



**Perbandingan Aktivitas NZA dan NCA pada Peningkatan  
Beberapa Variabel Kualitas (*Refreshing*) Minyak Goreng Bekas  
dengan Reaktor *Fluid Fixed-Bed***

**SKRIPSI**

**diajukan untuk melengkapi Tugas Akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains**

**Oleh:**

**VINA INDAH PURNAMA SARI  
NIM. 031810301043**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2007**



## RINGKASAN

**Perbandingan Aktivitas NZA dan NCA pada Peningkatan Beberapa Variabel Kualitas (*Refreshing*) Minyak Goreng Bekas dengan Reaktor *Fluid Fixed-Bed*, Vina Indah Purnama Sari, 031810301043; 2007; 62 halaman; Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.**

Minyak goreng Filma merupakan minyak kelapa sawit yang diproses sedemikian rupa sehingga dihasilkan minyak goreng yang dibutuhkan oleh manusia sebagai media penghantar panas dalam mengolah makanan. Pengaruh panas berlebihan pada minyak goreng akan menyebabkan perubahan sifat fisik dan kimia karena adanya serangan radikal bebas dan menghasilkan beberapa produk seperti asam lemak bebas, senyawa asiri dan gliserol. Maka dari itu dilakukan peningkatan kualitas minyak goreng bekas dengan adsorben NZA dan NCA yang mampu menjerap asam lemak bebas, kadar air, dan radikal bebas pada minyak goreng bekas menggunakan reaktor *fluid fixed-bed*. Preparasi adsorben NZA dan NCA melalui proses pengasaman, kalsinasi dan oksidasi. Karakteristik adsorben NZA dan NCA dilakukan melalui penentuan keasaman dengan metode adsorpsi gas ammonia, kandungan kation dengan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA), dan Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jari Pori serta Volum Total Pori dengan metode BET. Parameter yang diamati sebagai tolok ukur kualitas minyak goreng bekas adalah kadar air, kadar asam lemak bebas, bilangan peroksida dan massa jenis.

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April 2007 sampai Agustus 2007 dilaboratorium Kimia Fisik FMIPA UNEJ. Sampel jelantah yang digunakan adalah minyak goreng filma bekas sisa penggorengan krupuk, tempe, tahu selama 3 kali pemakaian. Minyak goreng bekas sebanyak 40 mL dan adsorben yang sudah diaktivasi sebanyak 20 gram dimasukkan dalam reaktor *fluid fixed-bed* dengan variasi temperatur 70,80 dan 90°C. Adsorben yang digunakan berasal dari zeolit alam jenis mordenit dari PT.Prima Zeolita Wonosari, Yogyakarta. Lempung jenis kaolinit dari industri genteng, Wuluan-Jember.

Karakteristik keasaman adsorben NZA dan NCA berturut-turut adalah 0,0188 mol/g dan 0,0235 mol/g. Kandungan Kation Fe untuk NZA dan NCA berturut-turut adalah 7,625 ppm dan 2,250 ppm sedangkan kandungan kation Ca berturut-turut adalah

11,57 ppm dan 4,623 ppm. Luas Permukaan Spesifik NZA dan NCA berturut-turut adalah 16,92 m<sup>2</sup>/g dan 16,40 m<sup>2</sup>/g. Rerata jari pori NZA dan NCA berturut-turut adalah 16,85 Angstrom dan 18,37 Angstrom. Sedangkan Volum total pori NZA dan NCA berturut-turut adalah 14,26 e-03 cc/g dan 15,07 e-03 cc/g.

Karakterisasi kadar air awal sebesar 2,85 % setelah mengalami perlakuan dengan NZA dan NCA berturut-turut pada variasi temperatur 70,80 dan 90°C adalah 1,99 %, 0,486 %, 0,259 % dan 0,368 %, 0,172 %, 0,221 %. Karakterisasi bilangan asam lemak bebas (FFA) awal adalah 1.901% setelah mengalami perlakuan dengan NZA dan NCA berturut-turut pada variasi temperatur 70,80 dan 90°C adalah 1,563%, 1,013%, 1,127% dan 1,498%, 0,723%, 1,132%. Karakterisasi bilangan peroksida awal 0,412 meq/kg setelah mengalami perlakuan dengan NZA dan NCA berturut-turut pada variasi temperatur 70,80 dan 90°C adalah 0,180 meq/kg, 0,128 meq/kg, 0,149 meq/kg dan 0,154 meq/kg, 0,093 meq/kg, 0,129 meq/kg. Karakterisasi massa jenis awal sebesar 0,954 g/mL setelah mengalami perlakuan dengan NZA dan NCA berturut-turut pada variasi temperatur 70,80 dan 90°C adalah 0,902 g/mL, 0,888 g/mL, 0,883 g/mL dan 0,901 g/mL, 0,889 g/mL, 0,881 g/mL.

Sehingga diperoleh aktivitas adsorben NCA lebih besar daripada NZA dalam proses *Refreshing* minyak goreng jelantah berdasarkan tolok ukur bilangan peroksida, kadar asam lemak bebas, kadar air dan massa jenis. Secara umum aktivitas adsorben dipengaruhi oleh rerata jari pori, volum total pori dan keasaman yang merupakan karakteristik dari asorben.

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	iv
<b>HALAMAN PEMBIMBINGAN</b> .....	v
<b>DEKLARASI</b> .....	vi
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vii
<b>ABSTRAK</b> .....	viii
<b>RINGKASAN</b> .....	ix
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	x
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xvi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvii
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	1
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	3
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	3
<b>1.4 Tujuan Penelitian</b> .....	4
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	4
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
<b>2.1 Minyak Goreng</b> .....	5
2.1.1 Komponen Minyak Goreng .....	5
2.1.2 Standart Mutu Minyak Goreng .....	7
2.1.3 Sifat-Sifat Minyak Goreng.....	8
2.1.4 Pemanasan Minyak Goreng .....	11
<b>2.2 Zeolit</b> .....	16
<b>2.3 Modifikasi Adsorben</b> .....	20

2.4	<b>Lempung (Clay)</b> .....	22
2.5	<b>Adsorpsi</b> .....	26
2.6	<b>Karakterisasi Adsorben</b> .....	28
2.7.1	Luas Permukaan.....	28
2.7.2	Keasaman.....	29
2.7.3	Ukuran Pori.....	29
2.7	<b>Reaktor Sistem Fluid Fixed-Bed</b> .....	30
<b>BAB 3.</b>	<b>METODE PENELITIAN</b> .....	31
3.1	<b>Tempat dan Waktu Penelitian</b> .....	31
3.2	<b>Alat dan Bahan</b> .....	31
3.2.1	Alat.....	31
3.2.2	Bahan .....	31
3.3	<b>Pembuatan adsorben NZ, NZA, NC dan NCA</b> .....	32
3.3.1	Pembuatan adsorben NZ, NZA.....	32
3.3.2	Pembuatan adsorben NC,NCA .....	33
3.3.2	Preparasi Sampel Minyak Goreng .....	34
3.4	<b>Prosedur Kerja</b> .....	34
3.4.1	Preparasi Larutan .....	34
3.4.2	Pengambilan Sampel.....	35
3.4.3	Pembuatan Adsorben .....	36
3.5	<b>Karakterisasi Adsorben</b> .....	37
3.5.1	Penentuan Kandungan Logam .....	37
3.5.2	Penentuan Keasaman Adsorben.....	38
3.5.3	Penentuan Luas Permukaan,Rata-Rata Jari Pori.....	39
3.6	<b>Uji Aktivitas Adsorben</b> .....	39
3.7	<b>Karakterisasi Minyak Goreng Jelantah</b> .....	40
3.7.1	Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas .....	40
3.7.2	Penentuan Kadar Air .....	40
3.7.3	Penentuan Bilangan Peroksida .....	41
3.7.4	Penentuan Berat Jenis .....	42
<b>BAB 4.</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	43

<b>4.1</b>	<b>Karakteristik Adsorben.....</b>	<b>43</b>
4.1.1	Keasaman Adsorben .....	43
4.1.2	Kandungan Kation .....	45
4.1.3	Luas Permukaan Spesifik (LPS), Rerata Jari Pori, dan Volume Total Pori.....	47
<b>4.2</b>	<b>Karakteristik Minyak Goreng.....</b>	<b>51</b>
4.2.1	Kadar Air .....	51
4.2.2	Kadar asam Lemak Bebas (FFA).....	53
4.2.3	Bilangan Peroksida .....	55
4.2.4	Massa Jenis .....	57
<b>4.3</b>	<b>Perbandingan Aktivitas Adsorben NZA dan NCA .....</b>	<b>59</b>
<b>BAB 5.</b>	<b>KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>63</b>
<b>5.1</b>	<b>Kesimpulan.....</b>	<b>63</b>
<b>5.2</b>	<b>Saran .....</b>	<b>63</b>
	<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>64</b>
	<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>67</b>

## **BAB 1. PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Minyak goreng sangat dibutuhkan untuk keperluan rumah tangga dan industri makanan sebagai salah satu media dalam pengolahan makanan. Minyak diperoleh dari tanaman biji-bijian seperti inti buah kelapa sawit atau kelapa. Dekomposisi trigliserida menghasilkan sejumlah kecil gliserol dan asam lemak. Fungsi minyak goreng sebagai penambah rasa gurih, dan penambah nilai kalori bahan pangan yang dapat berasal dari hewan maupun tumbuhan dalam proses penggorengan (Winarno, 1992:95).

Pengaruh panas bagi minyak goreng yang berlebihan akan menyebabkan timbulnya senyawa akrilamida yang dapat meningkatkan sifat karsinogen. Perubahan sifat fisik dan kimia minyak terjadi karena adanya serangan radikal bebas dan menghasilkan beberapa produk seperti senyawa asiri, asam lemak bebas, dan gliserol (Belitz dan Grosch, 1999:211).

Minyak goreng bekas (jelantah) merupakan limbah penggorengan yang biasanya langsung dibuang ke lingkungan karena belum bisa dimanfaatkan lebih baik lagi. Limbah ini tergolong limbah organik yang merupakan senyawa karbon rantai panjang, apabila terdegradasi di dalam lingkungan akan meningkatkan keasaman lingkungan, menimbulkan bau yang tidak sedap dan kerusakan terhadap lingkungan. Oleh karena itu, diperlukan suatu langkah yang tepat untuk menanganinya (Setyawan, 2005).

Alternatif pemecahan masalah adalah mengolah minyak goreng bekas dengan menggunakan zeolit dan lempung yang telah diaktivasi. Hal ini karena pada zeolit mempunyai rongga-rongga yang terdapat ruang kosong di dalamnya yang terisi oleh air dan adanya gugus polar seperti kation-kation dan hidroksil, selain itu zeolit memiliki dua jenis situs asam didalam kerangka yaitu situs asam Bronsted berupa



proton yang melekat pada kerangka oksigen yang berikatan dengan atom silikon yang berada disekitar atom aluminium dan asam Lewis (Oudejans, 1984). Sedangkan pada lempung hal ini dikarenakan karakteristik lempung yang dapat mendukung sebagai adsorben adalah umumnya berbentuk liat, mudah mengalami substitusi isomorfik, bermuatan negatif, menyerap air, mempunyai luas permukaan (Hakim, 1986). Jika lempung kontak dengan air, maka molekul air akan masuk diantara lapisan sehingga terjadi *swelling interlayer* atau pengembangan antarlapis. Fenomena *swelling* pada lempung terjadi karena lapisan paralel dalam struktur lempung terikat secara elektrostatik sehingga dapat mengembang dengan masuknya spesies polar diantarlapisnya.

