- Lele S. 2005. *Biodiesel in India*. <http://www.svlele.com/biodiesel> 27 Juli 2005.
- Mattjik AA, Sumertajaya IM. 2002. *Perancangan Percobaan*. Bogor: IPB Press.
- Montgomery DC. 1991. *Design and Analysis of Experiments*. New York: John Wiley & Sons.
- Noureddini H, Zhu. 1997. Kinetics of transesterification of soybean oil. *JAOCs* 74 (11): 1457-1463.
- Sahirman. 2006. Perbaikan kualitas minyak nabati sebagai bahan baku biodiesel (Studi Kasus minyak nyamplung *Calophyllum inophyllum*). *Buletin Penelitian UNIDA* 11(1): 11-18.
- Sahirman, Suryani A, Mangunwidjaja D, Sukardi, Sudradjat R. 2007. Kinetika reaksi esterifikasi minyak biji bintangur (*Calophyllum inophyllum*) untuk meningkatkan kualitas bahan baku biodiesel. *Jurnal Teknologi* 2:84-91. Fakultas Teknologi Industri Universitas Jayabaya.
- Sudradjat R, Jaya I, Setiawan D. 2005. Optimalisasi proses esterifikasi dan transesterifikasi pada pembuatan biodiesel dari minyak jarak pagar (*Jatropha curcas L.*). *J. Penelit. Has. Hut* 23: 239-337.
- Sudradjat R, Sahirman, Setiawan D. 2007. Pembuatan biodiesel dari minyak biji nyamplung. *J. Penelit. Has. Hut* 25: 41-56.