



**PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK TEMBAKAU DENGAN  
CAMPURAN CaO & SrO SEBAGAI  
KATALIS HETEROGEN**

**SKRIPSI**

**Oleh :**

**Aulia Novita Rachman**

**NIM 111810301002**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS JEMBER**

**2016**



**PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK TEMBAKAU DENGAN  
CAMPURAN CaO&SrO SEBAGAI  
KATALIS HETEROGEN**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar sarjana sains

Oleh

**Aulia Novita Rachman**

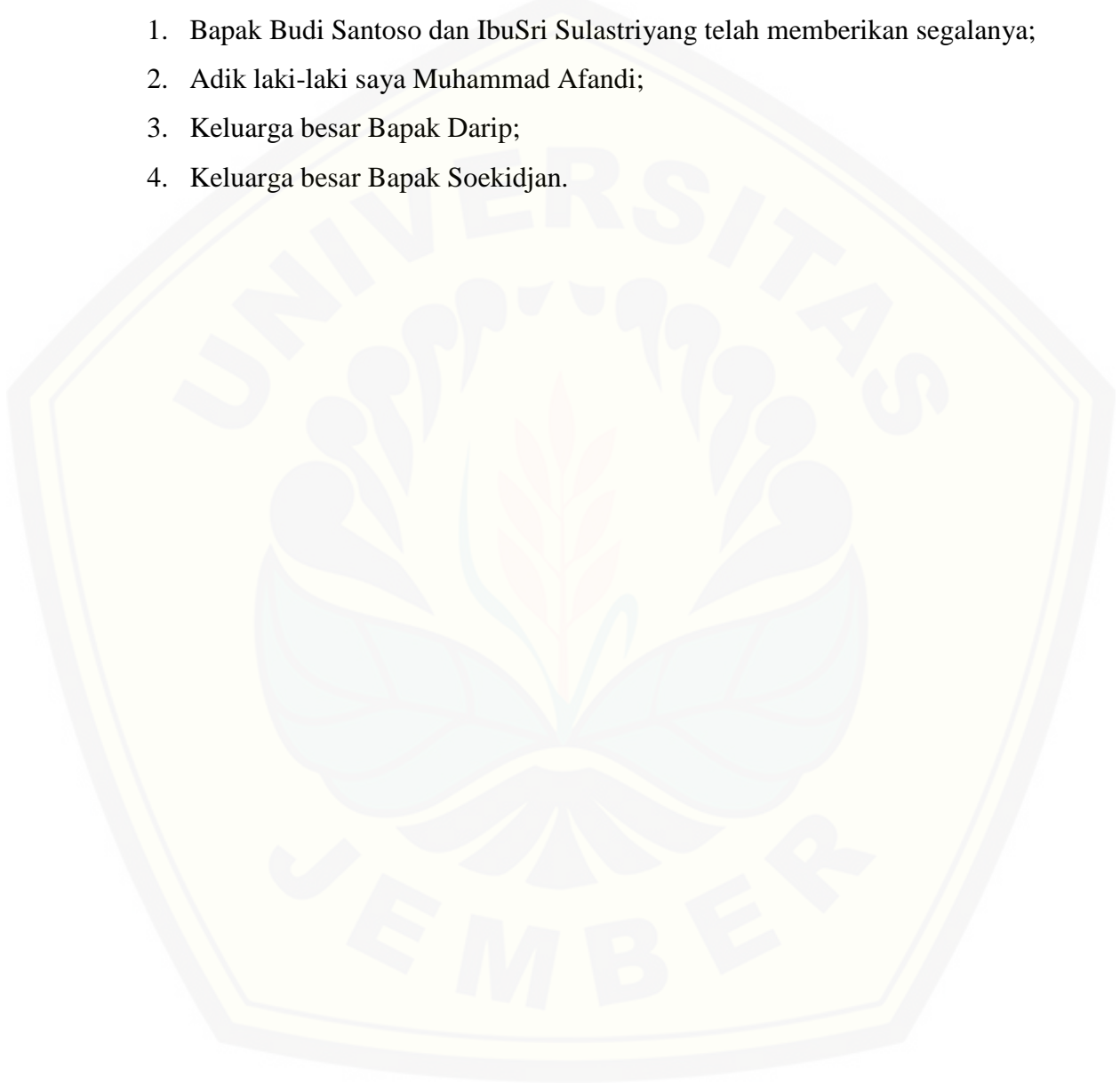
**NIM 111810301002**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2016**

**PERSEMBAHAN**

Sayapersembahkanskripsiiniuntukkeluarga :

1. Bapak Budi Santoso dan Ibu Sri Sulastri yang telah memberikan segalanya;
2. Adik laki-laki saya Muhammad Afandi;
3. Keluarga besar Bapak Darip;
4. Keluarga besar Bapak Soekidjan.



**MOTO**

“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan Sesungguhnya sesudah  
kesulitan itu ada kemudahan”  
(terjemahan Surat *Al-Insyiroh* ayat 5-6).<sup>\*)</sup>

---

<sup>\*)</sup> Departemen Agama Republik Indonesia. 2006. *Al-Quran dan Terjemahannya*.  
Bandung : CV. Diponegoro

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

nama : Aulia Novita Rachman

NIM : 111810301002

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Pembuatan Biodiesel dari Minyak Tembakau dengan Campuran CaO & SrO sebagai Katalis Hetrogen” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 2 Juni 2016

Yang menyatakan,

Aulia Novita Rachman

111810301002

**SKRIPSI**

**PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK TEMBAKAU DENGAN  
CAMPURAN CaO&SrO SEBAGAI  
KATALIS HETEROGEN**

Oleh

Aulia Novita Rachman

NIM 111810301002

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : drh. WuryantiHandayani, M.Si

**PENGESAHAN**

Skripsiberjudul “Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Tembakau Dengan CaO &SrO Sebagai Katalis Hetetogen” telah diuji dan disah kan oleh Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tim Penguji;

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

Dr. Donatus Setyawan P. H., S.Si., M.Si  
NIP. 196808021994021001

drh. Wuryanti Handayani, M.Si  
NIP. 196008221985032002

Penguji I,

Penguji II,

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si  
NIP. 197107031997021001

Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc  
NIP. 198010012003122001

Mengesahkan  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Jember

Drs. Sujito, Ph.D  
NIP. 196102041987111001

## RINGKASAN

**Pembuatan Biodiesel dari Minyak Tembakau dengan Campuran CaO & SrO sebagai Katalis Hetrogen;** Aulia Novita Rachman, 111810301002; 2016: 61 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tembakau dikenal sebagai bahan baku utama dalam produk rokok dan cerutu hanya memanfaatkan bagian daunnya. Akibatnya menyisakan batang, ranting, akar, dan daun tembakau yang kecil sebagai limbah. Sebagai alternatif pemanfaatannya adalah diekstrak minyaknya dan dikonversi menjadi biodiesel.

Penelitian ini bertujuan mengetahui rendemen biodiesel yang dihasilkan pada berbagai variasi perbandingan katalis CaO/SrO dan mengetahui karakteristiknya. Metode ekstraksi minyak yang digunakan yaitu ekstraksi *soxhlet* sedangkan pelarut yang digunakan yaitu n-heksana, konversinya dengan transesterifikasi dengan perbandingan minyak:metanol yaitu 1:15. Minyak tembakau hasil ekstraksi dianalisis komposisi senyawanya menggunakan GC-MS. Rendemen minyak biji tembakau yang diperoleh sebesar 17,78%.Kadar FFA (*Free Fatty Acid*) minyak 5,92% karenanya sebelum dikonversi menjadi biodiesel diesterifikasiterlebih dahulu hingga kadar FFA minyak < 2%.

Massa jenis dan viskositas kinematik minyak tembakau sangat tinggi yaitu 0,914 g/cm<sup>3</sup> dan 108,3 cSt sehingga perlu dilakukan transesterifikasi untuk menurunkan massa jenis dan viskositas kinematiknya. Rendemen biodiesel yang diperoleh dengan variasi rasio katalis CaO: SrO 100:0, 70:30, 60:40, 50:50, 40:60, dan 30:70 masing-masing 30,74%, 44,58%, 48,29%, 52,69%, 29,46%, 27,01%, dan 24,34%. Sifat fisik turun dibanding minyak tembakau massa jenis dan viskositas kinematik yaitu 0,886 g/cm<sup>3</sup> dan 3,2 cSt. Hasil ini sudah sesuai dengan standar SNI. Identifikasi dengan GC-MS biodiesel dilakukan untuk membuktikan bahwa senyawa



yang diperoleh merupakan metil ester. Senyawa metil ester yang terkandung dalam biodiesel antara lain metil kaprilat, metil pelargonat, metil palmitat, metil linoleat, metil palmitolinoleat, metil oleat, dan metil stearat di mana kelimpahan tertinggi yaitu metil palmitolinoleat.



## PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT. atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pembuatan Biodiesel dari Minyak Tembakau dengan Campuran CaO & SrO sebagai Katalis Hetrogen”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember sekaligus sebagai penguji;
3. Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Utama sertadrh. Wuryanti Handayani, M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan, waktu, pikiran, dan perhatian dalam penulisan skripsi ini;
4. Ika Oktavianawati, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya guna menguji, serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
5. I Nyoman Adi Winata, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing penulis selama menjadi mahasiswa;
6. PTPN X Jember;
7. teman-teman SOLVENT angkatan 2011 terima kasih atas semangat, bantuan, kritik, saran, pengalaman dan kenangan yang telah diberikan;

8. trio muslimah, Ainun Nazilah , S.Si., Rose Mutiara Aktaviani dan CB, Ika Puji Lestari,S.Si., Siti Aisah, Nida Andriana, Faizatur Rofi'ah, Karina Aprilia, Eka Yustiana, S.Si terima kasih telah memberikan keceriaan;
9. rekan satu tim senasib dan sepejuangan Nehemia Fernandez Kristianto dan Lutfi Septi Aksanantika, S.Si terima kasih atas kesabaran yang diberikan;
10. sahabat-sahabatku, Nanang Sugiarto, S.Si., Susilowati, S.Si., Sarifatun Nahariyah, Siti Aisyatus S, Okky Santi Sandriani, S.Si terima kasih atas doa,dukungan, semangat, dan perhatian yang diberikan selama ini;
11. Moch. Hisyam Ary Fatony, S.Si terima kasih atas kasih sayangnya;
12. sahabatku Ferina Widya Wiyanti, S.Pd;
13. teman-teman kos Pondokku, Sheila May Resita, S.Pd., Monica Iwud R. P. S.Farm., Nur Halimah, dan Diyah Kristi;
14. mas Dul, mas Darma, mbak Lisa, dan mas Syamsul teknisi laboratorium Jurusan Kimia;
15. semuapihak yang telahmembantu yang tidakdapatdisebutkansatupersatu

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember, 2 Juni 2016

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	ii
HALAMAN MOTO .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIMBING .....	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN .....	vii
PRAKATA .....	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL .....	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvi
<b>BAB 1. PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	3
1.3 Batasan Masalah .....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.5 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB 2. Tinjauan Pustaka .....</b>	<b>4</b>
2.1 Tembakau .....	4
2.2 Minyak dan Lemak.....	5
2.3 Ekstraksi Pelarut .....	7
2.4 Asam Lemak Bebas ( <i>Free Fatty Acid</i> ).....	8
2.5 Ester .....	9
2.6 Katalis .....	12
2.6.1 Jenis Katalis .....	13

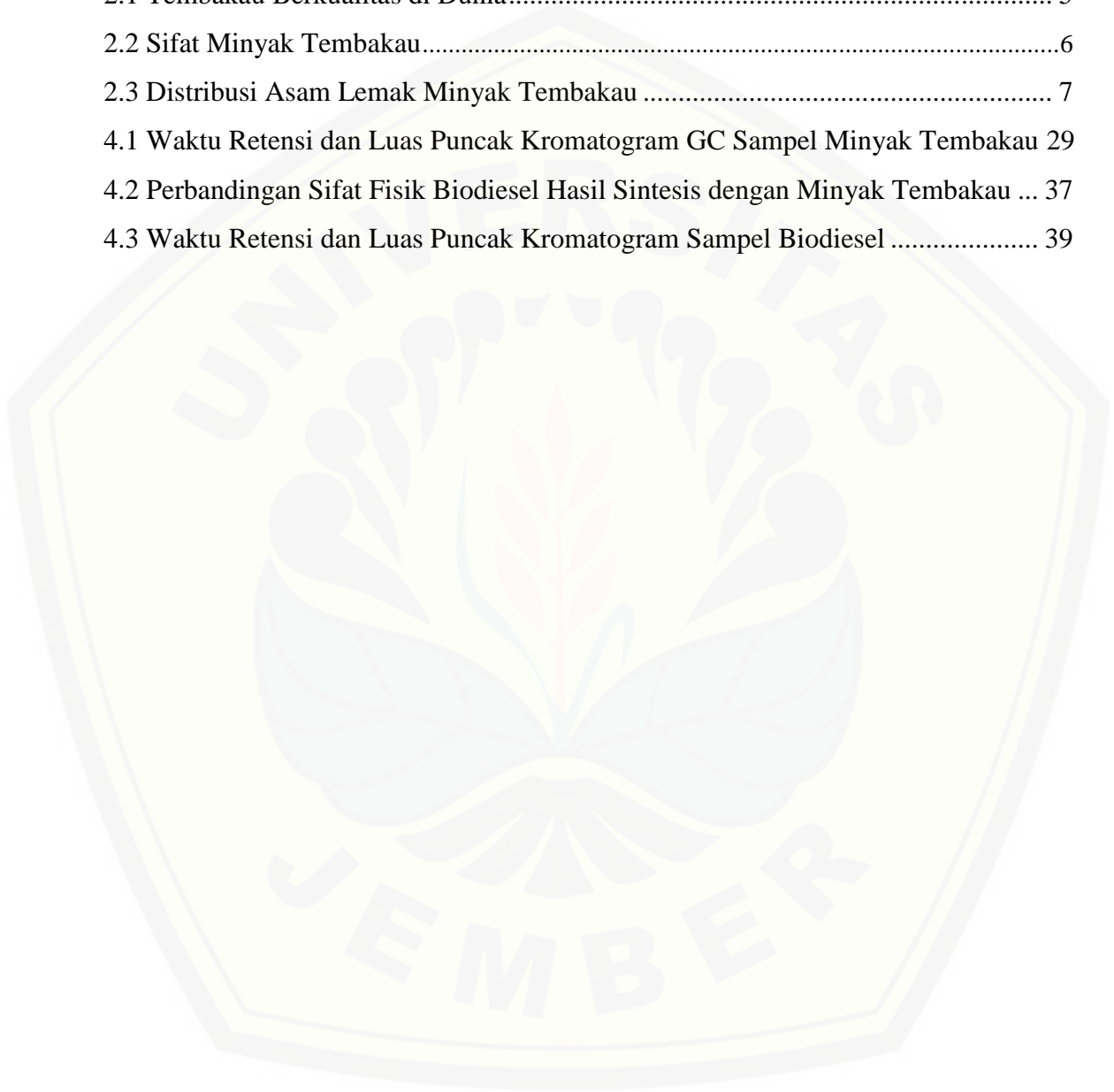
2.6.2 Sifat Katalis.....	15
<b>2.7 Sifat Katalitik CaO Dan SrO .....</b>	<b>15</b>
2.7.1 CaO .....	15
2.7.2 SrO .....	16
<b>2.8 GC-MS .....</b>	<b>16</b>
<b>2.9 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) .....</b>	<b>17</b>
<b>BAB 3. METODE PENELITIAN.....</b>	<b>19</b>
<b>3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....</b>	<b>19</b>
<b>3.2 Alat dan Bahan Penelitian .....</b>	<b>19</b>
3.2.1Alat.....	19
3.2.2Bahan .....	29
<b>3.3 Diagram Alir Penelitian .....</b>	<b>20</b>
<b>3.4 Prosedur Penelitian.....</b>	<b>21</b>
3.4.1 Preparasi Sampel.....	21
3.4.2 Preparasi Larutan .....	21
3.4.3 Preparasi Katalis .....	21
3.4.4 Karakterisasi Katalis .....	22
3.4.5 Ekstraksi.....	22
3.4.6 Uji Kadar FFA ( <i>Free Fatty Acid</i> ) .....	22
3.4.7Esterifikasi .....	23
3.4.8Transesterifikasi Minyak Tembakau .....	23
3.4.9Analisis Menggunakan GC-MS.....	24
3.4.10Penentuan Sifat Fisik Biodiesel .....	24
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>26</b>
<b>4.1 Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Tembakau.....</b>	<b>32</b>
<b>4.2 Karakterisasi Biodiesel.....</b>	<b>36</b>
<b>BAB 5. PENUTUP.....</b>	<b>40</b>
<b>5.1 Kesimpulan.....</b>	<b>40</b>
<b>5.2 Saran .....</b>	<b>40</b>