Sebagai tolok ukur dalam analisis minyak goreng bekas adalah kadar *free fatty acid* (FFA), kadar air, massa jenis, bilangan peroksida. Proses dalam penelitian ini menggunakan reaktor sistem *fluid fixed-bed*. Proses modifikasi adsorben meliputi pengasaman, kalsinasi dan oksidasi. Modifikasi ini diharapkan mampu memberikan karakter adsorben yang lebih baik untuk proses *refreshing* meliputi kandungan logam, keasaman, luas permukaan spesifik, volume total pori dan rata-rata jari pori. Dengan demikian akan dihasilkan jenis adsorben yang memiliki aktivitas yang lebih baik dalam proses *refreshing* dengan reaktor sistem *fluid fixed-bed* yang dioperasikan pada variasi temperatur 70°C, 80°C dan 90°C.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan diatas, maka perumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Bagaimana karakter adsorben NZA (Natural Zeolit Acid) dan NCA (Natural Clay Acid) hasil preparasi yang meliputi kandungan kation Ca dan Fe, keasaman, volume total pori, rata-rata jari-jari pori dan luas permukaan spesifik?,
2. Bagaimana kualitas jelantah sebelum dan sesudah proses refreshing dengan parameter kadar air, bilangan peroksida, kadar FFA dan berat jenis?,
3. Bagaimana perbedaan aktivitas adsorben NZA dan NCA dalam menurunkan kadar FFA, kadar air, bilangan peroksida dan massa jenis jelantah pada variasi temperatur?.

## 1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Minyak goreng yang digunakan dalam penelitian ini yaitu minyak goreng kemasan (Filma), Minyak goreng bekas penggorengan krupuk, tempe, tahu, telur dengan 3 kali penggorengan,
2. Zeolit yang digunakan berasal dari PT. Prima Zeolita Wonosari Yogyakarta (jenis modernit) dengan ukuran -80+100 mesh,
3. Lempung yang didapatkan berasal dari Industri Genteng di daerah Wuluan-Jember,
4. Karakterisasi adsorben meliputi :
  - a. penentuan keasaman adsorben dengan metode gravimetri,
  - b. penentuan kandungan logam dengan metode *Atomic Adsorption Spectroscopy* (AAS),
  - c. penentuan luas permukaan spesifik pori, rerata jari dan volume total pori memakai metode BET (*Brunauer-Emmet-Teller*) dengan alat *Gas sorption analyzer NOVA 1000*,

5. Reaktor dengan sistem *fluid fixed-bed* pada variasi temperatur  $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $80 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $90 \pm 2^\circ\text{C}$ ,
6. Analisis minyak goreng meliputi : bilangan peroksida ditentukan dengan metode iodometri, kadar FFA ditentukan dengan metode asidi alkalimetri, penentuan kadar air dengan menggunakan metode thermogravimetri dan berat jenis.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menentukan karakter adsorben NZA dan NCA hasil preparasi yang meliputi kandungan kation Ca dan Fe, luas permukaan spesifik, volume total pori, rata-rata jari-jari pori dan keasaman,
2. Memperbaiki kualitas jelantah sebelum proses *refreshing*,
3. Membedakan aktivitas dua adsorben yaitu NZA dan NCA pada variasi temperatur

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Manfaat penelitian ini diharapkan :

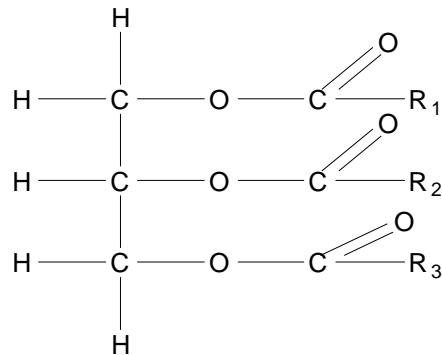
1. Sebagai sumber informasi salah satu solusi penanganan sisa jelantah yang berfungsi sebagai media pemanas sehingga dapat menghemat sumber daya alam pada umumnya dan menghemat anggaran konsumen pada khususnya,
2. Meningkatkan dan mempertahankan sanitasi lingkungan,
3. Pemberdayaan bahan alam melalui modifikasi zeolit dan lempung untuk proses *refreshing* jelantah.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Minyak Goreng

#### 2.1.1 Komponen Penyusun Minyak Goreng

Minyak sawit diperoleh dari buah kelapa sawit. Secara garis besar buah kelapa sawit terdiri dari serabut buah (pericarp) dan inti (kernel). Serabut buah kelapa sawit terdiri dari 3 lapis yaitu lapisan luar atau kulit buah yang disebut but pericarp, lapisan sebelah dalam disebut mesocarp, dan lapisan paling dalam disebut endocarp. Inti kelapa sawit terdiri dari lapisan kulit biji (testa), endosperm dan embrio. Mesocarp mengandung kadar minyak rata-rata sebanyak 56%, inti (kernel) mengandung minyak sebanyak 44% dan endocarp tidak mengandung minyak (Pasaribu, 2004).



Sumber : Fassenden dan Fassenden, 1999

Gambar 2.1 Suatu Lemak (Trigliserida dan Triasilgliserol)

Gambar 2.1 merupakan suatu asam lemak (suatu trigliserida atau triasilgliserol), dimana  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  merupakan ekor hidrokarbon dari berbagai asam lemak. Umumnya lemak dan minyak yang terdapat di alam merupakan trigliserida campuran artinya ketiga bagian asam lemak dari trigliserida itu tidaklah sama (Fassenden & Fassende, 1999) termasuk salah satunya asam lemak tak jenuh.

Minyak goreng juga merupakan campuran beberapa trigeliserida (yaitu triester dari asam lemak berantai panjang ( $C_{12}$  sampai  $C_{24}$  dan gliserol), sehingga minyak goreng dapat menimbulkan bau tengik atau cita rasa tidak enak bila dibiarkan pada udara lembab pada temperatur kamar. Ketengikan pada minyak goreng disebabkan oleh adanya proses oksidasi atau disebabkan oleh otooksidasi asam lemak tidak jenuh dalam minyak. Otooksidasi merupakan reaksi yang kompleks dan melibatkan sejumlah besar reaksi intermediet (Winarno, 1992:106).

Tabel 2.1 Asam Lemak yang dipakai sebagai Tolok Ukur Jenis Minyak

Sumber Minyak	Jenis Asam Lemak Terbanyak	Struktur	Berat Molekul
Kelapa sawit	Palmitat	$CH_3(CH_2)_{14}COOH$	256
Kelapa Susu	Laurat Oleat	$CH_3(CH_2)_{10}COOH$ $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COOH$	200 282
Jagung	Linoleat	$CH_3(CH_2)_4CH=CHCH_2CH=CH(CH_2)_7COOH$	278
Kedele	Linoleat	$CH_3(CH_2)_4CH=CHCH_2CH=CH(CH_2)_7COOH$	278
Kacang	Linoleat	$CH_3(CH_2)_4CH=CHCH_2CH=CH(CH_2)_7COOH$	278

Sumber : Sudarmadji dan Haryono (1984)

Hidroperoksida yang terbentuk merupakan senyawa yang bersifat sangat tidak stabil dan mudah menjadi senyawa dengan rantai karbon yang lebih pendek oleh radiasi energi tinggi, energi panas, katalis logam, atau enzim. Senyawa-senyawa dengan rantai karbon yang lebih pendek ini adalah asam-asam lemak, aldehida-aldehida, dan keton yang bersifat volatil dan menimbulkan bau tengik pada minyak (Winarno, 1992). Dimana proses terbentuknya aldehida karena pada ketengikan oksidatif, ikatan rangkap dua dalam ikatan komponen asam lemak tidak jenuh dari

trigliserida terputus sehingga membentuk aldehida suatu molekul rendah dengan bau tidak sedap. Aldehida kemudian dioksidasi menjadi asam lemak yang juga berbau tidak sedap (Anthony, 1992).

### 2.1.2 Standar Mutu Minyak Goreng

Standar mutu adalah hal yang penting untuk menentukan minyak yang bermutu baik. Ada beberapa faktor yang menentukan standar mutu, yaitu: kandungan air dan kotoran dalam minyak, kandungan asam lemak bebas, warna, dan bilangan peroksida. Faktor lain yang mempengaruhi standar mutu adalah titik cair dan kandungan gliserida, plastisitas, kejernihan kandungan logam berat dan bilangan penyabunan (Ketaren, 1986).

Tabel 2.2 Standard Mutu Minyak Goreng SNI 01-3741-2002

Kriteria Uji	Satuan	Persyaratan	
		Mutu I	Mutu II
Kadar air	% b/b	Maks 0,1	Maks 0,3
Bilangan Asam (FFA)	mg KOH/g	Maks 0,6	Maks 2
Asam linolenat (C18:3) dalam komposisi asam lemak minyak	%	Maks 2	Maks 2
Timbal (Pb)	mg / kg	Maks 0,1	Maks 0,1
Timah (Sn)*	mg / kg	Maks 40/250 kg	Maks 40 / 250 kg
Tembaga (Cu)	mg / kg	Maks 0,1	Maks 0,1
Arsen (As)	mg / kg	Maks 0,1	Maks 0,1
Bilangan peroksida	meq / kg		Maks 12,5
Bj	g / ml	0,906 – 0,909	

Sumber : SNI 01-3741-2002

### 2.1.3 Sifat-Sifat Minyak

Pada umumnya, untuk pengertian sehari-hari, minyak dalam bentuk cair dalam temperatur kamar yang terdiri dari molekul-molekul trigliserida. Minyak merupakan bahan cair karena rendahnya kandungan asam lemak jenuh dan tingginya kandungan asam lemak tidak jenuh sehingga titik leburnya rendah (Winarno, 1992).

Sifat- sifat minyak adalah sebagai berikut :

#### 1. Kelarutan

Minyak hanya sedikit larut dalam alkohol dan larut sempurna dalam etil eter, karbon disulfida dan pelarut- pelarut halogen yang memiliki sifat non polar. Asam- asam lemak yang berantai pendek dapat larut dalam air, semakin panjang rantai asam-asam lemak maka kelarutannya di dalam air akan semakin berkurang (Ketaren, 1986).

#### 2. Kadar air

Kadar air merupakan salah satu parameter untuk menentukan tingkat kemurnian minyak dan berhubungan dengan sifat goreng, bau dan rasa. Kadar air juga digunakan untuk menduga daya simpan minyak, sebab minyak yang mempunyai kadar air mudah terjadi kerusakan hidrolisis (Sudarmadji, dkk. 1996).

#### 3. Bilangan Asam Lemak Bebas

Stevenson (1984) menyatakan bahwa, pada minyak yang digunakan secara berulang-berulang dapat menyebabkan meningkatnya asam lemak bebas yang terbentuk dari reaksi hidrolisis dengan adanya air atau uap air, temperatur tinggi dan proses oksidasi pada ikatan rangkap (Paul and Palmer dalam Astuti, 2003), proses oksidasi dan hidrolisa enzim selama pengolahan dan penyimpanan (Ketaren, 1986).

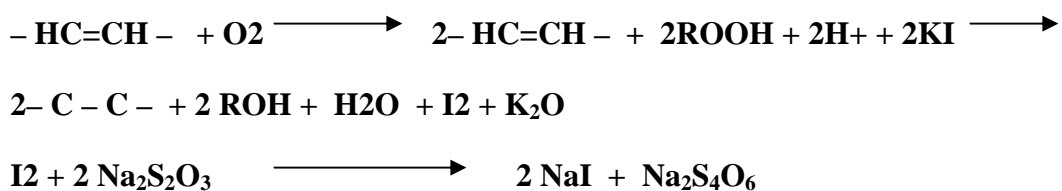
#### 4. Bilangan Peroksida

Peroksida yaitu produk awal dari reaksi oksidasi yang bersifat labil. Sedangkan bilangan peroksida adalah nilai terpenting untuk menentukan derajat kerusakan minyak. Asam lemak tidak jenuh dapat mengikat oksigen pada ikatan rangkapnya sehingga membentuk peroksida (Ketaren, 1986).

Kerusakan minyak yang utama ditandai dengan timbulnya bau dan rasa tengik, yang disebut proses ketengikan. Hal ini terjadi oleh otooksidasi radikal asam lemak tidak jenuh dalam minyak. Otooksidasi dimulai dengan pembentukan radikal-radikal bebas yang disebabkan oleh faktor-faktor yang dapat mempercepat reaksi seperti cahaya, panas dan peroksida atau hidroperoksida. Radikal bebas yang terbetuk akan bereaksi dengan  $O_2$  dan menghasilkan peroksida aktif yang dapat membentuk hidroperoksida yang bersifat sangat tidak stabil dan mudah terpecah menjadi senyawa dengan rantai karbon yang lebih pendek oleh radiasi energi tinggi, energi panas, atau enzim. Senyawa-senyawa dengan rantai C lebih pendek ini adalah asam lemak aldehyd dan keton yang bersifat volatil dan menimbulkan bau tengik pada lemak.