<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>42</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>47</b>



**DAFTAR TABEL**

2.1 Tembakau Berkualitas di Dunia.....	5
2.2 Sifat Minyak Tembakau.....	6
2.3 Distribusi Asam Lemak Minyak Tembakau .....	7
4.1 Waktu Retensi dan Luas Puncak Kromatogram GC Sampel Minyak Tembakau	29
4.2 Perbandingan Sifat Fisik Biodiesel Hasil Sintesis dengan Minyak Tembakau ...	37
4.3 Waktu Retensi dan Luas Puncak Kromatogram Sampel Biodiesel .....	39



**DAFTAR GAMBAR**

2.1 Reaksi Esterifikasi.....	9
2.2 Hidrolisis Trigliserida Menjadi Metil Ester dan Gliserol .....	10
2.3 Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Terkatalisasi Oleh Basa.....	11
2.4 Mekanisme Reaksi Transesterifikasi Terkatalisi Oleh Asam .....	12
2.5 Kurva Hubungan Energi Aktivasi dengan Reaksi Menggunakan Katalis .....	13
4.1 Ekstrak Minyak Tembakau .....	26
4.2 Reaksi Penyabunan .....	27
4.3 Mekanisme Esterifikasi Asam Lemak Bebas.....	28
4.4 Spektra IR CaO .....	30
4.5 Spektra IR SrO .....	31
4.6 Rendemen Biodiesel Terhadap Rasio Minyak:Metanol .....	33
4.7 Struktur Permukaan Oksida Logam .....	33
4.8 Mekanisme Transesterifikasi Minyak dengan Katalis Basa .....	34
4.9 Rendemen Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Tembakau .....	35
4.10 Persamaan Reaksi Penyabunan Minyak.....	36



**DAFTAR LAMPIRAN**

A. Pembuatan Larutan.....	47
A.1 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M.....	47
A.2 Pembuatan Larutan Asam Oksalat Dihidrat 0,05 M .....	47
A.3 Pembuatan Etanol 96%.....	47
B. Standarisasi NaOH 0,1 M.....	48
C. Penentuan Kadar FFA Minyak Tembakau Hasil Ekstraksi.....	48
D. Penentuan Rendemen Biodiesel .....	49
E. Karakterisasi Minyak Tembakau dan Biodiesel .....	50
E.1 Massa Jenis .....	50
E.2 Viskositas Kinematik.....	51
F. Data Hasil Ekstraksi Minyak Tembakau .....	53
G. GC-MS Minyak Tembakau .....	54
H. Spektra IR Minyak Tembakau .....	55
I. Spektra IR Minyak Tembakau Setelah Esterifikasi.....	56
J. GC-MS Biodiesel .....	56
K. Spektrum IR Biodiesel Rasio CaO: SrO 50:50 .....	58
L. Spektra IR Biodiesel Semua Variasi.....	59
M. Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Tembakau.....	59
N. Uji Sifat Fisik Biodiesel .....	61

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Tembakau dikenal sebagai bahan baku utama dalam produk rokok dan cerutu. Selain dibuat rokok, tembakau juga dimanfaatkan sebagai biopestisida karena kandungan nikotinnya mampu mengusir hama tanaman. Cerutu produksi Indonesia merupakan cerutu terbaik kedua setelah Kuba. Penikmat cerutu Indonesia merupakan penduduk negara asing yaitu sekitar 99% sedangkan penduduk Indonesia hanya 1% (Junianto, 2011).

Salah satu daerah di Indonesia yang memiliki tembakau dengan kualitas terbaik berada di Jawa Timur tepatnya di Kabupaten Jember. Hal ini membuat tembakau menjadi komoditas unggulan Kabupaten Jember hingga dijadikan lambang Kabupaten Jember. Tembakau di Jember sudah ada selama dua abad. Perusahaan negara yang menaungi penanaman tembakau adalah PTPN X yang terdapat di Kecamatan Arjasa. Lahan perkebunan yang disewa dari para petani ditanami tembakau Besuki Na-Oogst yang digunakan sebagai bahan baku cerutu antara lain sebagai isi, pengikat atau pembalut, dan pembungkus. Selain Na-Oogst jenis tembakau yang ditanam yaitu Tembakau Bawah Naungan (TBN). Tembakau jenis TBN tidak tahan terhadap hujan sehingga penanamannya harus dilapisi plastik tidak seperti tembakau Besuki-Na-Oogst yang mampu menyerap hujan (Junianto, 2011).

Penggunaan tembakau sebagai cerutu hanya memanfaatkan bagian daun dari tembakau sehingga menyisakan batang, ranting, akar, dan daun tembakau yang kecil. Bagian tembakau yang tidak digunakan tertumpuk di gudang dengan jumlah yang semakin banyak. Permasalahan yang dihadapi masyarakat akan kelangkaan bahan bakar memunculkan ide pembuatan biodiesel dari minyak tembakau. Tembakau dapat digunakan untuk produksi biodiesel karena di dalam tembakau mengandung 30-40% minyak. Biodiesel atau yang juga disebut *fatty acid methyl ester* (FAME) diproduksi

secara kimia dari trigliserida dengan alkohol rantai pendek. Proses pembuatan biodiesel merupakan reaksi transesterifikasi yang bertujuan mengubah trigliserida menjadi metil ester (Jr, 2010). Reaksi transesterifikasi trigliserida menjadi metil ester menggunakan alkohol dan katalis. Katalis yang biasa digunakan yaitu katalis asam dan katalis basa dapat berupa homogen atau heterogen. Katalis homogen banyak digunakan dalam produksi biodiesel melalui transesterifikasi antara lain NaOH, KOH, atau metoksidanya,  $H_2SO_4$ , dan HCl (Sharma, 2008). Katalis homogen memiliki kelemahan antara lain proses pemisahan yang rumit, korosi pada mesin, dan dapat terbentuknya sabun. Upaya untuk menghindari pemisahan katalis dan terbentuknya sabun telah banyak dilakukan antara lain mencari katalis heterogen. Kelebihan menggunakan katalis heterogen antara lain dapat mudah dipisahkan dari produk melalui filtrasi karena fasanya berbeda dengan produk, dapat digunakan kembali, tidak menghasilkan sabun, dan tidak korosif (Lam, 2010).

Jenis katalis basa heterogen yang dapat digunakan pada reaksi transesterifikasi adalah MgO, CaO, SrO, dll. Berdasarkan aktivitas katalis oksida logam alkali urutan kereaktivitasannya adalah  $BaO > SrO > CaO > MgO$ . Indah *et al* (2011) membuat biodiesel dari minyak sawit dengan katalis basa heterogen campuran CaO dan SrO (50:50) menghasilkan konversi sebesar 72,2110% . Penggunaan CaO saja hasil konversinya 70,1749%. Hal ini dikarenakan SrO bersifat lebih basa dibanding CaO sehingga memiliki aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan CaO. Selain itu SrO dapat mengkatalisasi banyak reaksi kimia seperti oksidasi kopoling metana, oksidasi selektif propana, reaksi nitroaldol, dan reaksi campuran tischenko (Liu *et al.*, 2007). Pemilihan penggunaan katalis campuran CaO dan SrO adalah karena SrO memiliki aktivitas tinggi sedangkan bila campurannya menjadi CaO dan MgO maka akan menyebabkan reaksi mengarah ke penyabunan. Berdasarkan latar belakang tersebut, dilakukan penelitian pembuatan biodiesel dari minyak biji tembakau dengan katalis CaO:SrO (100:0), (30:70), (40:60), (50:50), (60:40), (70:30), dan (0:100).

## 1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa rendemen biodiesel pada masing-masing perbandingan katalis CaO/SrO untuk konversi minyak tembakau?
2. Bagaimana karakteristik biodiesel transesterifikasi minyak tembakau?

## 1.3 Batasan Masalah

1. Bagian tembakau yang digunakan adalah bagian biji tembakau jenis Besuki Na-Oogst yang didapat dari PTPN X Jember.
2. Katalis yang digunakan yaitu katalis heterogen campuran CaO dan SrO.
3. Analisis GCMS dan uji fisik berupa massa jenis dan viskositas dilakukan pada biodiesel dengan rendemen tertinggi.

## 1.4 Tujuan

1. Mengetahui rendemen biodiesel pada masing-masing perbandingan katalis CaO/SrO untuk konversi minyak tembakau.
2. Mengetahui karakteristik biodiesel transesterifikasi minyak tembakau.

## 1.5 Manfaat

1. Mengurangi limbah tembakau dengan mengkonversinya menjadi biodiesel sebagai bahan bakar yang ramah lingkungan.
2. Meningkatkan nilai tambah dari pengolahan limbah tembakau.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Tembakau

Tembakau merupakan tanaman berbatang tunggal dengan tinggi antara 1,5-3 meter, berakar tunggang dengan panjang akar 50-70 cm dan terdapat akar serabut. Daun tembakau berwarna hijau, berbulu halus, berbentuk bulat dan cenderung memanjang dengan lebar mencapai 35 cm dan panjang 50 cm. Bunga tembakau berwarna putih ungu. Daun tembakau berdasarkan fungsinya pada cerutu digunakan sebagai pengisi, pembalut, dan pembungkus sedangkan pada sigaret tembakau hanya sebagai pengisi (tembakau rajang) (Setiawan dan Trisnawati 1992).

Tanaman tembakau secara sistematis dapat diklasifikasikan sebagai berikut:

- Famili : *Solanaceae*
- Sub Famili : *Nicotinae*
- Genus : *Nicotiana*
- Spesies : *Nicotiana tobacum*  
*Nicotiana rustica*

(Setiawan dan Trisnawati, 1992).

Terdapat empat varietas utama pada sejumlah besar tembakau antara lain:

- a. *Nicotiana tobacum* (Tembakau Virginia) merupakan tembakau yang tumbuh di Hindia Belanda salah satunya adalah Indonesia dan beberapa negara Eropa yaitu Belanda dan Norwegia.
- b. *Nicotiana Macrophylla* (Tembakau Maryland) yang diduga berasal dari Honggaria dan Yunani.
- c. *Nicotiana rustica* (Tembakau Booren) yang banyak dikembangkan di Amerika Selatan antara lain di Brasilia dan Guyana.
- d. *Nicotiana chinensis* berasal dari Daratan Cina dan menyebar ke Jawa dan Filipina.

Berdasarkan musim yang ada di Indonesia, tembakau digolongkan menjadi dua macam antara lain:

- a. tembakau Na-Oogst, ditanam pada musim kemarau dan dipanen pada musim penghujan,
- b. tembakau Voor-Oogst, ditanam pada musim penghujan dan dipanen pada musim kemarau.

(Khorman & Benson, 2011).

Berdasarkan cara pengolahan pascapanen, dikenal tembakau kering-angin (*air-cured*), kering-asap (*fire-cured*), kering-panas (*flue-cured*), dan kering-jemur (*sun-cured*). Tabel 2.1 menunjukkan beberapa tembakau berkualitas yang ada di Indonesia:

Tabel 2.1 Tembakau Berkualitas Di Indonesia

<b>Tipe</b>	<b>Daerah</b>	<b>Kegunaan</b>
Deli	Deli	<i>Wrapper</i> cerutu
Srintil Temanggung	Temanggung, Parakan, Ngadirejo	Rokok (rajangan) dan kunyah
Virginia-Vorstenladen	Klaten, Sleman, Boyolali, Sukoharjo	Sigaret
Vorstenlanden	Klaten dan Sleman	<i>Filler, binder</i> , dan <i>wrapper</i> cerutu
Madura	Madura	Rajangan rokok
Besuki Voor-Oogst	Jember	Rajangan rokok
Besuki Na-Oogst	Jember	<i>Filler, binder</i> , dan <i>wrapper</i> cerutu
Virginia	Lombok Timur	Rajangan sigaret

(Khorman dan Benson, 2011)

## 2.2 Minyak dan Lemak

Minyak dan lemak merupakan campuran dari ester-ester asam lemak dengan gliserol yang dinamakan trigliserida. Perbedaan antara suatu lemak dan minyak bersifat sembarang. Pada temperatur kamar, lemak berbentuk padat dan minyak bersifat cair. Sebagian gliserida dalam tumbuhan cenderung berupa minyak, karena

itu biasa terdengar ungkapan lemak hewani dan minyak nabati. Lemak dan minyak seringkali ditambahkan ke bahan makanan dengan berbagai tujuan. Berbagai bahan pangan seperti susu, daging, ikan, telur, alpukat, kacang-kacangan, dan berbagai jenis sayuran yang mengandung lemak dan minyak biasanya termakan bersama bahan tersebut, lemak dan minyak ini biasa dikenal dengan sebutan lemak tersembunyi (*invisible fat*) sedangkan minyak dan lemak yang telah diekstraksi dari hewani atau bahan nabati dan dimurnikandikenal sebagai lemak atau minyak biasa (*visible fat*). Minyak dengan asam lemak jenuh sulit mengikat gugus fungsi bila dilakukan reaksi substitusi terhadapnya karena mempunyai atom C ikatan tunggal. Minyak dengan asam lemak tak jenuh dapat mengikat gugus fungsi antara lain gugus asam lemak bebas, gugus lemak, gugus glukosa, gugus gliserol, dan gugus amino sebagai reaksi substitusi terhadapnya karena mempunyai atom C ikatan rangkap dua atau rangkap tiga (Ketaren, 1986).

Komposisi minyak tembakau mirip dengan minyak nabati lainnya. Minyak tembakau mengeras setelah ekstraksi minyak yang kaya akan nitrogen (6%) dan suplemen untuk pakan ternak (Srinivas, *et al.*, 2013). Tabel 2.2 dan tabel 2.3 menunjukkan sifat minyak tembakau dan komposisi berbagai asam lemak minyak tembakau.

Tabel 2.2 Sifat Minyak Tembakau

Sifat	Minyak tembakau
Massa jenis ( $\text{g/cm}^3$ )	0,8902
Viskositas kinematik( $\text{mm}^2/\text{s}$ )	4,54
Flash point ( $^{\circ}\text{C}$ )	56
Residu karbon (%)	0,78

(Srinivas *et al.*, 2013)

Tabel 2.3 Distribusi Asam Lemak Minyak Tembakau

Asam Lemak	Minyak Tembakau
Asam palmitat	15,2%
Asam stearat	4,8%
Asam oleat	13,2%
Asam linoleat	66,7%
Asam linolenat	1,0%

(Murthy, 2010)

### 2.3 Ekstraksi Pelarut

Ekstraksi merupakan suatu metode penarikan satu atau lebih konstituen metabolit sekunder dari jaringan bahan alam hayati dengan menggunakan suatu pelarut tertentu. Prinsip dasar dari ekstraksi adalah distribusi komponen dalam dua fasa yang tidak saling bercampur. Selama ekstraksi berlangsung terjadi kontak pelarut dengan bahan alam dan konstituen metabolit sekunder berpindah dari jaringan ke dalam pelarut (Harbone, 1987).

Ekstraksi pelarut dapat merupakan suatu langkah yang penting dalam urusan menuju ke suatu produk murni dalam laboratorium organik, anorganik, atau biokimia (Underwood, 1999). Di antara berbagai jenis metode pemisahan, ekstraksi pelarut atau juga disebut ekstraksi air merupakan metode pemisahan yang paling baik dalam tingkat makro maupun mikro. Ekstraksi pelarut tidak memerlukan alat yang khusus atau canggih kecuali corong pisah (Khopkar, 2002). Ekstraksi merupakan pemisahan di mana suatu zat terbagi dalam dua pelarut yang tidak bercampur (Sudjadi, 1986). Batasannya adalah zat terlarut dapat ditransfer pada jumlah yang berbeda dalam kedua fase pelarut. Teknik ini dapat digunakan untuk kegunaan preparatif, pemurnian, pemisahan, serta analisis pada semua skala kerja (Khopkar, 2002).

### 2.4 Asam Lemak Bebas (*Free Fatty Acid*)

Asam lemak bebas terbentuk akibat adanya reaksi oksidasi dan hidrolisis oleh enzim selama masa pengolahan dan penyimpanan. Kadar asam lemak dalam bahan makanan yang melebihi 0,2% dari berat lemak menimbulkan rasa yang tidak



diinginkan dan dapat meracuni tubuh. Proses penetralan minyak pada bahan makanan diperlukan untuk mengurangi jumlah dari asam lemak bebas (Ketaren, 1986). Asam lemak bebas dan kadar air dalam bahan baku secara signifikan mempengaruhi hasil konversi transesterifikasi. Semua bahan awal termasuk bahan baku lipid, alkohol, dan katalis harus dikondisikan tidak mengandung air (anhidrat). Jangka waktu katalis kontak dengan udara atmosfer akan mengurangi kemampuan katalis akibat interaksi permukaannya dengan karbon dioksida di udara. Semakin tinggi keasaman minyak, semakin rendah konversi dan rendemen yang dihasilkan dari transesterifikasi. FFA yang terkandung dalam bahan baku perlu penambahan katalis untuk proses penetralan. Reaksi antara katalis alkali dan FFA akan menghasilkan air dan pembentukan sabun, dan reaksi ini disebut saponifikasi, selama transesterifikasi ketika air terbentuk akan mendukung hidrolisis gliserida dalam pembentukan sabun dan gliserol sehingga dapat menurunkan ester yang dihasilkan. Sabun yang terbentuk selama saponifikasi menyebabkan peningkatan viskositas dan pembentukan gel yang mengganggu transesterifikasi serta kesulitan dalam pemisahan gliserol (Meher *et al.*, 2006). Menurut (Ma *et al.*, 1998), mempelajari efek dari FFA dan air dalam transesterifikasi lemak daging sapi dengan menggunakan natrium hidroksida dan natrium metoksida sebagai katalis.

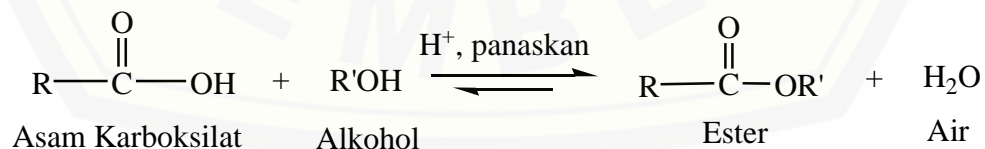
Cara penanganan untuk mengetahui kandungan asam lemak ialah dengan mengetahuinya dengan menggunakan metode yang mengikuti *American Oil Chemists' Society* (AOCS) yang menggunakan prinsip dasar titrasi. Melakukan percobaan titrasi, berarti memiliki suatu larutan standar yang konsentrasinya telah diketahui dengan pasti, yang nantinya larutan standar ini akan ditambahkan pada larutan yang konsentrasinya belum diketahui, sampai reaksi antara dua larutan tersebut berlangsung secara sempurna. Volume larutan standar yang kita gunakan telah diketahui dibandingkan dengan larutan yang tidak diketahui, nantinya dapat menghitung konsentrasi dari larutan yang tidak diketahui tersebut (Chang, 2004).

Natrium hidroksida merupakan salah satu bahan kimia bersifat basa yang umum digunakan dalam proses titrasi. Natrium hidroksida sulit didapat dalam

keadaan murninya sehingga ketika dilarutkan nantinya perlu dilakukan standarisasi terlebih dahulu. Proses standarisasi dapat dilakukan dengan menggunakan larutan asam yang konsentrasinya telah diketahui dengan tepat. Asam yang biasanya digunakan adalah asam oksalat dihidrat. Prosedur titrasinya sejumlah larutan asam ditambahkan dalam erlenmeyer, kemudian larutan NaOH ditambahkan secara perlahan dari buret samapai tercapai titik ekuivalen, atau titik dimana asam dan basa telah bereaksi sempurna. Kenyataannya titik ini sulit teramati maka perlu ditambahkan indikator dalam proses ini. Indikator sendiri merupakan zat yang dapat mendeteksi sifat asam basa dengan perubahan warna biasanya. Pada kasus titrasi seperti ini sulit mengetahui titik ekuivalennya, sehingga dengan indikator bisa diketahui titik akhir dengan adanya perubahan warna setelah titik ekivalen tercapai (Chang,2004).

## 2.5 Ester

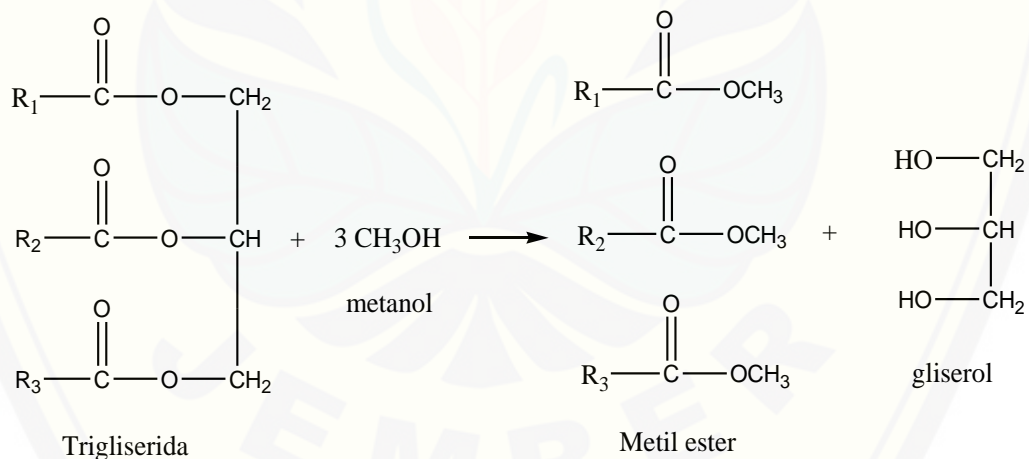
Ester merupakan turunan asam karboksilat yang memiliki gugus fungsi (–COOR) di mana karbonil dari asam karboksilat dan gugus alkil yang terikat dengan O berasal dari alkohol (Fessenden & Fessenden, 1997). Esterifikasi merupakan reaksi antara asam karboksilat (RCO<sub>2</sub>H) dengan alkohol (R-OH) dalam kondisi terkatalisasi oleh asam kuat sehingga menghasilkan suatu senyawa ester (RCO<sub>2</sub>R'). Katalis asam yang biasa digunakan dalam esterifikasi adalah asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Persamaan umum untuk reaksi esterifikasi sebagai berikut:



Gambar 2.1 Reaksi Esterifikasi (Freedman, *et al.*, 1986)

Reaksi di atas menunjukkan adanya pergantian gugus hidroksil (-OH) dari asam karboksilat yang digantikan oleh gugus alkoksil (-OR') dari alkohol. Reaksi esterifikasi bersifat *reversible* yang menyebabkan terjadinya campuran kesetimbangan antara pereaksi dan hasil reaksi, sehingga untuk mendorong reaksi ke arah kanan (ke arah produk ester) perlu menambahkan satu pereaksi berlebih (Fessenden dan Fessenden, 1997).

Transesterifikasi adalah istilah umum yang digunakan untuk menjabarkan reaksi organik yang penting di mana ester ditransformasikan menjadi bahan lain (Manurung, 2006). Transesterifikasi minyak nabati yang mana trigliserida bereaksi dengan alkohol dengan adanya asam kuat atau basa kuat sebagai katalis menghasilkan asam lemak, alkil ester, dan gliserol (Freedman *et al.*, 1986). Reaksi transesterifikasi minyak atau asam lemak alami dengan metanol digambarkan sebagai berikut:



Gambar 2.2 Hidrolisis trigliserida menjadi metil ester dan gliserol

(Freedman *et al.*, 1986)

Reaksi stoikiometri membutuhkan 1 mol trigliserida dan 3 mol alkohol. Pemakaian alkohol berlebih diperlukan untuk meningkatkan *yield* alkil ester dan untuk memudahkan pemisahannya dengan gliserol (Schurchardt *et al.*, 1998) namun

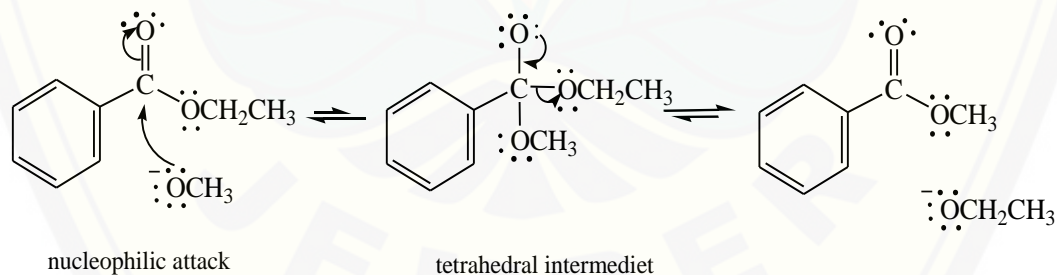
kelebihan alkohol mengakibatkan *recovery* gliserol sulit dilakukan (Manurung, 2006).

Reaksi transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain suhu, kecepatan pengadukan, jenis dan konsentrasi katalis, serta perbandingan etanol-asam lemak. Transesterifikasi akan berlangsung lebih cepat bila suhu dinaikkan mendekati titik didih alkohol. Kecepatan pengadukan akan menaikkan pergerakan molekul dan menyebabkan terjadinya tumbukan. Pengadukan akan menyebabkan difusi antara minyak atau lemak pada awal reaksi hingga terbentuk metil ester (Hui, 1996).

Telah disebutkan sebelumnya bahwa transesterifikasi dapat dikatalisisasi oleh asam kuat maupun basa kuat. Berikut merupakan penjelasan mengenai keduanya:

a. Transesterifikasi Katalis Basa

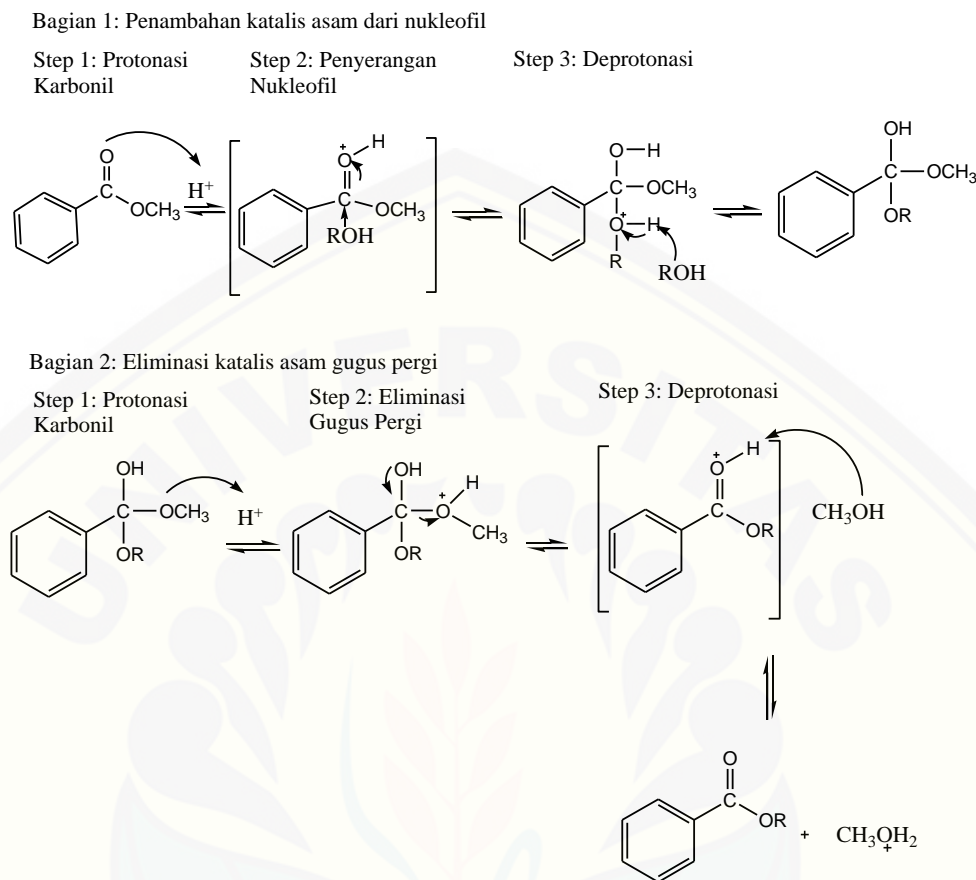
Transesterifikasi menggunakan katalis basa pada umumnya berlangsung lebih cepat bila dibandingkan menggunakan katalis asam karena merupakan reaksi satu arah. Kinerja katalis basa berlangsung sempurna bila minyak atau lemak dalam kondisi netral dan tanpa air (Freedman *et al.*, 1986). Berikut merupakan mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa:



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisasi oleh basa (Wade, 2010)

b. Transesterifikasi Katalis Asam

Mekanisme transesterifikasi katalis asam dari minyak nabati digambarkan sebagai berikut:

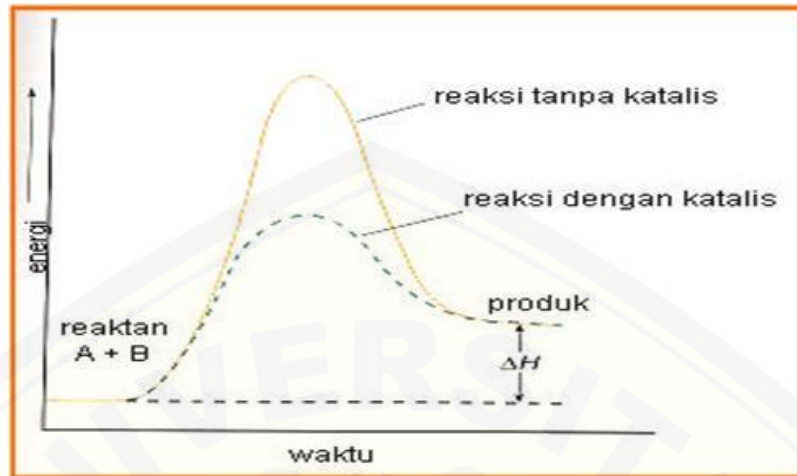


Gambar 2.4 Mekanisme Reaksi transesterifikasi terkatalisasi oleh asam (Wade, 2010).