Analisa kadar peroksida ini ditentukan dengan metode iodometri. Prinsip analisa ini didasarkan pada reaksi reduksi gugus hidroperoksida (ROOH) dengan ion iodida ( $I^-$ ). Sisa dari iodine ( $I_2$ ) sebanding dengan konsentrasi peroksida. Kelebihan  $I_2$  dititrasi dengan natrium tiosulfat menggunakan indikator pati. Titik akhir titrasi ditandai dengan berubahnya warna ungu (warna dari indikator pati) menjadi tidak berwarna.

Reaksi yang terjadi adalah :



##### 5. Bilangan Iodin

Bilangan iodine yaitu sebagian jumlah iodine dalam gram yang diserap oleh 100 gram minyak.  $I_2$  akan mengadisi ikatan rangkap asam lemak tidak jenuh bebas maupun dalam bentuk ester. Bilangan iodine tergantung pada jumlah asam lemak tidak jenuh dalam minyak (Winarno, 1986).



#### 6. Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan adalah jumlah KOH yang diperlukan untuk menyabunkan 1 gram minyak. Untuk menetralkan satu molekul gliserida diperlukan 3 molekul alkali (Ketaren, 1986). Menurut Sudarmadji (1984) dan Winarno (1992), bilangan penyabunan dapat digunakan untuk menentukan berat molekul minyak secara kasar, dan dijadikan ukuran terhadap fraksi lipid yang tidak memiliki asam lemak.

#### 7. Berat Jenis

Berat jenis yaitu perbandingan berat minyak dengan air pada volume yang sama. Berat jenis minyak bervariasi tergantung berat molekul penyusunnya dan derajat ketidakjenuhan. Pada minyak goreng bekas berat jenis tergantung pada kadar air dan kadar kotoran yang tidak larut selama penggorengan (Susanto, 1987). Pengujian berat jenis minyak bertujuan untuk mengetahui kemurnian minyak goreng (Ketaren, 1986).

#### 8. Warna

Warna minyak dapat disebabkan oleh bermacam-macam pigmen, misalnya zat warna alami alfa, beta karoten xanthofil, klorofil, antosianin (Ketaren, 1986). Standar mutu warna merah 3,5 dan kuning 3,5 (Anonymous dalam Prasetyo, 2000). Kecerahan warna dipengaruhi kandungan gliserida yang merupakan campuran dari asam lemak jenuh dan tidak jenuh (Anonymous, 1999).

Bau minyak goreng secara alami ditimbulkan oleh persenyawaan beta-ionone, selain itu dipengaruhi oleh adanya asam-asam lemak rantai pendek akibat kerusakan minyak goreng (Ketaren, 1986).

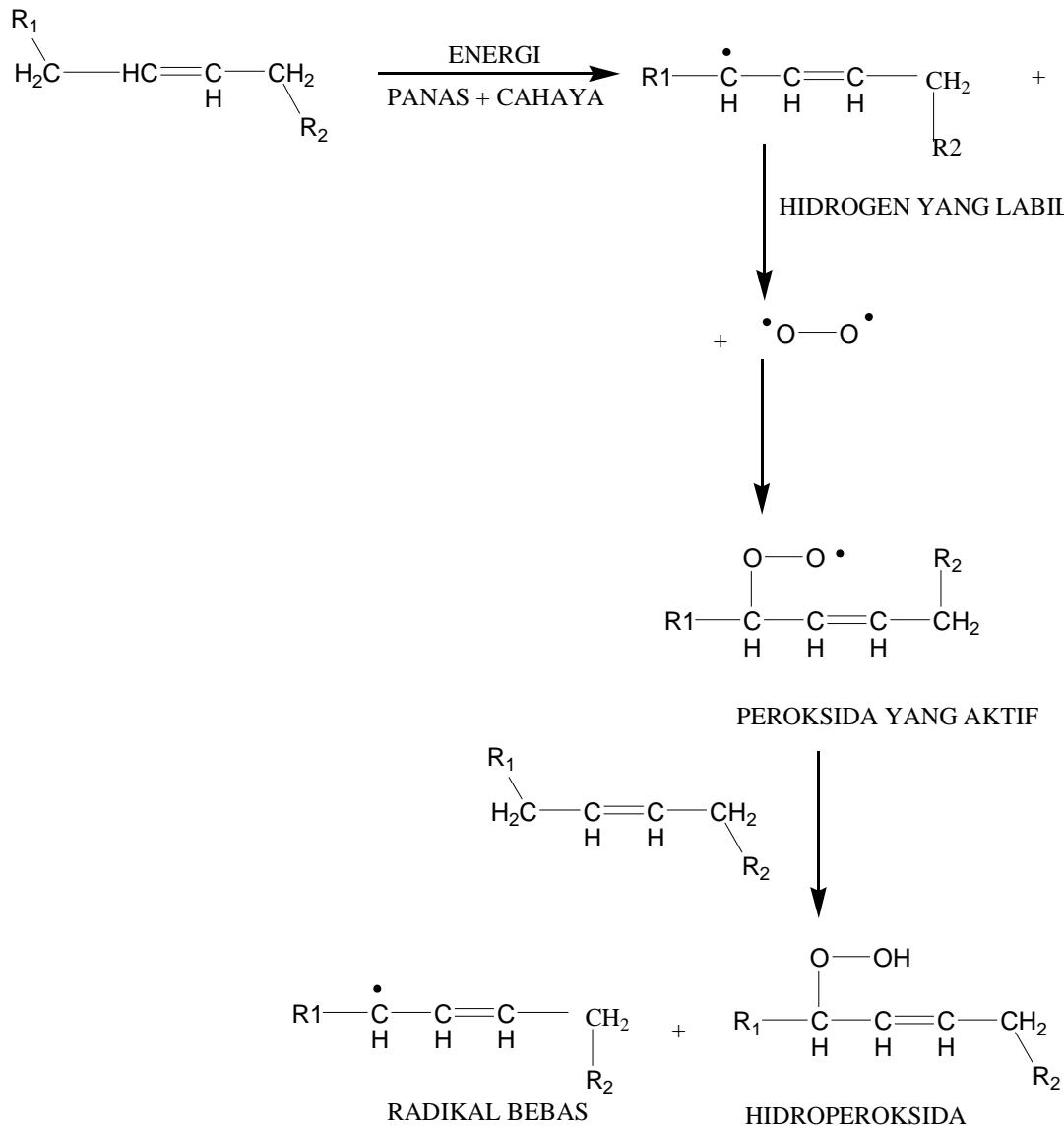
#### 9. Viskositas

Viskositas dipengaruhi oleh rantai asam lemak penyusun trigliserida dan asam lemak tidak jenuh dari asam lemaknya (Susanto, 1987).

#### 2.1.4 Pemanasan Minyak Goreng

Dalam penggunaan minyak goreng selalu digunakan pemanasan dimana hal ini merupakan salah satu metode penyiapan makanan. Pemanasan berlebih pada minyak goreng selain akan merusak minyak juga akan menghasilkan suatu senyawa yang bersifat karsinogenik. Temperatur yang tinggi merupakan salah satu faktor adanya perubahan sifat fisika dan kimia (Belitz dan Grosch, 1999:210; Rietz dan Wanderstock, 1965:320).

Ketengikan (*rancidity*) merupakan salah satu kerusakan minyak yang disebabkan oleh otooksidasi radikal asam lemak tak jenuh dalam minyak. Otooksidasi dimulai dari pembentukan radikal-radikal bebas yang disebabkan oleh faktor-faktor yang dapat mempercepat reaksi seperti cahaya, panas, peroksida lemak atau pembentukan senyawa-senyawa hasil penguraian hidroperoksida sehingga dihasilkan senyawa aldehida dan keton, logam-logam berat seperti Cu, Fe, Co, dan Mn, logam porfirin seperti hematin, hemoglobin, klorofil dan enzim-enzim lipoksidase (Winarno, 1992:106).

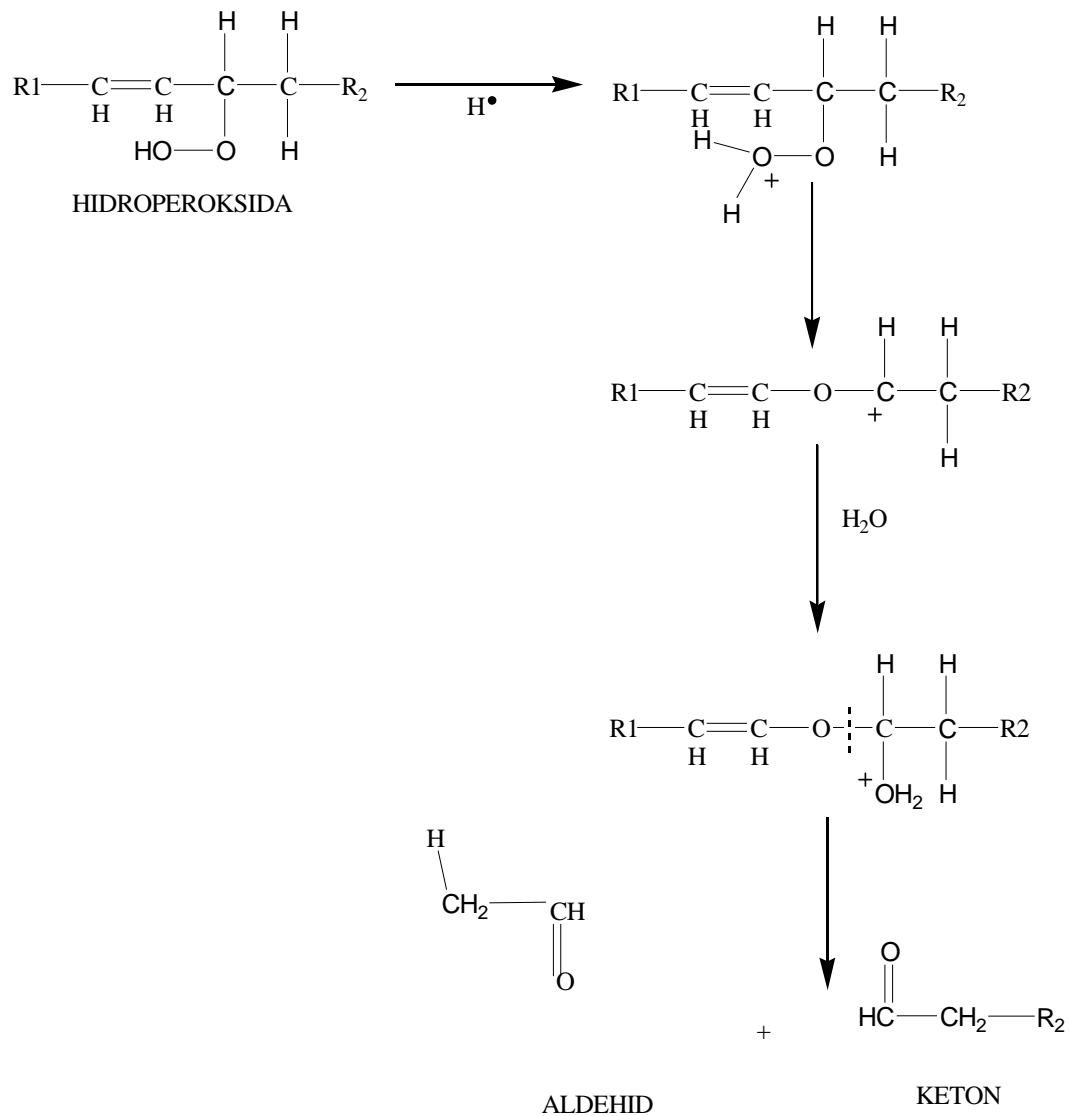


Sumber : FG. Winarno, 1992.