Reaksi di atas menunjukkan bahwa mekanisme transesterifikasi katalis asam untuk monogliserida yang juga berlaku serupa untuk di- dan trigliserida. Penggunaan katalis asam pada transesterifikasi memberikan konversi atau rendemen yang tinggi namun reaksi berlangsung lambat dengan suhu di atas  $100^{\circ}\text{C}$  dan waktu reaksi lebih dari tiga jam untuk mencapai reaksi sempurna (Freedman *et al.*, 1984).

## 2.6 Katalis

Katalis merupakan zat lain yang ditambahkan pada suatu sistem reaksi yang berfungsi meningkatkan laju reaksi. Kerja katalis yaitu dengan menurunkan energi aktivasi selama reaksi. Energi aktivasi adalah energi minimum yang dibutuhkan untuk menghasilkan produk.



Gambar 2.5 Kurva Hubungan Energi Aktivasi dengan Reaksi Menggunakan Katalis (Satterfield, 1980)

Gambar di atas menunjukkan bahwa katalis tidak merubah entalpi produk yang merupakan faktor termodinamika. Puncak pada diagram menunjukkan besarnya energi aktivasi ( $E_a$ ) atau besarnya energi yang dibutuhkan produk. Keberadaan katalis memungkinkan terbentuknya produk pada suhu yang lebih rendah (Satterfield, 1980).

Katalis yang ideal memiliki sifat antara lain aktif, selektif, stabil, dan ekonomis. Aktif yang menandakan dapat mempercepat pembentukan intermediet akibat interaksi antar partikel reaktan. Selektif berarti memperbanyak produk utama dan memperkecil jumlah produk samping. Stabil yaitu yang berarti katalis tidak berubah baik sifat fisika maupun sifat kimianya setelah reaksi. Ekonomis diartikan sebagai penghematan biaya penggunaan katalis namun jumlah produk yang dihasilkan banyak. Katalis yang mempercepat reaksi dinamakan katalis positif sedangkan katalis yang memperlambat reaksi dinamakan katalis negatif (Oxford, 1994).

### 2.6.1 Jenis Katalis

Menurut Wibowo (2007), katalis dibagi menjadi tiga kelompok antara lain:

### 1. Katalis Homogen

Katalis homogen adalah katalis yang memiliki fasa yang sama dengan reaktan. Hal ini berarti interaksi antara reaktan dengan katalis berada dalam fasa yang sama. Katalis homogen biasanya berfasa cair atau gas sehingga reaktannya juga berfasa cair dan gas.

### 2. Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang memiliki fasa yang berbeda dengan reaktan. Kelebihan katalis heterogen dibandingkan dengan katalis homogen antara lain proses pemisahan dengan produk yang terbentuk lebih mudah, mengurangi kemungkinan terjadinya korosi pada reaktor, dan dapat diperbarui. Katalis heterogen tersusun atas komponen-komponen yang mendukung fungsi kerjanya antara lain pusat aktif yang merupakan bagian terpenting dari katalis yang berfungsi mempercepat reaksi, penyangga yang merupakan tempat penyebaran sisi aktif yang berfungsi meningkatkan luas permukaan pusat aktif sehingga meningkatkan sifat mekanik katalis, serta bagian promotor yang berfungsi meningkatkan kinerja katalis (Apriliyani, 2007).

Tahap-tahap sistem katalis heterogen menurut Gasser (1987) yaitu:

- a. transport reaktan ke permukaan katalis,
- b. interaksi reaktan dengan katalis, di mana terjadi pelemahan ikatan dari molekul yang teradsorb,
- c. reaksi molekul reaktan yang teradsorpsi dengan membentuk senyawa intermediet dan menghasilkan produk,
- d. desorpsi produk dari permukaan katalis,
- e. transport produk menjauhi katalis.

### 3. Katalis Enzim

Enzim adalah molekul protein ukuran koloid. Enzim merupakan salah satu jenis katalis di antara homogen dan heterogen. Enzim merupakan *driving force* untuk reaksi biokimia yang mana karakteristiknya adalah efisien dan selektif.

## 2.6.2 Sifat Katalis

### 1. Luas Permukaan

Luas permukaan diartikan sebagai jumlah permukaan luar dengan permukaan dalam yang terbentuk dari dinding pori, retakan dan celah dalam material pori (Smith, 1970). Suatu molekul gas tertentu akan teradsorpsi pada permukaan padatan yang aktif. Padatan yang berukuran kecil akan menyerap lebih banyak molekul gas dibandingkan dengan padatan yang berukuran besar dalam jumlah yang sama. Semakin kecil ukuran padatan, maka jumlah total luas permukaan semakin besar. Luas permukaan akan mempengaruhi aktivitas katalis dan berperan dalam kecepatan adsorpsi gas.

### 2. Ukuran Pori

Menurut Smith (1970), proses difusi dalam pori-pori akan selalulebih besar dari laju difusi dipermukaan. Pori katalis akan sama banyaknya dengan permukaan yang tersebar pada lapisan datar. Artinya, jika laju difusi di permukaan cepat dikarenakan katalis aktif dan memiliki diameter pori kecil maka belum tentu proses difusi dalam pori-pori sebanding laju difusi dipermukaan. Ukuran pori katalis sangat menentukan besarnya difusi gas dalam pori. Idealnya semakin besar laju difusi gas oleh pori, semakin besar laju reaksinya. Berdasarkan ukuran diameternya, Chambell (1998) mengelompokkan pori-pori suatu material katalis padat sebagai berikut:

- a. Mikropori, pori-pori yang berukuran paling kecil dengan diameter  $< 2$  nm.
- b. Mesopori, pori-pori yang memiliki ukuran diameter antara 2–50 nm.
- c. Makropori, pori-pori dengan diameter  $>50$  nm.

## 2.7 Sifat Katalitik CaO dan SrO

### 2.7.1 CaO

Kalsium oksida merupakan oksida basa kuat yang memiliki aktivitas katalitik yang tinggi (Tutik, 2011). Kalsium oksida biasa dibuat melalui dekomposisi termal dari bahan seperti kapur, yang mengandung kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Hal ini tercapai dengan memanaskan bahan sampai suhu diatas  $825^\circ\text{C}$ , proses ini dinamakan



kalsinasi atau *lime-burning* yang bertujuan menghilangkan karbon dioksida (Liu *et al.*, 2008).

### 2.7.2 SrO

Stronsium oksida merupakan oksida basa karena mengandung ion oksida. Katalis ini jarang digunakan didalam penelitian, salah satu penyebabnya ialah harga katalis ini yang relatif cukup mahal dibandingkan dengan katalis basa heterogen lainnya. Stronsium oksida merupakan oksida logam yang sangat aktif. SrO dapat mempercepat banyak reaksi kimia, seperti pasangan oksidatif metana (gas) dan reaksi nitroaldol (Zabeti, 2009). Stronsium oksida (SrO) dipersiapkan dengan cara kalsinasi  $\text{SrCO}_3$  di dalam *furnace* pada suhu  $1200^\circ\text{C}$  selama lima jam. (Liu *et al.*, 2007).

## 2.8 GC-MS

GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrofotometry*) adalah metode analisis yang menggabungkan dua metode analisis yaitu kromatografi gas dan spektroskopi massa (Munifah, 2005). Kromatografi gas adalah metode analisis di mana sampel terpisahkan secara fisik menjadi molekul-molekul yang lebih kecil. Hasil pemisahannya berupa kromatogram. Prinsip pemisahan kromatografi gas yaitu perbedaan laju migrasi masing-masing komponen melalui kolom. Komponen-komponen yang terelusi dikenali dari waktu retensinya. Proses pemisahan komponen-komponen senyawa pada GC terjadi pada kolom yang melibatkan dua fase antara lain fase diam yang dapat bersifat polar maupun non polar dan fase gerak yang biasanya gas He atau  $\text{H}_2$  dengan tingkat kemurnian 99,99% (Hermanto, 2008). Spektroskopi massa adalah metode analisis sampel yang mengubah sampel menjadi ion-ion gasnya dan massa dari ion-ion tersebut diukur berdasarkan hasil deteksi berupa spektrum massa (Fessenden dan Fessenden, 2006). Gabungan GC dengan MS saling melengkapi di mana kromatografi gas berfungsi sebagai alat pemisah campuran dalam sampel sedangkan spektrometer massa berfungsi mendeteksi masing-masing komponen yang telah dipisahkan oleh kromatografi gas (Silverstein *et al.*, 2005).

Sampel yang dapat dianalisis menggunakan GC-MS haruslah stabil dan dapat diuapkan hingga suhu 400°C (Hermanto, 2008).

Instrumentasi GC-MS menurut Hermanto (2008) terdapat delapan bagian antara lain:

1. pengatur aliran gas,
2. *injector* yang berfungsi mencampur sampel dengan gas pembawa sebelum masuk kolom,
3. kolom yang berfungsi sebagai tempat pemisahan sampel,
4. *interface* yang merupakan penghubung antara GC dengan MS,
5. sumber ionisasi yang berfungsi mengionkan menjadi bentuk gas sebelum masuk ke dalam *mass analyzer*,
6. pompa vakum,
7. *mass analyzer*,
8. detektor.

### 2.9 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Spektroskopi inframerah digunakan untuk menentukan gugus fungsi molekul pada analisa kualitatif, selain itu juga digunakan untuk analisis kuantitatif. Spektrum Inframerah digambarkan sebagai korelasi persen cahaya transmittan terhadap panjang gelombang dan frekuensi radiasi inframerah. Radiasi inframerah yang digunakan untuk analisa instrumental adalah radiasi inframerah yang rentang bilangan gelombangnya dari 670 hingga 4000  $\text{cm}^{-1}$ . Radiasi inframerah tersebut terbagi atas dua daerah yaitu, daerah gugus fungsi pada rentang bilangan gelombang antara 4000 hingga  $\text{cm}^{-1}$  dan daerah sidik jari pada rentang 1600 hingga 670  $\text{cm}^{-1}$ . Radiasi inframerah yang dipakai tersebut harus berada pada rentang frekuensi yang sesuai dengan rentang getaran alamiah (*natural vibration*) dari molekul agar memperoleh informasi gugus-gugus molekul dari zat yang dianalisis. Bentuk dan struktur molekul juga menjadi penentu terjadinya interaksi radiasi inframerah dengan molekul. Molekul yang simetris artinya kedua gugus molekul atau atom mempunyai keelektronegatifan yang sama dan tidak

akan memberikan perubahan momen dipol sehingga tidak terjadi perbedaan muatan listrik pada kedua kutub (Mulja dan Suharman, 1995).

Posisi relatif atom dalam molekul berubah-ubah terus-menerus karena bervibrasi. Molekul-molekul dwiatom atau triatom vibrasinya dapat dianggap dan dihubungkan dengan energi adsorpsi tetapi untuk molekul poliatom, vibrasi tidak dapat diperkirakan karena banyaknya pusat vibrasi yang berinteraksi. Vibrasi diklasifikasikan sebagai vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi yang pertama menyangkut konstanta vibrasi antara dua atom sepanjang sumbu ikatan, sedangkan yang kedua karena berubahnya sudut antara dua ikatan. Ada empat tipe *scissoring*, *rocking*, *wagging*, dan *twisting*. Keempat vibrasi tersebut hanya mungkin terjadi bagi molekul yang mempunyai lebih dari dua atom (Khopkar, 1990).

Vibrasi dasar merupakan jumlah gugus atom yang bervibrasi dalam molekul secara utuh. Molekul linier memiliki vibrasi dasar yang dinyatakan dengan  $(3N-5)$  macam vibrasi, sedangkan molekul tidak linier dinyatakan  $(3N-6)$  macam vibrasi,  $N$  merupakan jumlah atom dalam molekul tersebut. Suatu molekul yang terdiri dari dua atom selain terjadi reduksi vibrasi dasar juga terjadi vibrasi-vibrasi dalam molekul itu sendiri yang dikenal sebagai kopling. Hal ini terjadi disebabkan dua hal yaitu:

- a. vibrasi molekul dari dua atom atau lebih bisa merupakan jenis vibrasi
- b. vibrasi molekul berpusat pada satu atom yang sama.

Berdasarkan dua hal tersebut, serapan dasar radiasi inframerah oleh molekul, yang merupakan perubahan sifat khas dari dua atau lebih vibrasi dasar dengan kata lain terjadi pergeseran puncak serapan dari perhitungan teoritis (Mulja dan Suharman, 1995).