Gambar 2.2 Reaksi Degradasi Rantai Karbon Melalui Mekanisme Radikal Bebas

Hidroperoksida yang terbentuk merupakan senyawa bersifat sangat stabil dan mudah menjadi senyawa dengan rantai karbon yang lebih pendek oleh radiasi energi tinggi, energi panas, katalis logam atau enzim. Senyawa-senyawa dengan rantai C lebih pendek ini adalah asam lemak aldehyd dan keton yang bersifat volatil dan menimbulkan bau tengik pada minyak.

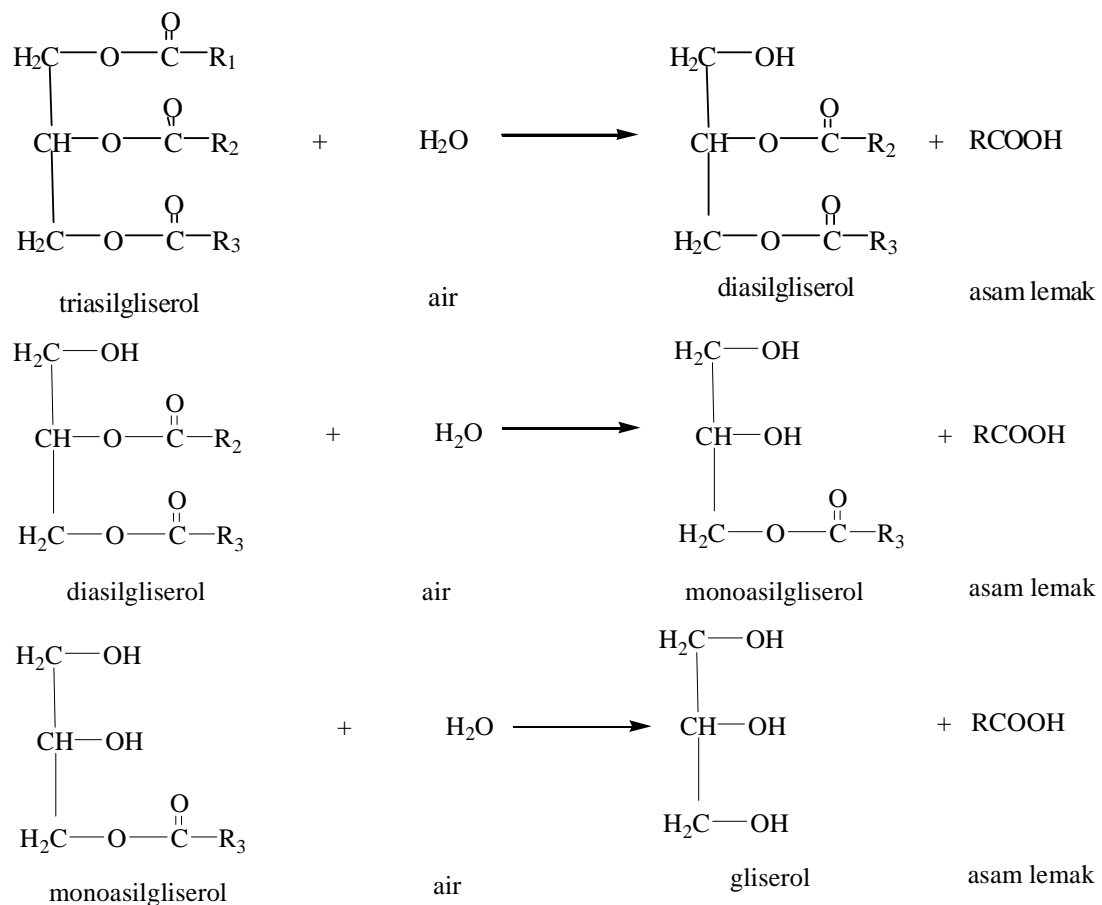
Penguraian hidropersoksida yang menghasilkan senyawa-senyawa yang dapat menyebabkan bau tengik dapat dilihat pada gambar 2.3.



Sumber : Belitz dan Grosh, 1999

Gambar 2.3 Reaksi Penguraian Hidropersoksida

Selain itu penyebab kerusakan minyak goreng yang lain adalah hidrolisis, hal ini sangat menentukan mutu minyak goreng. Dengan adanya air, lemak terhidrolisis menjadi gliserol dan asam lemak. Minyak goreng yang telah terhidrolisis titik asapnya menurun, bahan-bahan menjadi coklat dan lebih banyak menyerap minyak. Reaksi Hidrolisis minyak goreng dapat digambarkan seperti pada gambar 2.4.

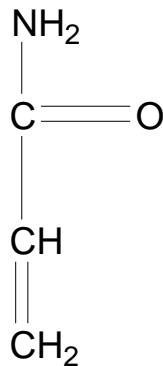


Sumber: Casimir, dalam Setyawan 2005

Gambar 2.4 Reaksi Hidrolisis Minyak Goreng

Hasil penelitian pakar Swedia Mrs. Margareta Yamqvist dan Dr. Leif Busk menyatakan bahwa pemanasan pangan dengan temperatur lebih dari 150°C, baik melalui penggorengan minyak panas atau *oven baking*, berpeluang dapat

menghasilkan senyawa akrilamida. Akrilamida adalah senyawa kimia yang tergolong sebagai senyawa karsinogen. Senyawa tersebut diperkirakan terdapat pada makanan yang digoreng dengan minyak pada temperatur lebih dari 150°C (*deep frying*) atau pembakaran *oven baking*. Jadi tidak ditemukan pada bahan mentah atau produk yang dimasak dengan air.



Sumber : Winarno, 1986

Gambar 2.5 Struktur Akrilamida

Ms. Margareta Yarnqvist dan Dr. Leif Busk dari Swedia dalam Kurniasari, 2005, melaporkan bahwa akrilamida banyak terdapat pada produk knetang dan biji-bijian yang digoreng seperti *potato chip*, *fried potatoes*, *French fried*, *Crispi bread* dan *Biscuits*.

Efek toksisitas akrilamida telah lama diketahui bahwa dapat mengakibatkan kerusakan DNA, khususnya bila terjadi konsumsi akrilamida dalam dosis tinggi. Kerusakan DNA tersebut akan mengakibatkan gangguan sistem syaraf dan reproduksi.

Mekanismenya adalah akrilamida setelah mnegalami metabolisme menghasilkan *glycidamida* yang dapat terikat pada DNA sehingga mnegakibatkan kerusakan genetik. Acrylamida dapat menginduksi terjadinya mutasi gen dan meningkatkan resiko terjadinya kanker (Winarno, 1992).

Tabel 2.3 Reaksi Yang Terjadi Selama Pemanasan Minyak

No.	Pemanasan Minyak	Reaksi	Produk
1.	Pemanasan Minyak tanpa Makanan	Otooksidasi	Asam Asiri
		Isomerisasi	Aldehida Asiri
		Polimerisasi	Ester Asiri Alkohol Asiri, Epoksida Hidrogen dan CO <sub>2</sub> Asam lemak rantai bercabang Asam lemak dimer Senyawa mono-dan bisiklik Senyawa Aromatik
2.	Pemanasan Minyak dengan Makanan	Otooksidasi	Asam Asiri
		Isomerisasi	Aldehida asiri
		Polimerisasi	Ester Asiri
		Hidrolisis	Alkohol Asiri Epoksida Gliserol, Hidrogen, CO <sub>2</sub> Asam lemak rantai bercabang Asam lemak dimer Senyawa Aromatik Asam lemak bebas

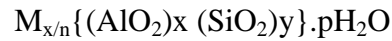
Sumber : Belitz dan Grosch, 1999

## 2.2 Zeolit

Zeolit pertama kali ditemukan pada tahun 1745 oleh seorang mineralogi Swedia yang bernama AF Cronsted (Flanigen, 1991). Zeolit berasal dari kata zein yang berarti membuih dan lithos berarti batu (Sutarti,1994). Menurut Flanigen (1991), zeolit adalah suatu mineral baru yang terdiri dari alumina silikat terhidrat dari logam alkali atau alkali tanah yang merupakan kerangka struktur berpori. Zeolit alam bercampur dengan mineral lain feldspar, sodalit, nephelit dan leusit.

Diperkirakan zeolit alam terbentuk dari lava gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, membentuk sedimen-sedimen dan batuan-batuan metamorfosa yang selanjutnya mengalami proses pelapukan karena pengaruh panas dan dingin membentuk mineral zeolit.

Secara umum formula zeolit dapat dituliskan sebagai berikut (Hamdan, 1992) :



Dimana :

M = kation bermuatan positif yang dapat dipertukarkan

x = jumlah Al

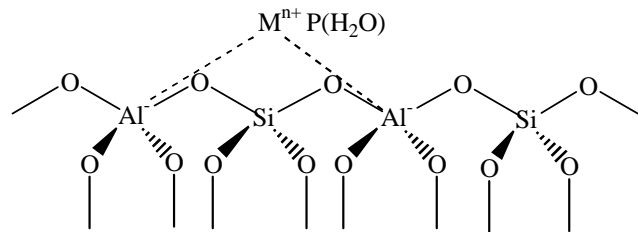
y = jumlah Si

p = jumlah air kristal

n = muatan kation

{ } = kerangka alumina- silikat

Menurut Sutarti (1994) bahwa zeolit merupakan suatu mineral alam yang terbentuk dari debu-debu vulkanik. Atom-atom penyusun kerangka zeolit dapat disubstitusi oleh atom lain sehingga menyebabkan perubahan muatan pada struktur zeolit. Struktur kerangka zeolit yang menunjukkan adanya muatan negatif digambarkan secara skematik sebagai berikut :

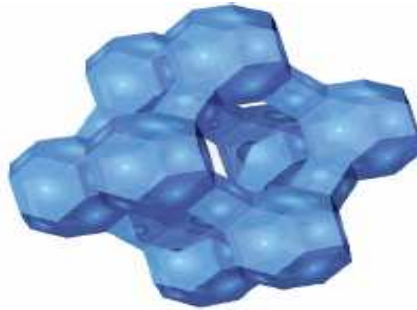


Sumber: Oudejans, 1984

Gambar 2.6 Struktur Kerangka Zeolit



Zeolit terdiri dari kation yang dipertukarkan, kerangka aluminosilikat dan air. Ikatan ion Al-Si-O membentuk struktur kristal, sedangkan logam alkali merupakan sumber kation yang mudah dipertukarkan (Sutarti, 1994).



Sumber: Jensen, 2003.

Gambar 2.7 Struktur Tiga Dimensi Zeolit dari Jenis Modernit

Struktur zeolit yang berpori dengan air didalamnya dan kation yang mudah lepas menjadi zeolit yang mempunyai kegunaan yang sangat luas, baik dalam industri maupun ilmu pengetahuan (Sutarti,1994).

Struktur zeolit yang berongga menyebabkan zeolit mempunyai sifat yaitu :

1. Dehidrasi

Sifat dehidrasi ini akan berpengaruh terhadap sifat adsorpsi. Zeolit dapat melepaskan molekul air dari dalam rongga permukaan yang menyebabkan medan listrik meluas ke dalam rongga utama dan akan efektif terinteraksi dengan molekul yang teradsorpsi. Jumlah air sesuai dengan jumlah pori-pori atau ruang hampa yang akan terbentuk bila unit sel kristal zeolit tersebut dipanaskan.

2. Adsorpsi

Dalam keadaan normal ruang hampa dalam kristal terisi oleh molekul air bebas yang berada disekitar kation. Bila dipanaskan pada temperatur 300-400°C maka air tersebut akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan.

### 3. Penukar ion

Ion-ionnya ada pada rongga atau kerangka elektrolit berguna untuk menjaga kenetralan zeolit. Ion-ion ini dapat bergerak sehingga pertukaran ion yang terjadi tergantung dari ukuran dan muatan maupun jenis zeolitnya. Sifat penukar ion ini hanya dapat terjadi jika semua kation yang ada dalam zeolit dikeluarkan dan kemudian baru diisi dengan ion yang diinginkan, sehingga tidak cukup dengan pemanasan saja, zeolit dapat bersifat sebagai penukar ion.

Adsorpsi adalah gejala tertariknya molekul lain yang terjadi dipermukaan fase yang berbatasan secara kualitatif, sedangkan absorpsi yaitu jika penyerapan terjadi samapai dalam (Yuhelda, 1998). Adsorpsi dinyatakan sebagai banyaknya zat dalam fase muka persatuan luas, karena adsorpsi adalah gejala permukaan maka semakin luas permukaan semakin banyak komponen lain diadsorpsi. Agar mempunyai luas permukaan yang besar maka adsorben harus mempunyai pori-pori yang banyak (Oscik, 1982). Menurut Suyartono (1991), zeolit sebelum digunakan sebaiknya diaktivasi terlebih dulu.

Aktivasi ada dua macam yaitu :

#### a. Aktivasi dengan panas

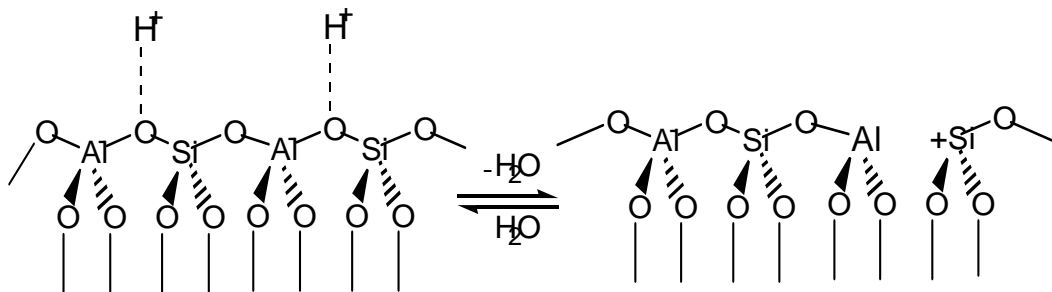
Merupakan proses dehidrasi untuk melepaskan molekul air yang ada pada zeolit yang nantinya adalah digunakan oleh ion yang diabsorpsi. Setelah dehidrasi kation-kation saluran menjadi tidak terlindungi sehingga medan listrik diperluas sampai ke dalam rongga utama dan mengakibatkan interaksi yang lebih efektif dengan ion terabsorpsi. Pada proses pemanasan akan terjadi perubahan menjadi kristalinitas dari bentuk amorf menjadi kristal, hal ini berarti bahwa pada perubahan menjadi kristal maka bentuk partikel berubah dari pori kecil menjadi besar yang mengakibatkan basa akan mudah masuk ke dalam pori-pori tersebut, sehingga keasamannya naik.

Jumlah basa terabsorpsi secara kimia pada permukaan adsorben menunjukkan banyaknya gugus asam yang aktif pada permukaan adsorben tersebut. Jadi pemanasan dimaksudkan untuk mempertinggi keaktifan zeolit dalam penggunaannya sebagai penukar ion.

b. Aktivasi dengan reagen kimia

Reagen kimia yang dapat digunakan untuk proses aktivasi zeolit alam adalah larutan basa dan asam. Tujuan aktivasi dengan kimia yaitu membersihkan permukaan pori-pori, membuang senyawa pengotor, mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan.

Situs asam disajikan pada gambar dibawah ini :



Sumber : Setyawan (2005)

Gambar 2.8 Dehidroksilasi Menghasilkan Situs Asam Lewis

### 2.3 Modifikasi Adsorben

Modifikasi ini bertujuan untuk memperbaiki karakter adsorben. Modifikasi adsorben dapat dilakukan dengan mengubah spesies kation, ukuran pori, dan derajat dehidrasinya. Aktivasi dan modifikasi adsorben dapat dilakukan dengan dua macam cara, yaitu secara kimia dan fisika. Dimana aktivasi secara fisika bertujuan untuk menghilangkan pengotor organik dan air dengan cara penghancuran, penyaringan, pencucian dengan aquades dan pemanasan pada temperatur tinggi. Sedangkan aktivasi secara kimia dapat dilakukan untuk menghilangkan pengotor-pengotor

anorganik dan untuk memodifikasi bentuk, komposisi, dan struktur alumina-silika dengan cara sebagai berikut :

1. Pertukaran Ion

Adsorben yang digunakan mempunyai struktur kristal yang berpori, sehingga didalamnya dapat dilakukan pertukaran ion. Hal ini bertujuan untuk memodifikasi pori adsorben serta meningkatkan kestabilan adsorben tersebut. Besarnya pori adsorben dapat dimodifikasi dengan kation monovalen yang mempunyai ukuran yang berbeda atau dengan menurunkan sejumlah kation dengan penukaran kation yang bervalensi lebih tinggi. Pengaruh dari modifikasi adsorben ini adalah sebagai penyaringan molekuler.

2. Kalsinasi dan Oksidasi

Kalsinasi merupakan suatu proses perlakuan pemanasan yang dilakukan pada temperatur tinggi. Tujuan dari proses ini adalah untuk menghilangkan senyawa organik dan menghilangkan uap air yang terperangkap dalam pori-pori adsorben yang dilakukan pada temperatur 500°C sampai 550°C. Pada perlakuan kalsinasi ini dapat merubah struktur padatan yang terdapat dalam adsorben, efek yang terjadi adalah menaikkan luas permukaan dan meningkatkan jumlah pori (Nurhadi, 1999).

Sedangkan proses oksidasi pada adsorben dimaksudkan untuk menghilangkan deposit karbon yang terbentuk karena adanya penyerapan senyawa-senyawa organik selama proses pembentukan zeolit di alam (Khairinal, 2000:20).

3. Dealuminasi

Proses ini merupakan suatu peristiwa penurunan kandungan Al dalam zeolit. Dealuminasi ini pada adsorben dapat dilakukan sebagai berikut :

a. Mereaksikan adsorben dalam Larutan Asam

Perendaman ini akan membersihkan pori-pori dan permukaan adsorben dari pengotor-pengotor atau kation-kation yang dapat larut. Perendaman ini dilakukan pada konsentrasi yang rendah dalam waktu yang singkat karena HF sangat sensitif terhadap kerangka adsorben sehingga dapat merusak struktur

aluminosilikat, dimana silika dan alumina mudah terlarutkan dalam HF. Agar pemakaian HF tidak merusak struktur adsorben yang digunakan maka digunakan larutan HF 1%. Larutan asam klorida dapat mengekstrak aluminium dalam adsorben karena asam klorida dapat bereaksi dengan alumina sehingga bila larutan HCl semakin pekat dan perendamánya semakin lama, jumlah Al dalam kerangka menjadi aluminium di luar kerangka, maka rasio Si/Al akan meningkat (Husni dan Suyartono, 1991).

b. Mengalirkan Uap Air pada Temperatur Kalsinasi

Mengalirkan uap air ini bertujuan untuk mendapatkan adsorben yang stabil. Pengaliran uap air dilakukan pada temperatur kalsinasi agar adsorben yang dihasilkan bisa stabil pada proses adsorpsi yang berlangsung pada temperatur tinggi maupun pada temperatur rendah di bawah temperatur kalsinasi (500°C – 550°C).

Menurut Nurhadi (1999), aktivitas zeolit meningkat dengan adanya perlakuan uap air karena peningkatan aktivitas tergantung pada kandungan aluminium yang berkurang dalam kerangka.

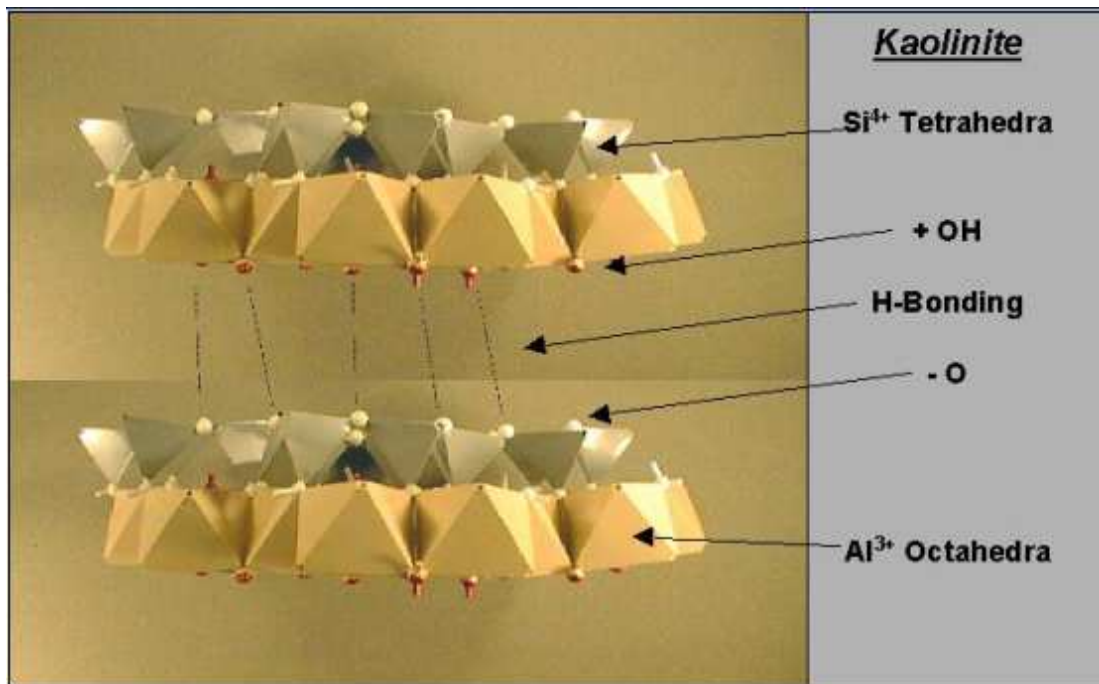
Adanya uap air pada temperatur kalsinasi dalam zeolit, akan menghidrolisis atom aluminium dalam kerangka yang mempunyai sifat asam Lewis, sehingga akan meningkatkan keasaman situs asam Bronsted. Selain menghidrolisis Al kerangka, adanya uap air pada temperatur kalsinasi mengakibatkan labilitas kerangka oksigen, selanjutnya atom Si mengisi tempat kosong yang ditinggalkan Al. Dengan menyusutnya ukuran unit sel sebagai tanda meningkatnya rasio Si/Al sehingga kestabilan tercapai (Flanigen, 1991).

## 2.4 Lempung (*Clay*)

Lempung alam merupakan mineral alam dari kalangan silikat yang berbentuk kristal dengan struktur berlapisnya dan mempunyai ukuran partikel lebih kecil dari 2 µm, bersifat mengkilap jika basah dan bersifat keras jika kering (Riyanto, 1994). Karena mengandung air batuan ini lembab dan liat. Jika diperas akan keluar air dan

bidang belahannya tampak sangat baik (Darmawijaya, 1990). Adanya bahan aktif dari lempung yang berperan dalam menjerap dan mempertukarkan ion adalah bahan yang berada dalam bentuk koloidal yaitu liat (anorganik) dan bahan organik.

Kaolinite adalah alumino silikat terhidrasi dengan komposisi kimia satu lembar tetrahedral dan satu lembar oktahedral, sehingga kelompok kaolinite ini mempunyai struktur lapisan 1:1 (Tan, 1995). Kaolinite ini mempunyai struktur kimia yaitu  $\text{Al}_2(\text{OH})_4\text{Si}_2\text{O}_5$  (Poerwowidodo, 1991). Setiap satuan terdiri atas masing-masing satu lapisan oksida-Si dan hidroksioksida-Al.



Sumber: Faculty.Plattsburgh.edu/kaolinit

Gambar 2..9 Struktur Kerangka Lempung Kaolinite

Satuan-satuan ini berikatan kuat sesamanya dengan ikatan hidrogen dan ikatan Van der Waals. Akibatnya anion atau kation dan molekul air tidak dapat masuk ke ruang antar misel sehingga efektifitasnya terbatas hanya dipermukaan saja. Sifat penukar kation atau anion hanya berasal dari valensi tak jenuh di bagian ujung partikel (Stevenson dalam Muhdarina, 2003).