### BAB 3. METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Kimia Dasar, Laboratorium Kimia Organik, dan Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember pada Bulan Juni 2015 hingga Februari 2016.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

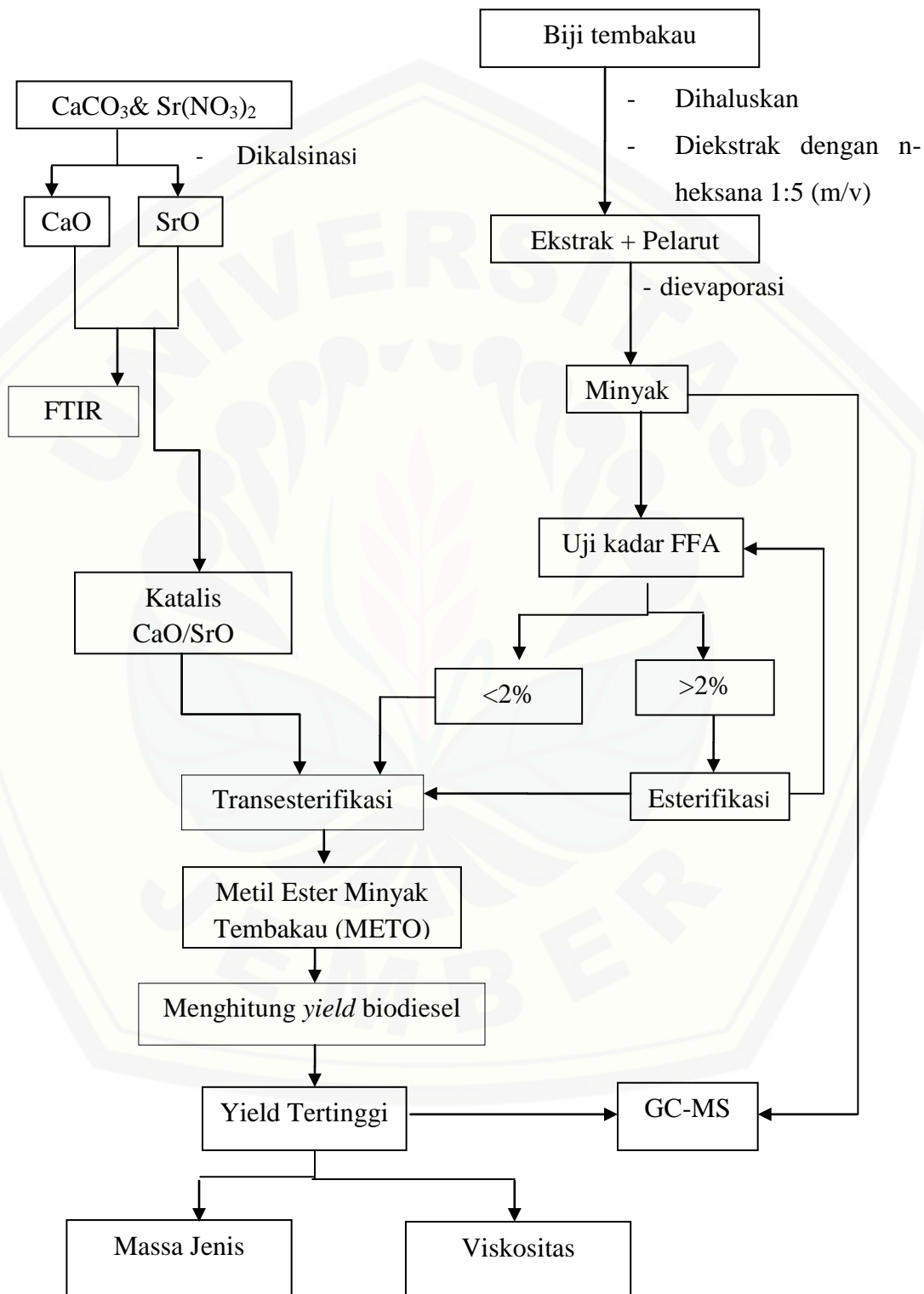
Peralatan yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari minyak biji tembakau (*Nicotiana tobacum*) adalah alat gelas seperti pipet mohr, labu leher tiga, labu alas bulat, kondensor refluks, termometer raksa, gelas piala, corong, corong pisah, buret, seperangkat alat *soxhlet*, dan evaporator.

Alat-alat non gelas seperti botol semprot, statif, klem, cawan porselen, dan selang. Instrumen yang digunakan ialah neraca analitik, oven, penggiling, evaporator, GC-MS (*gas chromatography*), FTIR, mantel pemanas, *hot plate* dan *magnetic stirrer*.

##### 3.2.2 Bahan

Biji tembakau, metanol pa, etanol pa, akuades, NaOH pa, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pa, Asam oksalat dihidrat pa, indikator PP, CaCO<sub>3</sub>, Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, urea, *tissue*, aluminium foil, kertas label, dan kertas saring Whatmann No.42.

## 3.3 Diagram Alir Penelitian



### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Preparasi Sampel

Limbah tembakau pasca panen bagian biji dikeringkan di bawah sinar matahari hingga berwarna kecoklatan lalu dilanjutkan dengan pengeringan menggunakan oven pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama kurang lebih 12 jam. Biji yang sudah kering ditumbuk hingga halus kemudian ditimbang sebanyak 40 gram dan dimasukkan dalam kertas saring yang dibentuk silinder. Perlakuan ini dilakukan sebanyak mungkin hingga mendapatkan ekstrak minyak yang cukup sebagai bahan transesterifikasi.

#### 3.4.2 Preparasi Larutan

Larutan yang disiapkan adalah NaOH 0,1 N dan Asam oksalat dihidrat 0,1 N yang digunakan untuk penentuan kadar asam lemak bebas.

a. Pembuatan Larutan NaOH 0,1 N

NaOH ditimbang sebanyak 0,4 gram. Dimasukkan ke dalam gelas becker dan ditambahkan 5 ml akuades, diaduk dengan batang pengaduk hingga larut. Larutan NaOH dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Ditambah akuades hingga tanda batas. Dimasukkan dalam botol sampel dan diberi label NaOH 0,1 N.

b. Pembuatan Larutan  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0,1 N

$\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ditimbang sebanyak 0,63 gram. Dimasukkan ke dalam gelas becker dan ditambahkan 5 ml akuades, diaduk dengan batang pengaduk hingga larut. Larutan NaOH dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml. Ditambah akuades hingga tanda batas. Dimasukkan dalam botol sampel dan diberi label Asam oksalat 0,1 N.

#### 3.4.3 Preparasi Katalis

CaO didapat dari kalsinasi  $\text{CaCO}_3$  pada suhu  $900^{\circ}\text{C}$  selama tiga jam (Sharma, Singh, dan Korstad, 2011) sedangkan SrO didapat dari  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  yang dicampur dengan urea (1:1) kemudian ditambahkan 1 ml akuades dicampur hingga homogen

setelah itu dipanaskan hingga akuades menguap menghasilkan padatan. Padatan dikalsinasi pada suhu 1000°C selama lima menit (Correra dan Martinez, 2014). CaO dan SrO berturut-turut ditimbang sehingga memiliki perbandingan (100:0), (30:70), (40:60), (50:50), (60:40), (70:30), dan (0:100).

#### 3.4.4 Karakterisasi Katalis

Katalis CaO dan SrO yang dihasilkan dari proses kalsinasi dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) untuk membuktikan adanya ikatan oksida logam yang terdapat pada katalis. Puncak separan yang dihasilkan digunakan untuk menentukan ikatan kimia di dalam katalis.

#### 3.4.5 Ekstraksi

Sebanyak 40 gram biji tembakau diekstraksi menggunakan soxhlet dengan pelarut n-heksana sebanyak 200 mL hingga warna pelarut kembali menjadi tidak berwarna kurang lebih 60 menit. Ekstraksi dilakukan berkali-kali hingga mendapat minyak yang mencukupi untuk transesterifikasi. Ekstrak minyak yang masih bercampur dengan pelarut didapat dengan menguapkan pelarut menggunakan *rotary evaporator*. Ekstrak minyak yang tersisa ditimbang massanya menggunakan neraca untuk menentukan rendemennya, diuji sifat fisiknya berupamassa jenis dan viskositas kinematik, serta dianalisis komposisi asam lemaknya menggunakan GC-MS

#### 3.4.6 Uji Kadar FFA (*Free Fatty Acid*)

Minyak tembakau sebanyak 10 mL dimasukkan ke dalam gelas erlenmeyer 50 mL. Ditambahkan etanol sebanyak 25 ml. Ditetesi dengan indikator Phenolptalein sebanyak tiga tetes. Dititrasi dengan larutan NaOH yang telah distandarisasi menggunakan larutan  $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$  0,1N. Titrasi dilakukan secara triplo. Volume NaOH yang terpakai dicatat. Kadar asam lemak bebas dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\% \text{ Asam Lemak Bebas} = \frac{\text{BM} \times \text{N} \times \text{V}}{\text{W} \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan:

N = Normalitas NaOH

V = Volume NaOH

W = Berat sampel

BM (Berat Molekul asam lemak) = 282,4 g/mol

(Ritongaet *al.*, 2013).

#### 3.4.7 Esterifikasi

Esterifikasi dilakukan karena kadar asam lemak bebas dari minyak lebih dari 2%. Reaksi esterifikasi menggunakan perbandingan minyak: metanol yaitu 1:6 (v/v). Minyak tembakau sebanyak kurang lebih 10 mL dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Ditambahkan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebanyak 1% berat dan 60 mL metanol ke dalam labu leher tiga yang berisi minyak tembakau. Campuran direfluks pada suhu 60°C selama satu jam. Setelah reaksi selesai, campuran dipindahkan ke dalam corong pisah dan kemudian dibiarkan hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan atas merupakan asam sedangkan lapisan bawah merupakan minyak. Fraksi minyak ditampung untuk digunakan sebagai bahan transesterifikasi (Srinivas, *et al.*, 2013). Minyak hasil esterifikasi diujikembalikan kadar FFA-nya dan dianalisis menggunakan FTIR.

#### 3.4.8 Transesterifikasi Minyak Tembakau

Minyak yang sudah diesterifikasi diambil sebanyak 10 gram kemudian dipanaskan pada suhu 100°C selama satu jam. Di tempat berbeda katalis diaktivasi dengan cara mencampur metanol dengan CaO/SrO sebanyak 5% berat minyak diaduk selama 40 menit menggunakan *stirer magnetik* (Srinivas, *et al.*, 2013). Campuran metanol dengan CaO/SrO ditambahkan ke dalam labu leher tiga yang berisi minyak untuk direaksikan. Reaksi berlangsung pada suhu sekitar 65°C selama tiga jam. Variasi rasio CaO:SrO yang digunakan yaitu 100:0; 70:30; 60:40; 50:50;



40:60; 30:70; dan 0:100. Hasil transesterifikasi didinginkan pada suhu ruang lalu disentrifugasi pada 4000 rpm selama sepuluh menit untuk memisahkan katalis dengan biodeisel dan gliserol. Campuran gliserol dan metil ester dituang ke dalam corong pisah untuk kemudian dibiarkan selama 24 jam. Lapisan atas merupakan metil ester sedangkan lapisan bawah merupakan gliserol. Fase metil ester dicuci dengan akuades hingga pH 7 kemudian dipanaskan dengan penangas pada 105°C untuk menghilangkan air. Transesterifikasi menggunakan katalis CaO:SrO yang menghasilkan rendemen tertinggi diuji sifat fisiknya berupa massa jenis dan viskositas serta diidentifikasi menggunakan GC-MS. Semua variasi juga dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui telah terbentuknya metil ester. Rendemen biodiesel dihitung menggunakan persamaan di bawah ini:

$$\text{Rendemen Biodiesel} = \frac{\text{massa produk}}{\text{massa minyak}} \times 100\%$$

(Mulana, 2011).

#### 3.4.9 Analisis Menggunakan GS-MS

Cara penggunaan GC-MS yaitu GC-MS dinyalakan dan diatur seluruh komponen yang terkait hingga sampel sebanyak 1µL diinjekkan ke dalam *autoinjector*. Selama pengaturan waktu awal atau bila grafik sudah menunjukkan agak datar analisis GC dapat dihentikan dengan menekan tombol *stop* pada monitor. Puncak grafik diidentifikasi pada tiap waktu retensi dari puncak awal sampau puncak akhir dan dicocokkan *reference* pada program GC-MS dengan menekan *similary search*. Hasil identifikasi akan menunjukkan komponen yang paling mirip dari beberapa komponen dari berat molekul serta tinggi intens peaknya dan yang teratas adalah yang paling mendekati.

#### 3.4.10 Penentuan Sifat Fisik Biodiesel

Sifat fisik biodiesel ditentukan melalui katakterisasi meliputi pengukuran massa jenis dan viskositas kinematik.

a. Pengukuran massa jenis

Piknometer kosong ditimbang kemudian diisi dengan biodiesel. Berat piknometer yang berisi biodiesel ditimbang. Massa jenis biodiesel dihitung dengan rumus:

$$\rho \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{massa biodiesel (g)}}{\text{Volume (cm}^3\text{)}}$$

b. Penentuan Viskositas Kinematik

Viskometer Oswald diisi biodiesel kemudian dihangatkan menggunakan penangas hingga suhu 40°C. Waktu alir biodiesel melewati jarak antar dua tanda pada viskometer diukur menggunakan stopwatch. Hal yang sama dilakukan pada pembanding yaitu air. Viskositas dinamik biodiesel dihitung menggunakan rumus:

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{td}{t_0d_0}$$

$\eta$  = viskositas biodiesel

$\eta_0$  = viskositas pembanding

$t$  = waktu alir biodiesel

$t_0$  = waktu alir pembanding

$d$  = densitas biodiesel

$d_0$  = densitas pembanding

Nilai viskositas dinamik dikonversikan menjadi viskositas kinematik (Khasanah, *et al.*, 2009) dengan persamaan berikut:

$$\text{Viskositas kinematik (mm}^2\text{/s)} = \frac{\text{Viskositas dinamik (kg/m.s)}}{\text{massa jenis biodiesel (kg/m}^3\text{)}}$$

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

1. Rendemen biodiesel pada rasio katalis CaO: SrO 100:0 yaitu 30,74%, 70:30 yaitu 44,58%, 60:40 yaitu 48,29%, 50:50 yaitu 52,59%, 40:60 yaitu 29,46%, 30:70 yaitu 27,01%, dan 0:100 yaitu 24,34%.
2. Karakterisasi biodiesel meliputi uji sifat fisik yaitu massa jenis dan viskositas kinematik, FTIR, dan GC-MS.
  - a. Massa jenis biodiesel hasil transesterifikasi minyak tembakau yaitu  $0,886 \text{ g/cm}^3$  sudah memenuhi standar menurut SNI 04-7182-2006. Viskositas kinematik biodiesel hasil transesterifikasi minyak tembakau yaitu 3,2 cSt juga sudah memenuhi standar SNI 04-7182-2006.
  - b. Spektrum FTIR menunjukkan adanya pergeseran serapan bilangan gelombang gugus C=O pada minyak tembakau dan biodiesel. Pergeseran serapan bilangan gelombang menjadi lebih rendah dari  $1744 \text{ cm}^{-1}$  ke  $1742 \text{ cm}^{-1}$  hingga  $1738 \text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya ikatan C=C yang terikat secara langsung dengan C=O.
  - c. Kromatogram dan data MS biodiesel menunjukkan senyawa biodiesel yang dihasilkan dari transesterifikasi minyak tembakau terdiri dari metil kaprilat, metil pelargonat, metil palmitat, metil linoleat, metil palmitolinoleat, metil oleat, dan metil stearat.