Liat kaolinite terbentuk setelah mineral primer mengalami dekomposisi, dimana kation-kation logam habis tercuci Aluminium dan silikat yang larut akan berkristalisasi membentuk kaolinite. Pada proses lebih lanjut Al, Si dan Fe akan berkristalisasi membentuk mineral liat yang tidak mudah larut seperti hidrous oksida Al, dan Fe ( limonit, geotit, dan gipsit) (Tan, 1986).

Kekokohan ikatan struktur pada kaolinite menyebabkan partikel ini tidak mudah dihancurkan. Ini juga merupakan penyebab sifat-sifat plastisitas dan daya mengerut dan mengembang yang rendah dimana luas permukaannya yang sempit membatasi kapasitas jerapan kation (Tan, 1995).

Adanya sifat dan ciri koloid liat yang mendukung lempung tersebut sebagai adsorben (penjerap) dan mempertukarkan ion adalah sebagai berikut :

- 1). Umumnya berbentuk kristal
- 2). Mudah mengalami Substitusi isomorfik
- 3). Bermuatan negatif pada umumnya
- 4). Sebagian kecil bermuatan positif
- 5). Menjerap air
- 6). Menjerap dan mempertukarkan kation
- 7). Merupakan garam yang bersifat asam

Dulu orang beranggapan bahwa koloid liat ini seperti bola. Sejak diperkenalkannya penyelidikan mineral dengan sinar rontgen diketahuilah bahwa mineral liat berbentuk kristal pada umumnya kecuali liat alofan. Adanya sifat substitusi isomorfik dan patahnya pinggir kristal menyebabkan mineral liat bermuatan negatif. Akibat muatan negatif tersebut terjadilah penjerapan dan pertukaran kation. Adanya reaksi protonasi menyebabkan timbulnya muatan positif, sehingga terjadilah penjerapan dan pertukaran kation. Terdapatnya ruang antar lapisan mineral liat menyebabkan koloid liat menyerap air (Hardjowigeno, 2003).

Luas permukaan secara fisika mudah dipahami bahwa semakin kecil pecahan suatu benda akan semakin luaslah permukaannya. Luas permukaan liat ini tidak saja

disebabkan oleh pecahannya yang kecil, tetapi juga oleh bentuk lempeng dan adanya permukaan dalam di samping permukaan luar. Koloid sebagai garam bersifat masam hal ini karena koloid terdiri atas gugusan kompleks yang bermuatan negatif umumnya dengan sejumlah kation-kation yang terjerap padanya. Mineral ini juga mempunyai kapasitas penukar ion yang tinggi sehingga mampu mengakomodasikan kation ke antar lapisnya dalam jumlah besar (Ogawa, 1992).

Adanya muatan negatif ini diseimbangkan dengan substitusi balik dengan muatan kation yang lebih tinggi atau melakukan adsorpsi kation ke dalam ruang antarlapisnya.

Masuknya kation ke dalam ruang antarlapis struktur lempung pada dasarnya merupakan *counter ion* muatan negatif. Kation tersebut dapat dipertukarkan dengan kation yang mempunyai ikatan lebih kuat

Tabel 2.4 Klasifikasi mineral lempung berdasarkan jumlah lembar tetrahedral dan oktahedral.

Tipe	Group	Sub group	Jenis
1 : 1	Kaolinite-serpentin	Kaolinite	Kaolinite, haloisit
		Serpentin	Khristolit, lizadit, antigorit
2 : 1	Pirofilit - talk	Pirofilit	Pirofilit
		Talk	Talk
	Smektit	Dioktahedral smektit	Montmorilonit, beidelit
		Trioktahedral smektit	Saponit, hektorit, saukonit
	Vermikulit	Dioktahedral vermikulit	Dioktahedral vermikulit
		Trioktahedral vermikulit	Trioktahedral vermikulit
	Mika	Dioktahedral mika	Muskovit, paragonit
Trioktahedral mika		Biotit, phogopit	
Britele mika	Dioktahedral britele mika	Margarit	
	Trioktahedral mika	Seibertit, santhofilit	
2:1:1	Klorit	Dioktahedral klorit	
		Trioktahedral klorit	Pennin, klinoklore

Sumber : Pangoloan (2005)

Reaksi pertukaran kation dalam lempung dapat terjadi karena adanya substitusi isomorfous atom Al dalam lembar oktahedral mengakibatkan terjadinya kelebihan muatan negatif pada permukaannya.



Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap reaksi pertukaran kation adalah sifat kation yang mengalami reaksi pertukaran. Kation dengan valensi yang lebih tinggi akan memiliki kemampuan pertukaran yang lebih besar sehingga lebih sulit untuk dipertukarkan bila berada dalam struktur antarlapis lempung. Kemampuan akan meningkat dengan meningkatnya nomor atom kation dengan valensi yang sama.

Selain itu, untuk kation bervalensi sama, kemampuan pertukaran cenderung meningkat dengan meningkatnya ukuran kation, sehingga kation yang berukuran kecil terikat lebih lemah dalam struktur antarlapis lempung dari pada kation yang berukuran lebih besar, artinya kation tersebut lebih mudah untuk dipertukarkan dengan kation lain.

## 2.5 Adsorpsi

Istilah adsorpsi pertama kali diperkenalkan untuk menerangkan kondensasi gas pada permukaan. Saat ini istilah adsorpsi digunakan secara luas untuk menerangkan gejala-gejala seperti penyerapan gas, molekul-molekul atau ion serta partikel-partikel kecil pada permukaan suatu padatan (Atkins, 1994). Adsorpsi adalah gejala tertariknya molekul lain yang terjadi dipermukaan fase yang berbatasan secara kualitatif (Yuhelda, 1998).

Adsorpsi dinyatakan sebagai banyaknya zat dalam fase muka persatuan luas, karena adsorpsi adalah gejala permukaan maka semakin luas permukaan semakin banyak komponen lain yang diadsorpsi. Agar mempunyai permukaan yang besar maka adsorben harus mempunyai pori-pori yang banyak (Oscik, 1982). Molekul-molekul yang terikat pada permukaan disebut adsorbat sedangkan substansi yang mengikat adsorbat disebut adsorben. Adsorpsi dibedakan atas adsorpsi fisik (fisorpsi) dan adsorpsi kimia (kemisorpsi) (Masel, 1996). Bila molekul-molekul teradsorpsi secara fisik, tidak ada ikatan secara langsung antara adsorbat dengan permukaan, adsorbat ditahan oleh gaya-gaya fisik seperti gaya Van der Waals.

Fisorpsi umumnya bersifat reversibel sehingga molekul-molekul atau ion-ion maupun atom-atom yang teradsorpsi mudah dilepaskan kembali dengan cara

menurunkan konsentrasi zat terlarut. Energi adsorpsinya berada pada rentang sekitar 2-10 kkal/mol. Untuk melepaskan kembali adsorbat dari permukaan adsorben diperlukan energi yang relatif kecil.

Sedangkan pada kemisorpsi melibatkan ikatan kimia yang dapat berupa ikatan kovalen dan elektrostatik sehingga molekul-molekul, ion-ion ataupun atom-atom yang teradsorpsi secara kimia sukar dilepaskan dan cenderung bersifat irreversibel. Energi adsorpsinya berada pada rentang sekitar 15-100 kkal/mol. Untuk melepaskan kembali adsorbat dari permukaan adsorben diperlukan energi yang relatif besar.

Proses adsorpsi ini dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain; ukuran partikel adsorben, waktu dan temperatur. Semakin kecil ukuran partikel semakin luas permukaan aktifnya sehingga kapasitas adsorpsinya semakin meningkat. Pada proses adsorpsi diperlukan waktu untuk tercapainya kesetimbangan, semakin besar luas permukaan maka waktu untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi semakin cepat. Pengaruh temperatur terhadap proses adsorpsi tergantung pada jenis adsorpsi yang terjadi, apabila fisorpsi maka kenaikan temperatur akan menurunkan kapasitas adsorpsi. Sebaliknya pada kemisorpsi kenaikan temperatur akan menaikkan kapasitas adsorpsi.

Faktor-faktor yang mempengaruhi daya adsorpsi menurut Surtati (1994) yaitu :

1. Kualitas Adsorben

Kualitas adsorben ditentukan oleh keaktifan dari adsorben yang meliputi ukuran partikel, jenis kepolaran, luas permukaan, banyaknya pori-pori persatuan adsorben, kandungan air kristal.

2. Jumlah Adsorben

Banyaknya konsentrasi adsorben tergantung dari kualitas larutan. Makin jelek kualitas larutan yang akan dimurnikan maka adsorben makin banyak, sebaliknya jika tingkat kualitas larutan tidak terlalu jelek konsentrasi yang digunakan sedikit.

### 3. Waktu Pengadukan

Waktu pengadukan tergantung dari keaktifan adsorben yang dipakai. Bila keaktifan rendah dan kualitas larutan jelek maka waktu pengadukan semakin lama.

### 4. Temperatur

Temperatur harus diatur sedemikian rupa, sehingga larutan yang akan dimurnikan mempunyai viskositas yang rendah pada waktu pengadukan.

### 5. Komposisi Kimia

Komposisi kimia yang memegang peranan penting untuk penyerapan adalah  $\text{SiO}_2$ . Sedikit  $\text{SiO}_2$  didalam adsorbent tersebut maka kapasitas penyerapannya akan kecil pula. Sedangkan menurut Porter bahwa adsorbent harus mempunyai kadar  $\text{SiO}_2$  sekitar 50%.

## 2.6 Karakterisasi Adsorben

### 2.6.1 Luas Permukaan

Luas permukaan diartikan sebagai jumlah permukaan luar dengan permukaan dalam yang terbentuk pada dinding pori retakan dan celah dalam material pori (Smith, 1970:216). Luas permukaan suatu adsorben sangat menentukan aktifitas adsorben itu sendiri. Semakin luas permukaan suatu adsorben akan menyebabkan molekul pereaksi banyak yang teradsorpsi dan reaksi yang terjadi akan semakin cepat menghasilkan produk (Lowll and Shields, 1984).

Semakin besar luas permukaan maka semakin banyak pori. Dalam padatan dengan berat tertentu apabila pori-porinya semakin banyak maka jari-jari pori semakin kecil. Jadi semakin kecil jari-jari pori maka luas permukaan semakin besar (Mustamsikin, 2003). Luas permukaan suatu padatan dapat ditentukan menggunakan persamaan BET (Brunauer, Emmet dan Teller). Persamaan BET menganggap bahwa molekul gas yang teradsorpsi pada permukaan padatan berada dalam kesetimbangan dinamis antara fasa uap dengan molekul lapis tunggal pada temperatur tertentu dan tetap (Lowll and Shields, 1984).

### 2.6.1 Keasaman

Keasaman suatu padatan meliputi asam dan pusat asam pada permukaan padatan (Setyawan, 2001:26). Menurut teori asam basa Bronsted, asam adalah zat yang memiliki kecenderungan untuk melepas proton ( $H^+$ ). Teori Lewis menyatakan bahwa asam suatu zat padatan didefinisikan sebagai kemampuan suatu padatan untuk menerima pasangan elektron.

Perhitungan pusat asam pada permukaan padatan berkenaan dengan teori asam Bronsted dan Lewis di atas. Jumlah gugus asam Bronsted (proton) dan asam Lewis (orbital kosong yang mampu menerima pasangan elektron) yang terdapat pada permukaan padatan. Penentuan keasaman total suatu padatan dapat dilakukan dengan cara gravimetri, yaitu penimbangan berdasarkan selisih berat antara berat padatan yang telah mengadsorpsi basa dengan berat padatan sebelum mengadsorpsi basa, sehingga dapat dihitung jumlah asamnya (Setyawan, 2001).

### 2.6.2 Ukuran Pori

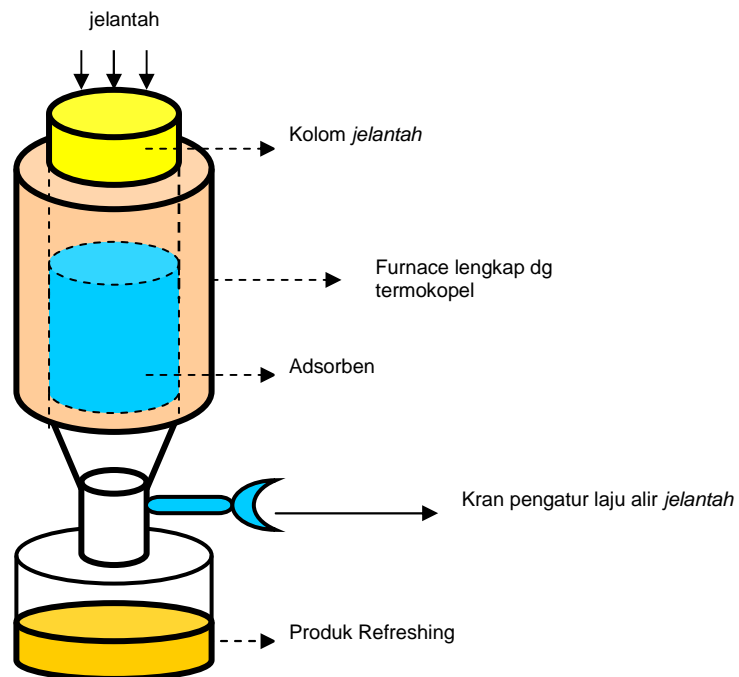
Dimana pori-pori padatan sangat menentukan luas permukaan yang diklasifikasikan menurut ukuran diameternya, yaitu:

1. mikropori, pori-pori yang berukuran paling kecil dengan diameter  $<20$  angstrom,
2. mesopori, pori-pori yang memiliki diameter  $20 - 500$  angstrom,
3. makropori, pori-pori dengan diameter  $>500$  angstrom.

Difusi Krudsen memberikan hubungan matematis dengan ukuran jejari pori, yang mana pori-pori padatan adsorben secara geometri diasumsikan berbentuk silinder. Difusi Krudsen menggambarkan proses tumbukan molekul gas yang bermassa jenis rendah dengan pori-pori yang sangat kecil memberikan frekuensi tumbukan yang lebih besar daripada antar molekul (Satterfield, 1980:336-337).

## 2.8 Reaktor sistem *Fluid Fixed-Bed*

Penetapan desain reaktor *fluid fixed-bed* didasarkan pada kelakuan adsorben dan adsorbat dalam cara kontakannya. Reaktor *fluid fixed-bed* dalam unjuk kerjanya digunakan untuk adsorbat cair yang mengalir berdasarkan gaya gravitasi atau sengaja dialirkan dengan tekanan tertentu melewati adsorben yang ditempatkan dalam keadaan statis. Sementara cairan mengalir melewati adsorben dapat diatur laju alirnya sehingga dapat diatur waktu kontak dengan adsorben dan reaktor dapat divariasikan temperaturnya.



Sumber: Setyawan, 2005

Gambar 2.10 Reaktor sistem *Fluid Fixed-Bed*



## **BAB 3. METODE PENELITIAN**

### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian telah dilaksanakan di laboratorium Kimia Fisik dan Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember serta laboratorium Pengendalian Mutu Jurusan Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Jember. Waktu Penelitian dimulai bulan April sampai bulan Agustus 2007.

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### 3.2.1 Alat

Peralatan gelas yaitu labu ukur (50 ml, 100ml, 500ml) pyrex, beaker glass (25 ml, 250ml) pyrex, pipet volume (10 ml, 25 ml)pyrex, pipet mohr (5 ml) pyrex, Erlenmeyer (150 ml) pyrex, neraca analitik Mettler AT 200, reactor sistem “*fluid fixed-bed*”, *furnace*, *Vacum Drying Oven* merk Selecta, AA-6200 Shimadzu dan Perkin Elmer 3110 Atomic Adsorption Spectrofotometer, *termocouple* merk Digisense-model No.8528-10 (JTEK), desikator, botol semprot, vessel pemanas, pH meter, kondensor, regulator merk Matsunaga 1,5KV, penyaring *buchner*, piknometer, buret merk pyrex, *Analyser Surface Area NOVA1000*, *stirrer magnetic*, gelas plastik, cawan porselen, corong pemisah dan krus teflon.

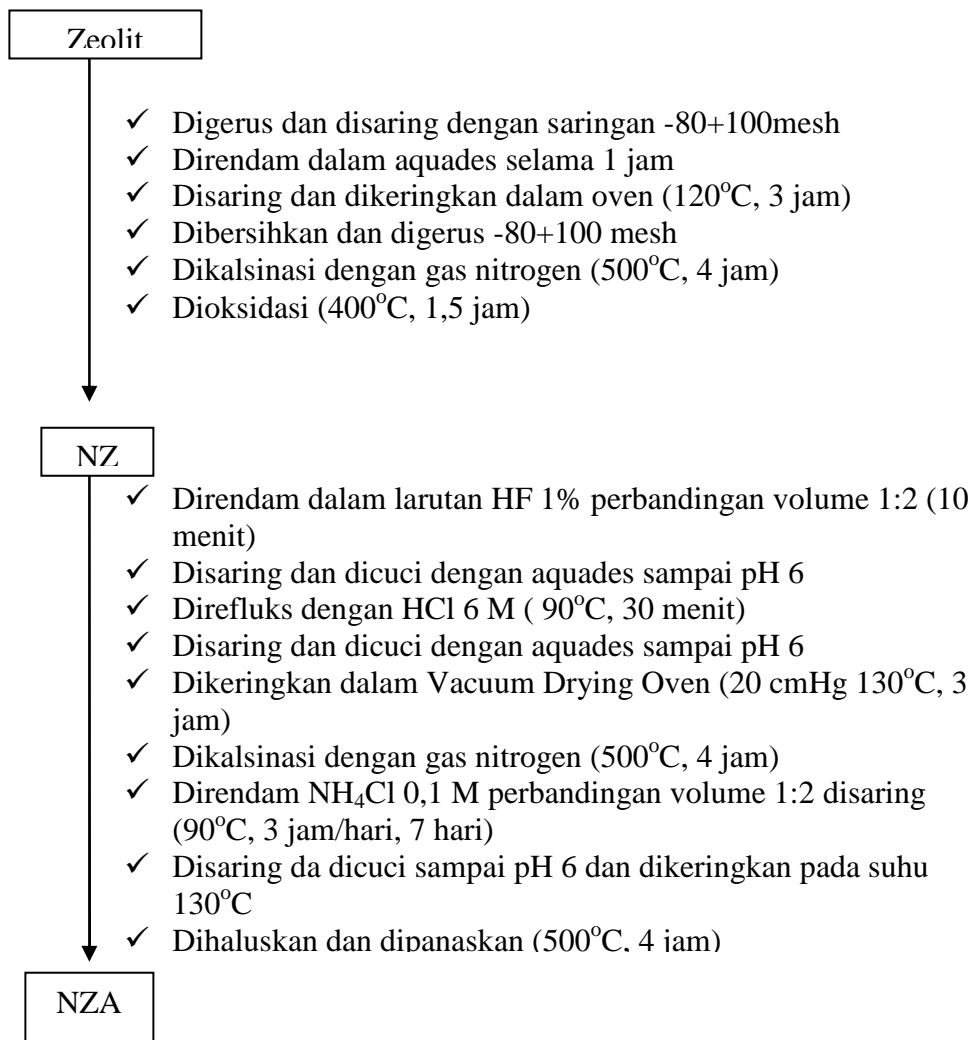
#### 3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah zeolit alam PT. Prima Zeolita Yogyakarta, Lempung alam industri genteng Wuluan, minyak goreng merk Filma, minyak goreng bekas/jelantah penggorengan krupuk, tahu, tempe dan telur, kertas saring, aquades,

gas N<sub>2</sub>, gas O<sub>2</sub>, NH<sub>4</sub>Cl, NaOH, PP, CH<sub>3</sub>COOH, CCl<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HF, amilum, NH<sub>4</sub>OH, KI, HNO<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH dan HCl 6 M.

### 3.3 Pembuatan Adsorben NZ, NZA, NC dan NCA

#### 3.3.1 Pembuatan Adsorben NZ dan NZA

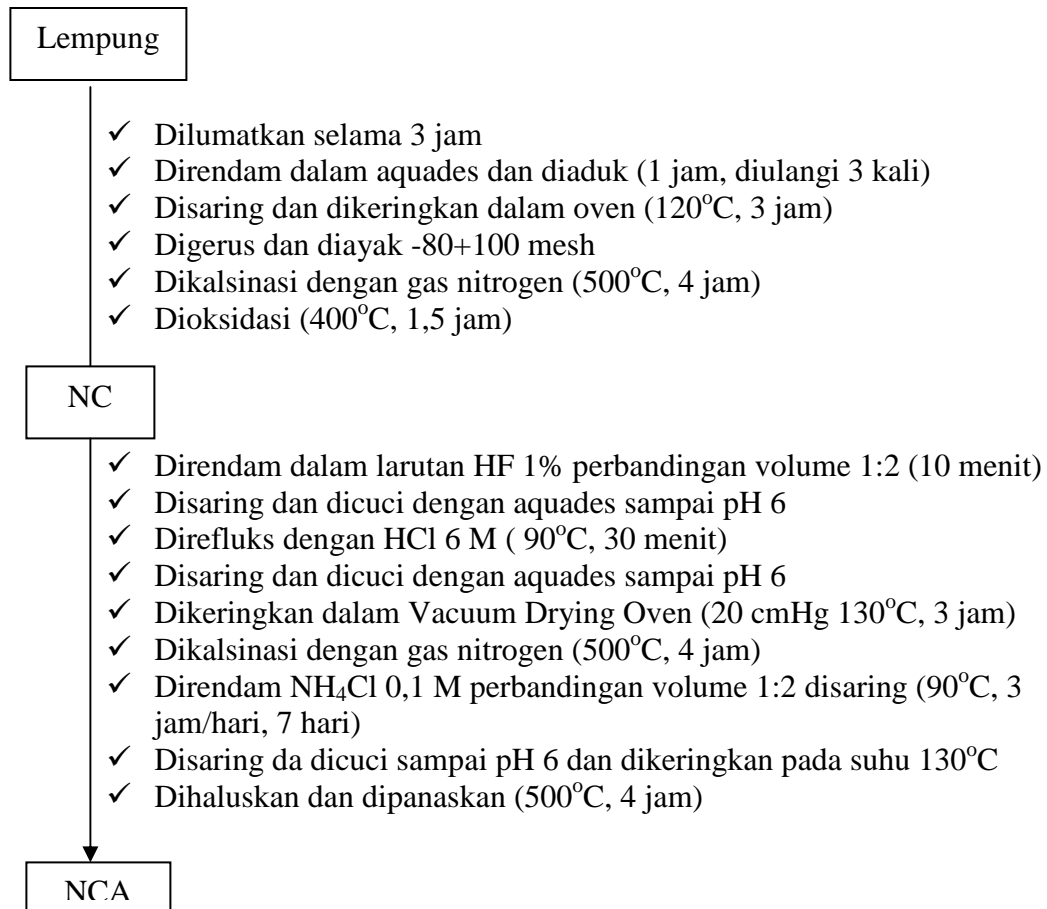


Sumber : Setyawan (2005)

Gambar 3.2 Skema Kerja Pembuatan Adsorben NZ dan NZA



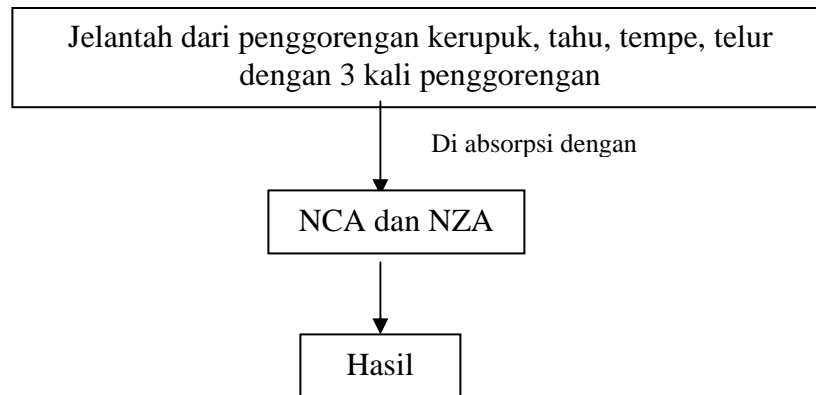
### 3.3.2 Pembuatan Adsorben NC dan NCA



Sumber : Setyawan (2005)

Gambar 3.3 Skema Kerja Pembuatan Adsorben NC dan NCA

### 3.3.3 Preparasi Sampel Minyak Goreng



## 3.4 Prosedur Kerja

Terdapat dua variabel yaitu, temperatur dan jenis adsorben. Dalam penelitian ini dilakukan 3 kali pengulangan dan sebagai tolok ukur minyak goreng yaitu, kadar air, bilangan peroksida, kadar asam lemak bebas dan berat jenis.