### 5.2 Saran

Diharapkan adanya analisis kembali mengenai GC-MS untuk minyak tembakau untuk mengetahui komposisi asam lemak yang terdapat pada minyak tembakau dan diharapkan adanya penelitian selanjutnya mengenai pengaruh jumlah

katalis CaO/SrO pada reaksi pembentukan biodiesel, pengujian sifat fisik pada semua variasi rasio CaO:SrO, pengujian sifat kimia biodiesel, serta analisis GC-MS pada semua variasi rasio CaO:SrO



**DAFTAR PUSTAKA**

- Apriliyani, K. 2007. *Pengaruh Perbandingan Mol Ag/Al dalam Katalis Mg-Al Hidrotalsit terhadap Reaksi Heterogen Katalisis Trasesterifikasi Minyak Jarak dengan Metanol*. Depok: Universitas Indonesia.
- Brunschwig, C., Moussavou, W., dan Blim, J. 2012. Use of Bioethanol for Biodiesel Production. *Progress in Energy and Combustion Science*. 38(2012) 283-301
- Campbell, I. M. 1988. *Catalysis at Surface*. New York: Chapman and Hall Ltd.
- Chang, R. 2004. *Kimia Dasar Konsep-Konsep Inti edisi ketiga jilid dua*. Jakarta: Erlangga.
- Correa, F. G. & Martinez, J. B. 2014. Combustion Synthesis Process For The Rapid Preparation of High-Purity SrO Powder. *Material Science-Poland*. Vol 32: 682-687.
- Darnoko, D & Cheryan, M. 2000. Continous Production of Palm Methyl Ester. *J. Am. Oil Chem. Soc.* Vol. 77: 1269-1272.
- Dias, A. P. S., Bernardo, J., Felizardo, P., Correia, M. J. N. 2012. Biodiesel Production by Soybean Oil Methanolysis Over SrO/MgO Catalyst (The Relevant Of The Catalyst Granulometry). *Fuel Processing Technology*. Vol. 102: 146-155.
- Farooq, M & Ramli, A. 2014. Biodiesel Production from Low FFA Waste Cooking Oil using Heterogeneous Catalyst Derived from Chicken Bones. *Renewable Energy*. Vol. 76: 362-368
- Fessenden, R. J & Fessenden, J. S. *Kimia Organik Jilid 1 dan 2*. Terjemahan oleh Maun, S., Anas, K., & Sally, T. S. 1997. Jakarta: Erlangga.
- Fessenden, R. J & Fessenden, J. S. *Kimia Organik Jilid 1 dan 2*. Terjemahan oleh Maun, S., Anas, K., & Sally, T. S. 2006. Jakarta: Erlangga.
- Freedman, B., Pryde, E. H., & Mounts, T.L. 1984. Transesterification of Soybean Oil. *J. Am. Oil Chem. Soc.* Vol. 61: 1638.
- Freedman, B., Butterfield, R.O., Pryde, E., H. 1986. Transesterification Kinetics of Soybean Oil. *J. Am. Oil. Soc.* Vol. 63 (20):1375-80.

- Gasser, R. P. H. 1987. *An Introduction to Chemisorption and Catalysis by Metal*. Oxford: Oxford Science Publication.
- Grandos, M.L., M.D.Z., Alonzo, D.M., Marizcal, R., Galisteo, F.C., Moreno-Tost, R., Santamaria, J., dan fierro, J.L.G. 2007. *Biodiesel from Sunflower Oil Using Activated Calcium Oxide*. *App. Catal. B, Envi*. Vol. 73: 317-326.
- Harbone, J.B. 1897. *Metode Fitokimia Penentuan cara menganalisis Tumbuhan*, (Terbitan Kedua). Bandung: ITB.
- Hattori, H. 2001. Solid Base Catalysts: generation of of basic sites and application to organic synthesis. *Appl. Catal A-Gen*. Vol. 192: 247-259.
- Hermanto, Sandra. 2008. *Mengenal Lebih Jauh Teknik Analisa Kromatografi dan Spektrofotometri*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.
- Hui, Y.H. 1996. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Oilseed product 5th* (edisi kedua). New York: John Wiley and Son Company Pub.
- Hutami, Haryati, Amalia, Rachmani, Tannia, & Wirasuwasti. 2012. *Analisis Komponen Asam Lemak Dalam Minyak Goreng Dengan Instrumen GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectrometer)*. Bogor: IPB.
- Indah, T., Summa, M. S. A., & Sari, A. K. 2011. Katalis Basa Heterogen Campuran CaO&SrO pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit. *Prosiding AvoER ke-3*. Vol. 49: 482-493
- Jr, Filemon A. U. 2010. *Biofuel From Plant Oils*. Jakarta: ASEAN Foundation.
- Junianto, Arif. 2011. "Na-Oogst Sang Primadona". *PTPNX Mag*. 1 Maret 2011. Halaman 18.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI Press.
- Khasanah, S., & Budiyanyo. 2009. *Pemanfaatan Limbah Cair Pengolahan Kelapa Sawit Untuk Pembuatan Biokerosen*. Bengkulu: Universitas Bengkulu.
- Khopkhar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI-Press.
- Khorman, M. & Benson, P. 2011. Tobacco. *Annual Review of Anthropology*. Vol. 40: 329-344.

- Lam M. K, Lee K. T, & Mohamed, A. R. 2010. Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of high free fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel: *a review*. Vol. 500e18: 28.
- Liu, Xeujen, He, Huayang, Wang, Yujun, Zhu, & Shenlin. 2007. *Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using SrO as a Solid Base Catalyst. Catalyst Communication*, Vol. 8: 1107-1111.
- Liu, Xeujen, He, Huayang, Wang, Yujun, Zhu, Shenlin, Piao, & Xinglan. 2008. Transesterification of Soybean Oil to Biodiesel Using CaO as a Solid Base Catalyst. *Fuel*. Vol. 87: 216-221.
- Ma, Clements, dan Hanna. 1998. "The effects of catalyst, free fatty acid, and water on transesterification of beef tallow". *Trans. ASAE*. Vol. 41(5): 1261–1264.
- Manurung, Renita. 2006. *Transesterifikasi Minyak Nabati*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Meher, Sagar, dan Naik. 2006. "Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review". *Renew Sustain Energy*. Vol. 10: 248–268.
- Murthy, Y.V.V Satyanarayana. 2010. *Performance of tobacco oil-based bio-diesel fuel in a single cylinder direct injection engine*. Andharapadesh: Universitas GITAM.
- Mulana, F. 2011. Penggunaan Katalis NaOH dalam Proses Transesterifikasi Minyak Kemiri menjadi Biodiesel. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Vol. 8(2): 73-78.
- Mulja, M., dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya : Airlangga University Press
- Munifah, Ifah. 2005. *Petunjuk Praktikum Kimia Instrumentasi*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah.
- Nasrazadani, S & Eureste, E. 2008. *Application of FTIR for Quantitative Lime Analysis*. Texas: University of North Texas.
- Oxford. 1994. *Kamus Lengkap Kimia*. Jakarta: Erlangga.

- Rahmadansyah, Sundaryono. A., & Budiyanto. 2009. Perengkahan Katalitik Metil Ester Limbah Cair Pengolahan CPO Menjadi Biofuel Dengan Katalis Zeolit. Bengkulu: Universitas Bengkulu.
- Refaat, A. A. 2010. Biodiesel production using solid metal oxide catalysts. *Int. J. Environ. Sci. Tech.* Vol. 8(1): 203-211.
- Ritonga, M. Y., Sihombing, D. H., dan Sihotang, A. R. 2013. Pemanfaatan Abu Kulit Buah Kelapa Sebagai Katalis pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Sawit Menjadi Metil Ester . *Jurnal Teknik Kimia USU, Article in press.*
- Ruiz, M.G., Hernandez, J.m Banos, L.,Montes, J.N., dan Gracia, M.E.R. 2009. Characterization of Calcium Carbonate, Calcium Oxide, and Calcium Hydroxide as Starting Point to the Improvement of Lime for Their Use in Construction. *J. of Mat. In Civil Eng.* Vol. 100 :694-698.
- Satterfield. 1980. *Heterogeneous Catalysis In Practice.* New York: Mc Graw-Hill Book Company.
- Schuchardt, U., Sercheli, R., dan Vargas, R. M. 1998. Transesterification of Vegetable Oil. *a Review. Journal Braz. Chem. Society.* Vol. 9 (1): 199-210.
- Setiawan, A.I dan Y. Trisnawati. 1996. Pembudidayaan, Pengolahan, dan Pemasaran Tembakau. Jakarta: PT. Penebar Swadaya.
- Sharma, Y.C., Singh, B., Korstad, J., 2011. Latest Development on Application of Heterogenous Basic Catalyst For An Efficient And Eco Friendly Synthesis of Biodiesel: A Review. *Fuel.* Vol. 90: 1309-1324.
- Silverstein, R. M, Francis, X., & Webster 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds.* New York: John Willey and Son Inc.
- Smith, J.M. 1970. *Chemical Engineering Kinetics* (Edisi Kedua). New York: McGraw-Hill Book Co.
- Srinivas, Babu, Rao, & Sivaraju. 2013. Experimental Analysis Of Tobacco Seed Oil Blends With Diesel In Single Cylinder Ci-Engine. *International Journal of Engineering Trends and Technology (IJETT).* Vol. 4: 4535.
- Stanisavljevic, Lakicevic, Velickovic, Lazic, & Veljkovc. 2007. The Extraction Oil From Tobacco (Nicotian tobaccum L.) Seeds. *Scientific Paper.* Vol.13: 41-50.
- Sudjadi. 1986. *Metode Pemisahan.* Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.

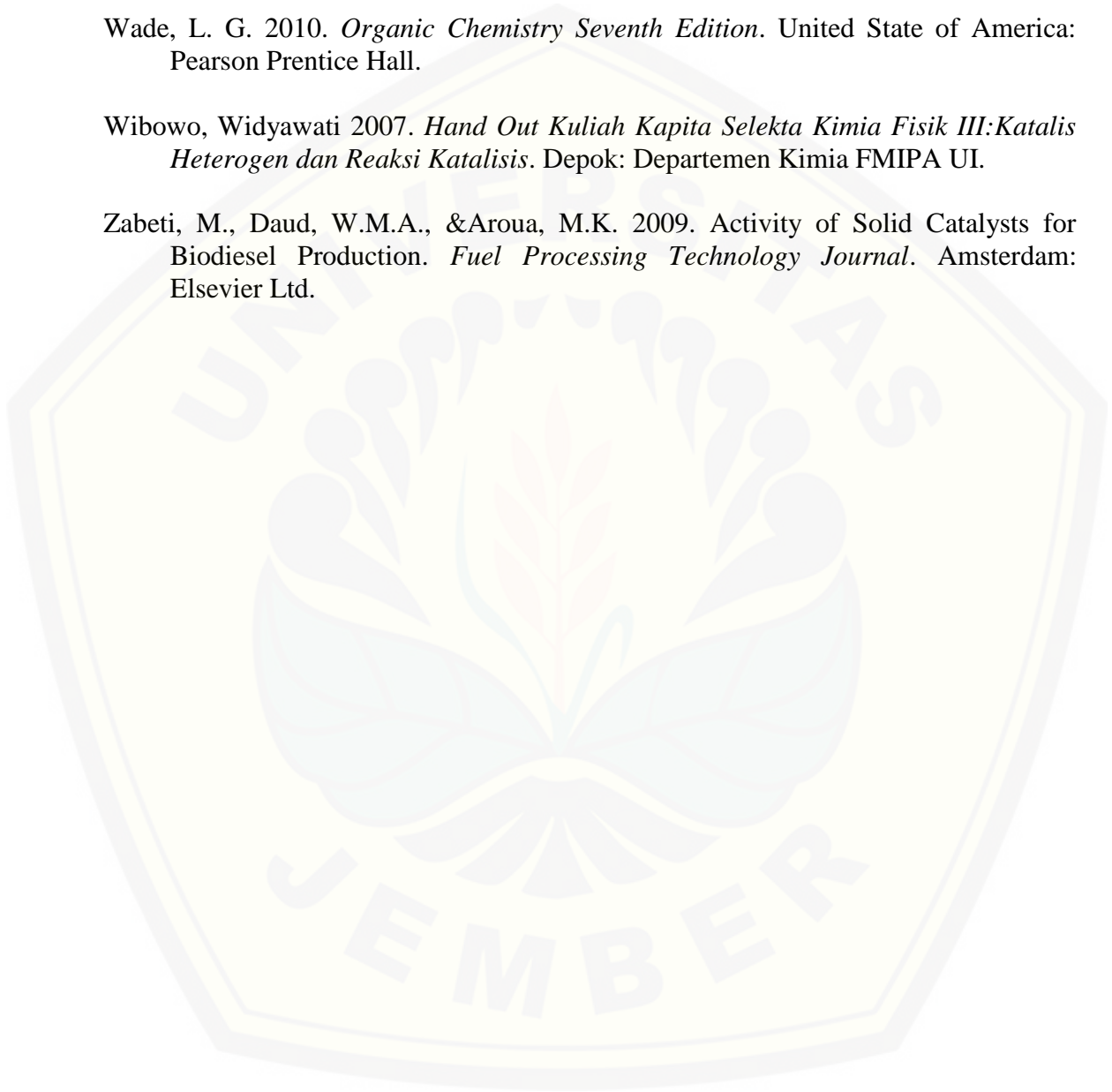


Underwood , A. L. Day, R.A. JR. 1999. *Analisis Kualitatif* (Edisi Kelima). Jakarta: Erlangga.

Wade, L. G. 2010. *Organic Chemistry Seventh Edition*. United State of America: Pearson Prentice Hall.

Wibowo, Widyawati 2007. *Hand Out Kuliah Kapita Selekta Kimia Fisik III:Katalis Heterogen dan Reaksi Katalisis*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.

Zabeti, M., Daud, W.M.A., &Aroua, M.K. 2009. Activity of Solid Catalysts for Biodiesel Production. *Fuel Processing Technology Journal*. Amsterdam: Elsevier Ltd.



LAMPIRAN

**A. Pembuatan Larutan**

A.1 Larutan NaOH 0,1 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{n}{100 \text{ mL}}$$

$$n = 10 \text{ mmol}$$

$$n = 0,01 \text{ mol}$$

$$m = n \times \text{BM}$$

$$m = 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$m = 0,4 \text{ gram}$$

A.2 Larutan Asam Oksalat dihidrat 0,05 M

$$M = \frac{n}{V}$$

$$0,05 \text{ M} = \frac{n}{100 \text{ mL}}$$

$$n = 5 \text{ mmol}$$

$$n = 0,005 \text{ mol}$$

$$m = n \times \text{BM}$$

$$m = 0,005 \text{ mol} \times 126 \text{ g/mol}$$

$$m = 0,64 \text{ gram}$$

A.3 Etanol 96%

$$V_1 \times 99\% = 100 \text{ mL} \times 96\%$$

$$0,99V_1 = 100 \text{ mL} \times 0,96$$

$$0,99V_1 = 96 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{96 \text{ mL}}{0,99}$$

$$V_1 = 96,96 \text{ mL}$$

**B. Standarisasi NaOH 0,1 M**

Ulangan	V NaOH (mL)	Normalitas (N)
1	4,7	0,1
2	4,7	0,1
3	4	0,1
N rata-rata		0,1

Perhitungan

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

Keterangan:

$N_1$  : Normalitas Larutan  $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$

$N_2$  : Normalitas Larutan NaOH hasil standarisasi

$V_1$  : Volume Larutan  $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$

$V_2$  : Volume Larutan NaOH yang distandarisasi

$$\text{Normalitas rata - rata} = \frac{(0,1 + 0,1 + 0,1)N}{3} = 0,1 N = 0,1 N$$

**C. Penentuan Kadar FFA Minyak Tembakau Hasil Ekstraksi**

a. Sebelum Esterifikasi

Ulangan	W Minyak (g)	Normalitas NaOH (N)	V NaOH (mL)	Kadar FFA (%)
1	0,89	0,1	1,9	6,03
2	0,89	0,1	1,8	5,71
3	0,89	0,1	1,9	6,03
Rata-Rata				5,92
SD				$5,8 \pm 0,184752$

Perhitungan

$$\text{Kadar FFA (\%)} = \frac{V \times N \times BM}{W \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan:

V : Volume NaOH yang dipakai untuk menitrasi minyak (mL)

N : Normalitas NaOH (0,1 N)

BM : Berat molekul Asam lemak bebas (282,4 g/mol)

W : Berat minyak (g)

$$\% \text{ FFA rata - rata} = \frac{(6,03 + 5,71 + 6,03)\%}{3} = 5,92 \%$$

b. Sesudah Esterifikasi

Ulangan	W Minyak (g)	Normalitas NaOH (N)	V NaOH (mL)	Kadar FFA (%)
1	0,89	0,1	0,1	0,32
2	0,89	0,1	0,2	0,64
3	0,89	0,1	0,2	0,64
Rata-rata				0,52
SD				0,52±0,184752

Perhitungan

$$\text{Kadar FFA (\%)} = \frac{V \times N \times \text{BM}}{W \times 1000} \times 100\%$$

Keterangan:

V : Volume NaOH yang dipakai untuk menitrasi minyak (mL)

N : Normalitas NaOH (0,1 N)

BM : Berat molekul Asam lemak bebas (282,4 g/mol)

W : Berat minyak (g)

$$\% \text{ FFA rata - rata} = \frac{(0,32 + 0,64 + 0,64)\%}{3} = 0,52 \%$$

D. Penentuan Rendemen Biodiesel

CaO/SrO	Berat Minyak (g)	Berat Metil Ester (g)			Rendemen (%)		
		P1	P2	P3	P1	P2	P3
100/0	4,5700	1,1743	1,4567	1,5839	25,69	31,88	34,66
70/30	4,5700	2,0862	2,0020	1,9831	45,64	43,74	44,36
60/40	4,5700	2,0589	2,2643	2,2977	45,05	49,54	50,28
50/50	4,5700	2,2602	2,4123	2,5520	49,46	52,78	55,84
40/60	4,5700	1,3174	1,4029	1,1815	28,82	30,70	28,85
30/70	4,5700	1,1042	1,2469	1,3519	24,16	27,28	29,58
0/100	4,5700	1,0595	1,1776	1,1002	23,18	25,76	24,07

Perhitungan

$$\text{Rendemen(\%)} = \frac{\text{massa biodiesel (g)}}{\text{massa minyak (g)}} \times 100\%$$

## E. Karakterisasi Minyak Tembakau dan Biodiesel

### E.1 Massa Jenis ( $\rho$ )

Massa jenis minyak tembakau

Massa pikno (g)	Massa pikno+minyak (g)	Massa Minyak (g)	Massa jenis (g.cm <sup>-3</sup> )
29,4608	38,6491	9,1883	0,914
29,4608	38,6488	9,1880	0,914
29,4608	38,6495	9,1887	0,914
<b>Rata-rata</b>			0,914

Perhitungan

Massa Minyak = massa piknometer dan isi - massa piknometer kosong

$$\rho \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{massa minyak (g)}}{\text{Volume (cm}^3\text{)}}$$

$$\text{massa jenis rata - rata} = \frac{\left(0,914 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} + 0,914 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} + 0,914 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}\right)}{3} = 0,914 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

Massa jenis biodiesel

Massa pikno (g)	Massa pikno+minyak (g)	Massa Minyak (g)	Massa jenis (g/cm)
29,4608	38,3676	8,9068	0,886
29,4608	38,3665	8,9057	0,886
29,4608	38,3679	8,9071	0,886
<b>Rata-rata</b>			0,886
<b><math>\rho</math> standar SNI (g/cm<sup>3</sup>)</b>			0,85-0,89

Perhitungan

Massa Minyak = massa piknometer dan isi - massa piknometer kosong

$$\rho \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{\text{massa biodiesel (g)}}{\text{Volume (cm}^3\text{)}}$$

$$\text{massa jenis rata - rata} = \frac{\left(0,886 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} + 0,886 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} + 0,886 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}\right)}{3} = 0,886 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

## E.2 Viskositas Kinematik ( $\nu$ )

### Viskositas Minyak

	Waktu Alir (s)	Viskositas Kinematik (mm <sup>2</sup> /s)
Pengulangan 1	1976	108,3
Pengulangan 2	1978	
Pengulangan 2	1977	
<b>Rata-rata</b>	1977	

\* $\rho$  air (40 °C) = 992,25 kg/m<sup>3</sup>, viskositas air (40 °C) = 0,656 x 10<sup>-3</sup> kg/m.s

### Perhitungan

$$\text{waktu alir rata - rata} = \frac{(1976 \text{ s} + 1978 \text{ s} + 1977 \text{ s})}{3} = 1977 \text{ s}$$

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{td}{t_0 d_0}$$

$\eta$  = viskositas minyak tembakau

$\eta_0$  = viskositas pambanding (air)

$t$  = waktu alir minyak tembakau

$t_0$  = waktu alir pambanding (air)

$d$  = densitas minyak tembakau

$d_0$  = densitas pambanding (air)

### Viskositas kinematik Minyak Tembakau :

$$\text{Viskositas kinematik (mm}^2/\text{s)} = \frac{\text{Viskositas dinamik (kg/m. s)}}{\text{massa jenis minyak tembakau (kg/m}^3\text{)}}$$

## Viskositas Metil Ester (Biodiesel)

	<b>Waktu Alir (s)</b>	<b>Viskositas kinematik (mm<sup>2</sup>/s)</b>	<b>Viskositas kinematik standar SNI (mm<sup>2</sup>/s)</b>
Pengulangan 1	55	3,2	2,3-6,0
Pengulangan 2	57		
Pengulangan 2	59		
<b>Rata-rata</b>	<b>57</b>		

\* $\rho$  air (40 °C) = 992,25 kg/m<sup>3</sup>, viskositas air (40 °C) = 0,656 x 10<sup>-3</sup> kg/m.s, viskositas minyak tembakau = 110 mm<sup>2</sup>/s

## Perhitungan

$$\text{waktu alir rata - rata} = \frac{(55 \text{ s} + 57 \text{ s} + 59 \text{ s})}{3} = 57 \text{ s}$$

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{td}{t_0 d_0}$$

$\eta$  = viskositas biodiesel

$\eta_0$  = viskositas pambanding (air)

$t$  = waktu alir biodiesel

$t_0$  = waktu alir pambanding (air)

$d$  = densitas biodiesel

$d_0$  = densitas pambanding (air)

**Viskositas kinematik Biodiesel :**

$$\text{Viskositas kinematik (mm}^2/\text{s)} = \frac{\text{Viskositas dinamik (kg/m.s)}}{\text{massa jenis biodiesel (kg/m}^3\text{)}}$$

## F. Data Hasil Ekstraksi Minyak Biji Tembakau

Ekstraksi	Massa Awal (g)	Massa Akhir	
		(g)	Massa Ekstrak (g)
1	43,00	36,67	6,34
2	43,26	37,09	6,17
3	42,44	34,99	7,44
4	43,48	35,38	8,10
5	43,26	35,06	8,19
6	43,67	36,27	7,40
7	43,84	37,12	6,72
8	43,78	37,61	6,17
9	43,22	35,43	7,78
10	43,70	36,45	7,25
11	43,28	36,05	7,23
12	42,49	35,27	7,22
13	43,72	36,11	7,61
14	43,54	36,17	7,37
15	43,02	36,72	6,30
16	43,48	37,92	5,56
17	43,41	35,39	8,02
<b>Total</b>			<b>120,88</b>
<b>Rata-Rata</b>			<b>7,11</b>

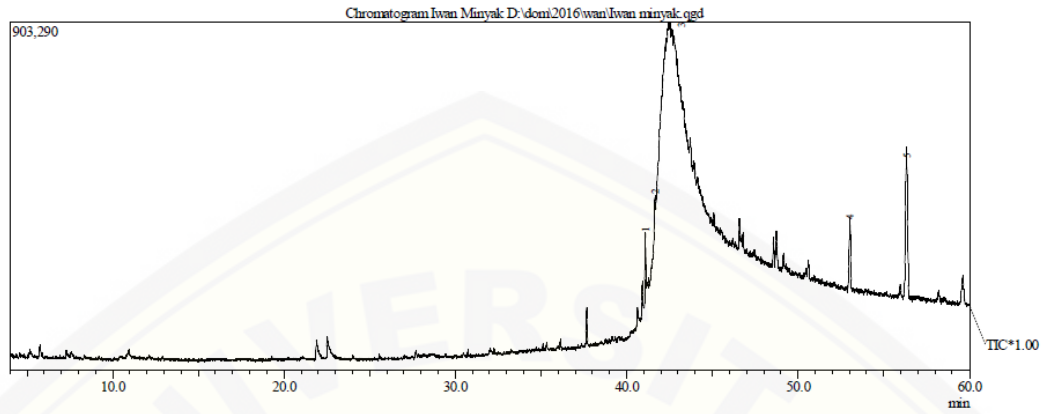
Perhitungan

$$\text{berat ekstrak rata - rata} = \frac{120,88 \text{ gram}}{17} = 7,11 \text{ gram}$$

$$\text{Rendemen minyak (\%)} = \frac{7,11 \text{ gram}}{40 \text{ gram}} = 17,78\%$$

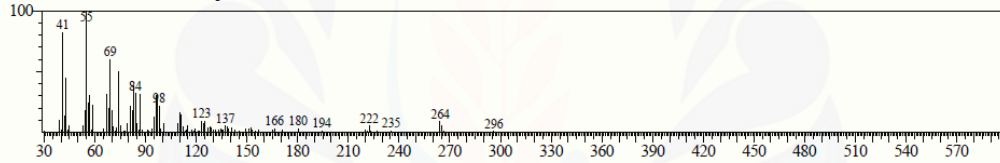


G. GC-MS Minyak Tembakau



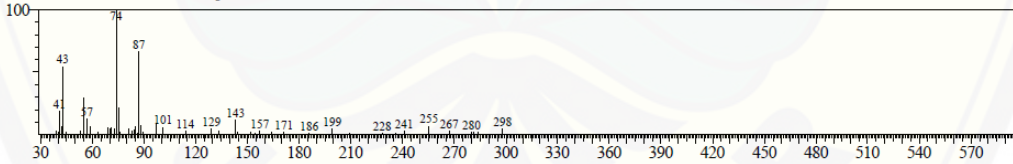
1. Metil Oleat

<< Target >>  
 Line#:1 R Time:41.100(Scan#:4549) MassPeaks:96  
 RawMode:Averaged 41.092-41.108(4548-4550) BasePeak:55.10(14450)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



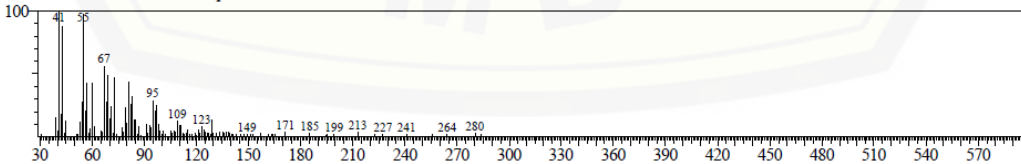
2. Metil Stearat

Line#:2 R Time:41.658(Scan#:4616) MassPeaks:50  
 RawMode:Averaged 41.650-41.667(4615-4617) BasePeak:74.10(12662)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



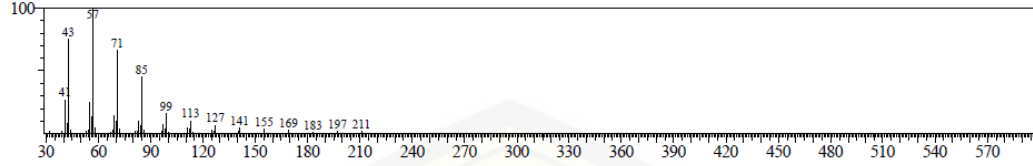
3. Asam Oleat

Line#:3 R Time:42.483(Scan#:4715) MassPeaks:111  
 RawMode:Averaged 42.475-42.492(4714-4716) BasePeak:41.05(37587)  
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



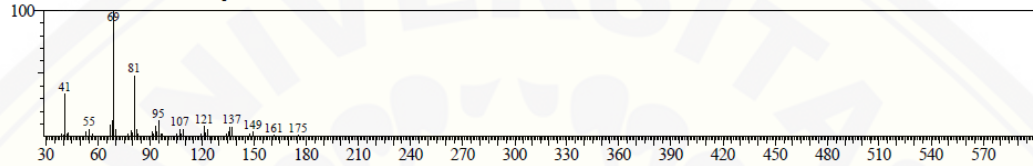
4. Tetrakosan

Line#: 4 R. Time: 53.033(Scan#: 5981) MassPeaks: 43  
 RawMode: Averaged 53.025-53.042(5980-5982) BasePeak: 57.10(34207)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1

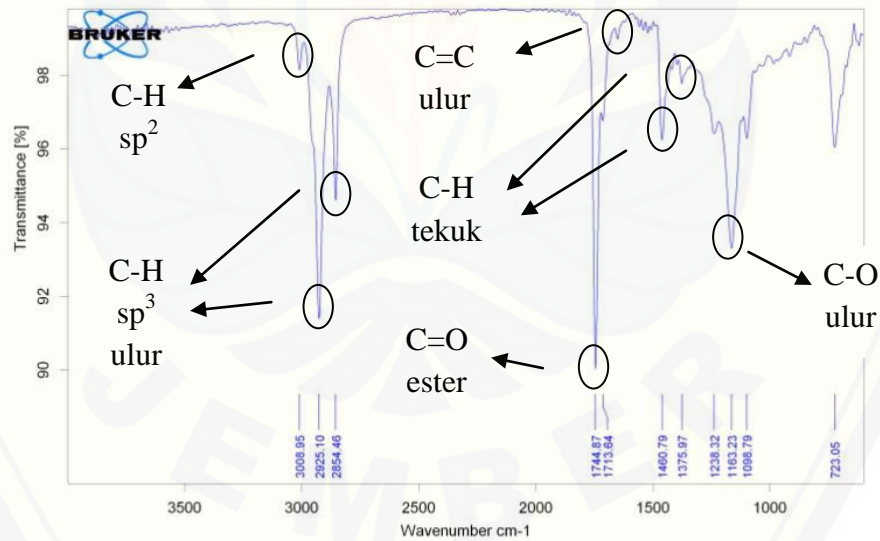


5. Sekuelena

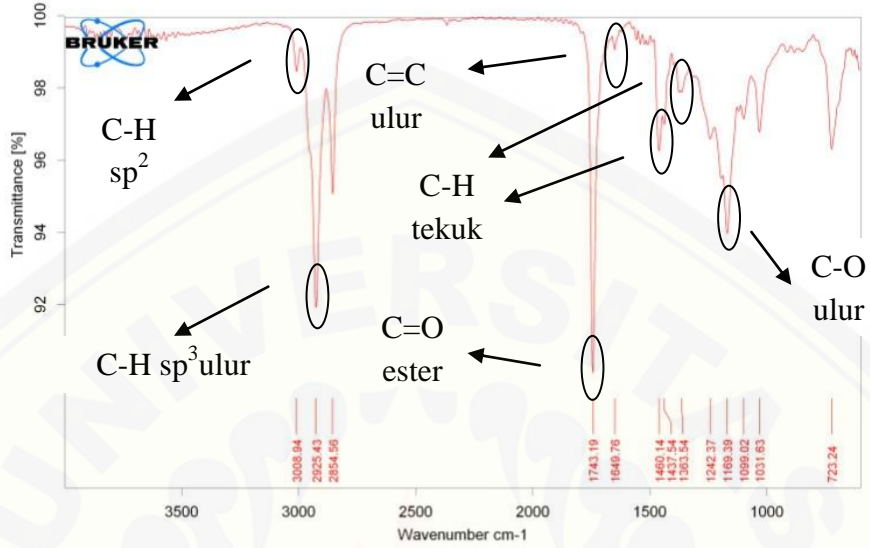
Line#: 5 R. Time: 56.350(Scan#: 6379) MassPeaks: 41  
 RawMode: Averaged 56.342-56.358(6378-6380) BasePeak: 69.10(102280)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



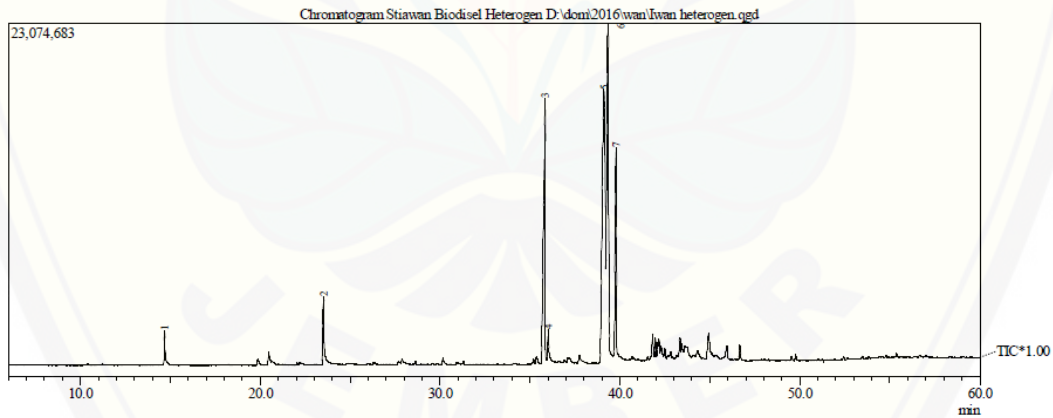
H. Spektra IR Minyak Tembakau



I. Spektra IR Minyak Tembakau Setelah Esterifikasi

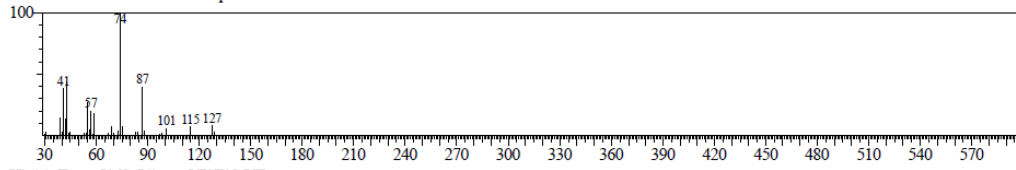


J. GC-MS Biodiesel



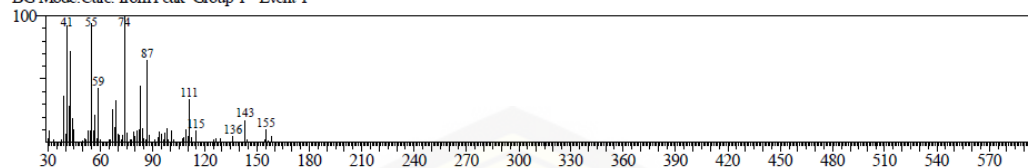
1. Metil Kaprilat

<< Target >>  
 Line#: 1 R.Time: 14.683(Scan#: 1379) MassPeaks: 32  
 RawMode: Averaged 14.675-14.692(1378-1380) BasePeak: 74.10(458620)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



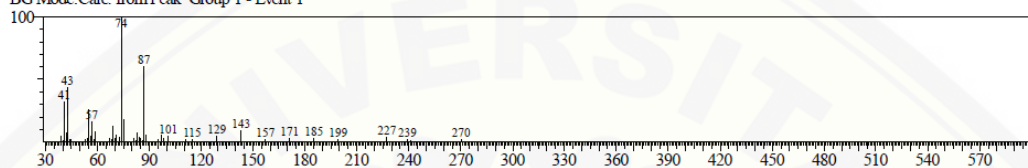
## 2. Metil Pelargonat

Line#:2 R Time:23.525(Scan#:2440) MassPeaks:72  
RawMode:Averaged 23.517-23.533(2439-2441) BasePeak:74.10(364740)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



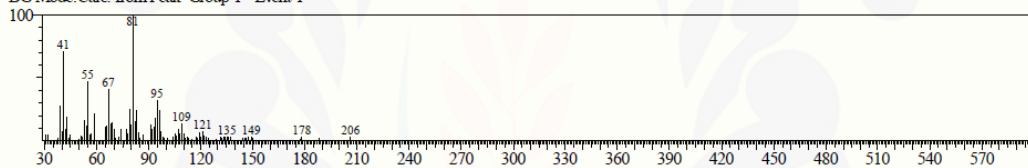
## 3. Metil Palmitat

Line#:3 R Time:35.833(Scan#:3917) MassPeaks:46  
RawMode:Averaged 35.825-35.842(3916-3918) BasePeak:74.10(3605627)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



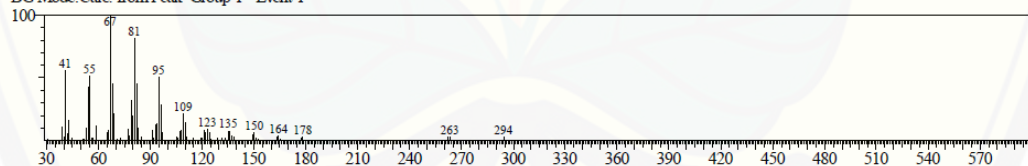
## 4. Metil Linoleat

Line#:4 R Time:36.008(Scan#:3938) MassPeaks:85  
RawMode:Averaged 36.000-36.017(3937-3939) BasePeak:81.10(197467)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



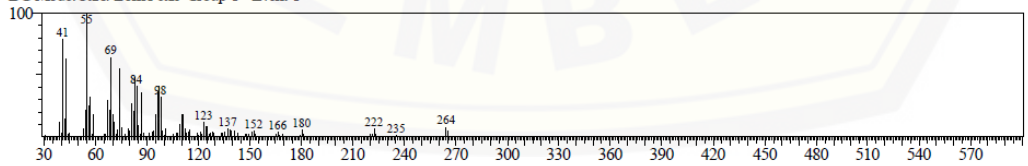
## 5. Metil Palmitolinoleat

Line#:5 R Time:39.125(Scan#:4312) MassPeaks:71  
RawMode:Averaged 39.117-39.133(4311-4313) BasePeak:67.15(1414858)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



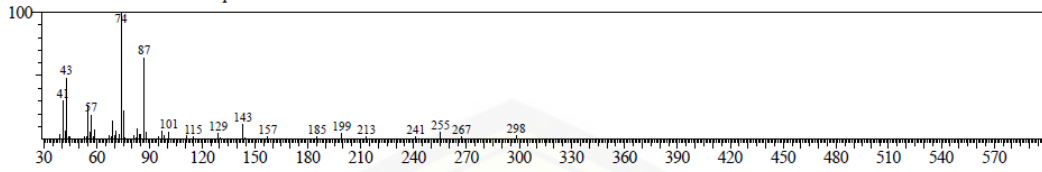
## 6. Metil Oleat

Line#:6 R Time:39.342(Scan#:4338) MassPeaks:96  
RawMode:Averaged 39.333-39.350(4337-4339) BasePeak:55.10(1563323)  
BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1

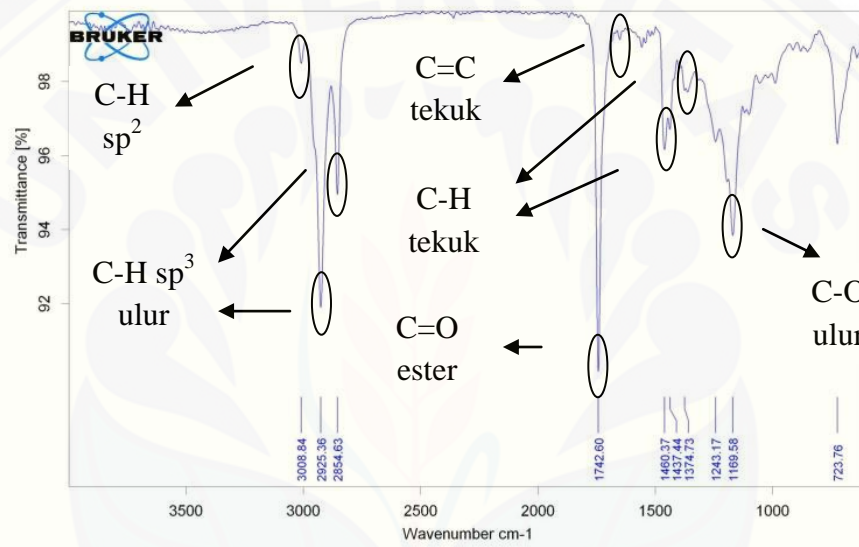


7. Metil Stearat

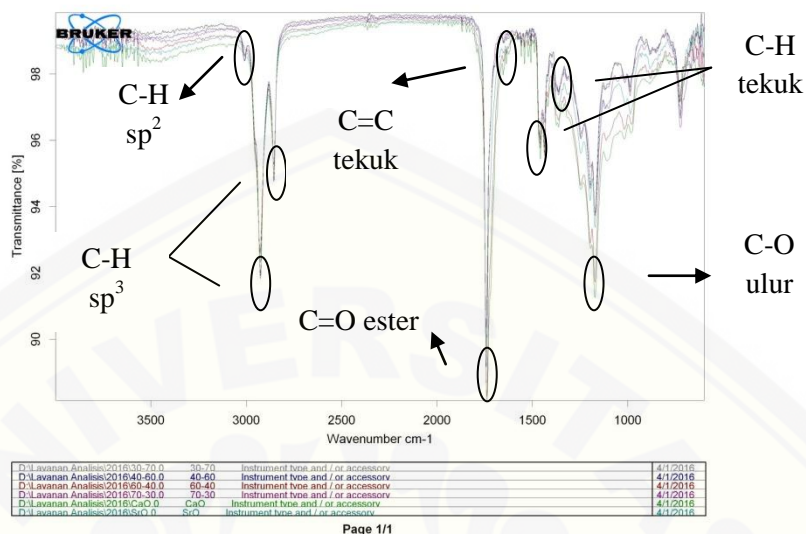
Line#: 7 R. Time: 39.783(Scan#: 4391) MassPeaks: 47  
 RawMode: Averaged 39.775-39.792(4390-4392) BasePeak: 74.10(2619150)  
 BG Mode: Calc. from Peak Group 1 - Event 1



K. Spektrum IR Biodiesel Rasio CaO: SrO 50:50



L. Spektra IR Biodiesel Semua Variasi

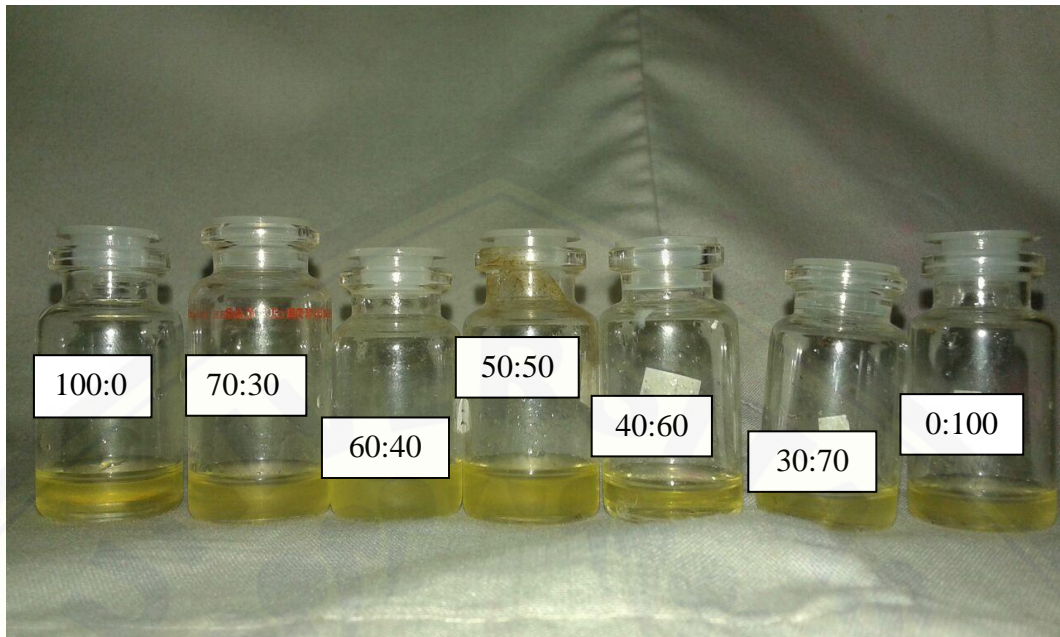


M. Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Tembakau

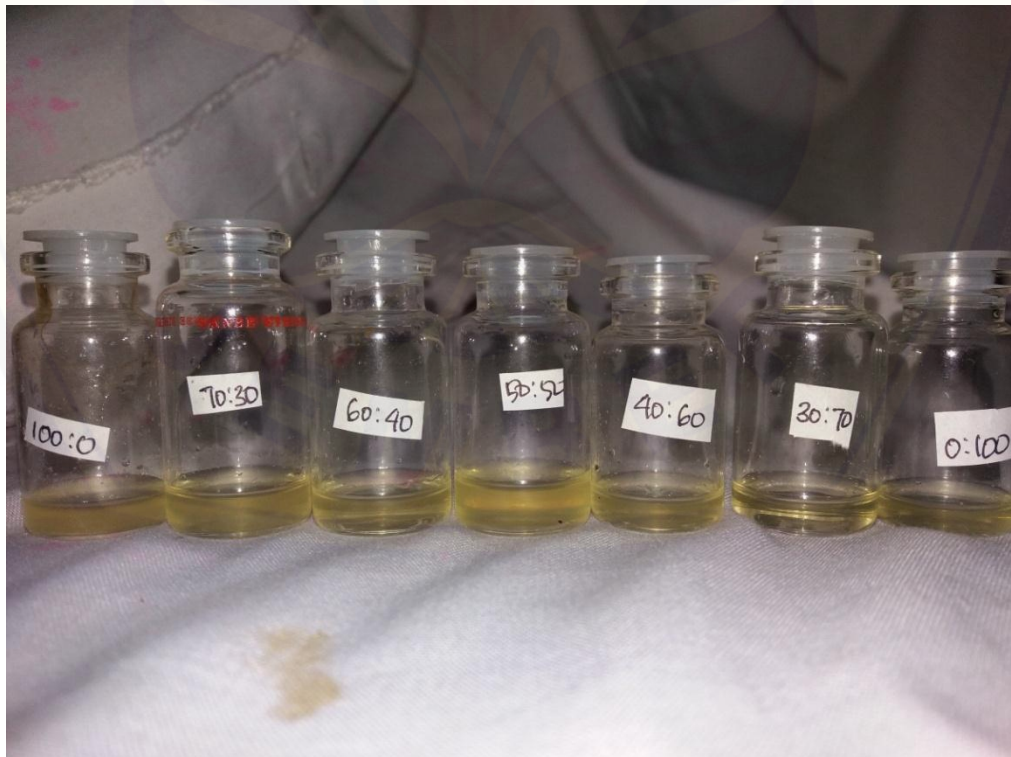
Pengulangan 1



Pengulangan 2



Pengulangan 3



N. Uji Sifat Fisik Biodiesel



Massa jenis



Viskositas Kinematik