### 3.4.1 Preparasi Larutan

#### a. Larutan HF 1%

Larutan HF<sub>pa</sub> sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam gelas plastik yang sudah diisi aquades. Tambahkan aquades sedikit demi sedikit hingga volume mencapai 100 mL

#### b. Larutan HCl 6 M

Larutan HCl 37% ( $\rho = 1.18 \text{ g/mL}$ ) sebanyak 250 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, larutan diencerkan hingga tanda batas dan campur dengan baik.

c. Larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0.1 N

Ditimbang 6,25 gram  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam labu ukur 250 mL dengan aquades hingga tanda batas.

d. Larutan KI 10%

Larutan KI 10 % dibuat dengan menimbang 10 gram KI dimasukkan dalam beaker glass dan ditambah beberapa mL aquades, kemudian encerkan dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

e. Larutan Pati 1%

Larutan pati 1% dibuat dengan menimbang 1,0000 g pati dididihkan dalam gelas piala dengan 20 mL aquades dan diencerkan dengan aquades dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas.

f. Larutan Indikator pp 1%

PP sebanyak 1 g dilarutkan dalam 100 mL etanol 95%.

g. NaOH 0,1 N

4,0 gram NaOH dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 1000 mL sampai tanda batas.

h. Asam asetat : Kloroform (3 : 2)

Asam asetat 90 mL ditambahkan dengan 60 mL kloroform.

### 3.4.2 Pengambilan Sampel

Sampel yang merupakan minyak goreng bekas penggorengan krupuk, tempe, tahu, telur yang diperoleh dari produksi sendiri dengan 3 kali penggorengan. Minyak goreng yang dipakai adalah jenis Filma. Minyak jelantah yang diperlukan untuk proses *refreshing* sebanyak 40 ml pada setiap temperatur tertentu dan 20 gram jenis adsorben, kemudian dilewatkan pada reaktor sistem *fluid fixed-bed* (seperti pada gambar 2.10). Selanjutnya baik minyak goreng segar, minyak goreng bekas maupun minyak goreng hasil *refreshing* dilakukan uji kadar air, bilangan peroksida, kadar FFA dan massa jenis.

### 3.4.3 Pembuatan Adsorben

a. Preparasi Zeolit Alam (NZ)

Zeolit alam dari PT.Prima Zeolita Wonosari Yogyakarta, dalam bentuk butiran Digerus dan disaring dengan saringan -80+100 mesh lolos. Kemudian direndam dalam aquades selama satu jam, hasil endapan yang bersih dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 3 jam. Kemudian dikalsinasi dengan dialiri gas nitrogen pada temperatur 500°C selama 4 jam. Kemudian dioksidasi pada temperatur 400°C selama 1,5 jam (Hendri, 1991). Selanjutnya diperoleh Zeolit alam (NZ).

b. Preparasi NZA

NZ yang diperoleh dari proses diatas direndam dalam larutan HF 1% dengan perbandingan volume 1:2 dalam wadah plastik selama 10 menit pada temperatur kamar. Kemudian disaring dan dicuci berulang-ulang dengan aquades sampai pH= 6. Kemudian dilanjutkan dengan proses refluks dengan HCl 6M. Sampel NZ kemudian direfluks dengan menggunakan HCl 6M selama 30 menit pada temperatur 90°C sambil diaduk dengan pengaduk stirer.

Setelah itu dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan aquades hingga pH= 6. Kemudian dikeringkan dalam vacuum drying oven pada tekanan 20 cmHg dengan temperatur 130°C dengan waktu 3 jam. Kemudian direndam dengan NH<sub>4</sub>Cl 0,1 M perbandingan volume 1:2 pada temperatur 90°C selama 3 jam/hari selama 7 hari. Dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian sampai pH 6 dan dikeringkan pada temperatur 130°C, kemudian dihaluskan dan selanjutnya dipanaskan pada temperatur 500°C selama 4 jam. Dan diperoleh adsorben NZA.

c. Preparasi Lempung Alam (NC)

Lempung alam dari Wuluan, Jember dalam bentuk pasta dilumatkan sampai kalis selama 3 jam. Kemudian direndam dalam aquades sambil diaduk dengan pengaduk gelas selama 1 jam pada temperatur kamar diulangi sebanyak 3 kali. Kemudian disaring dan dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 3 jam. Kemudian digerus dan diayak lolos -80+100 mesh. Setelah itu dikalsinasi

dengan dialiri gas  $N_2$  pada temperatur  $500^\circ C$  selama 4 jam. Dan kemudian dioksidasi dengan  $O_2$  pada temperatur  $400^\circ C$  selama 1,5 jam sehingga diperoleh adsorben NC.

#### d. Preparasi NCA

Setelah dihasilkan NC kemudian direndam dalam larutan HF 1% dengan perbandingan volume 1:2 dalam wadah plastik selama 10 menit pada temperatur kamar. Sampel adsorben NC kemudian direfluks menggunakan HCl selama 30 menit pada temperatur  $90^\circ C$  sambil diaduk dengan pengaduk magnet (stirer). Setelah itu dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan aquades hingga  $pH = 6$ . Kemudian dikeringkan dalam vacuum drying oven pada tekanan 20 cmHg dengan temperatur  $130^\circ C$  dengan waktu 3 jam. Kemudian direndam dengan  $NH_4Cl$  0,1 M perbandingan volume 1:2 pada temperatur  $90^\circ C$  selama 3 jam/hari selama 7 hari. Dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian sampai  $pH 6$  dan dikeringkan pada temperatur  $130^\circ C$ , kemudian dihaluskan dan selanjutnya dipanaskan pada temperatur  $500^\circ C$  selama 4 jam. Dan diperoleh adsorben NCA

### 3.5 Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi adsorben meliputi penentuan kandungan logam Ca dan Fe, penentuan keasaman adsorben, penentuan luas permukaan, dan jari-jari pori

#### 3.5.1 Penentuan Kandungan Logam

Penentuan kandungan kation dalam adsorben zeolit dan lempung dilakukan dengan cara destruksi (dalam lemari asam). Sebanyak 0,2000 gram adsorben ditempatkan dalam krus teflon lalu ditambahkan 2 mL aquaregia ( $HNO_{3(pekat)} : HCl_{(pekat)} = 1:3$ ), kemudian krus ditutup dan dipanaskan selama 30 menit, 5 menit kemudian ditambahkan HF 4 % sebanyak  $\pm 0,5$  mL, kemudian pemanasan dilanjutkan selama 15 menit. Kemudian ditambahkan lagi 1 mL aquaregia dan HF 1 % sebanyak 0,25 mL dan dibiarkan selama 10 menit.

Kemudian ditambahkan beberapa tetes aquades (untuk mengencerkan) dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL yang sudah berisi sedikit aquades, kemudian

diencerkan dengan akuades hingga batas sehingga diperoleh larutan sampel 0,2 g/25 mL. Kandungan logam dalam adsorben dianalisis dengan menggunakan alat spektroskopi serapan atom (AAS) (Setyawan, 2001).

### 3.5.2 Penentuan Keasaman Adsorben

Penentuan keasaman total adsorben menurut Setyawan (2001), dilakukan secara gravimetri atas dasar adsorpsi kimia gas amonia oleh situs asam pada permukaan adsorben yang digunakan. Sebanyak 0,5 gram sampel adsorben dimasukkan dalam krus porselen yang telah diketahui beratnya, kemudian dipanaskan sampai temperatur 120°C selama 2 jam. Kemudian didinginkan dalam desikator selama 30 menit, dan kemudian ditimbang hingga berat tetap ( $W$ ) dalam mgram.

Kemudian ditempatkan dalam desikator kembali dan desikator divakumkan lalu sampel dalam botol kaca di desikator dialiri gas  $NH_3$  yang berasal dari larutan  $NH_3$  pekat yang dipanaskan pada temperatur  $\pm 60^\circ C$  hingga kelihatan uap di dalam desikator (kondisi jenuh). Kemudian didinginkan selama 24 jam.

Setelah itu ditimbang hingga diperoleh berat tetap ( $W^1$ ) dalam mg. Setelah itu sampel diangin-anginkan selama 15 menit dan ditimbang berulang-ulang setiap 15 menit hingga diperoleh berat tetap. Maka berat  $NH_3$  yang teradsorpsi dalam sampel adalah sebagai berikut :

$$\Delta W = ( W^1 - W ) \text{ (mgram)}$$

Dalam hal ini, keasaman didefinisikan sebagai jumlah (mmol)  $NH_3$  yang teradsorpsi untuk setiap gram berat adsorben. Sehingga jumlah asam sampel adsorben untuk setiap gram adsorben dihitung sebagai berikut :

$$\text{Keasaman} = \frac{\text{Berat } NH_3 / \Delta W \text{ (g)}}{\text{BM } NH_3 \text{ (g/mol)} \times \text{Berat adsorben} / W \text{ (g)}}$$

### 3.5.3 Penentuan Luas Permukaan, Rata-rata Jari-jari Pori

Luas permukaan, volume total pori dan distribusi ukuran pori didasarkan pada fenomena adsorpsi gas lapis tunggal yang berlangsung pada temperatur konstan. Alat yang digunakan adalah *Gas Sorption Analyzer NOVA 1000* yang berada di Pusat Penelitian Nuklir Yogyakarta, BATAN, Yogyakarta.

Sampel ditimbang dan dimasukkan ke dalam wadah sampel dan selanjutnya dipanaskan pada temperatur 200 °C dengan dilakukan pengusiran gas-gas lain dengan gas nitrogen selama 45 menit. Kemudian sampel didinginkan dengan nitrogen cair sehingga temperatur sampel mencapai 77 K. Tekanan gas nitrogen diubah sehingga jumlah gas nitrogen yang terkondensasi dapat ditentukan. Dengan diperolehnya data tersebut, maka volume total pori, luas permukaan sampel dan rerata jari pori dapat ditentukan.

## 3.6 Uji Aktivitas Adsorben

Sampel adsorben sebanyak 20 gram ditempatkan dalam kolom reaktor sistem *fluid fixed-bed* (seperti pada gambar 2.8) kemudian dipanaskan pada temperatur tertentu ( $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $80 \pm 2^\circ\text{C}$ ,  $90 \pm 2^\circ\text{C}$ ) dan pada tekanan 1 atm. Selanjutnya 40 mL minyak goreng jelantah dialirkan melalui kolom reaktor sistem *fluid fixed-bed*.

Kemudian hasilnya ditampung dalam erlenmeyer untuk dilanjutkan dengan analisis terhadap bilangan peroksida (PV), kadar asam lemak bebas, kadar air, dan berat jenis minyak.

## 3.7 Karakterisasi Minyak Goreng Jelantah

### 3.7.2 Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) dengan Metode Asidi Alkalimetri

Menimbang  $28,2 \pm 0,2$  g gram sampel minyak goreng jelantah dan memasukkan kedalam erlenmeyer. Kemudian menambahkan 50 mL alkohol panas

dan 2 mL indikator PP. Selanjutnya menitrasi dengan larutan NaOH 0,1 N yang telah distandarisasi sampai terbetuk warna merah jambu dan tidak hilang selama 30 detik.

Dimana % asam lemak bebas dinyatakan sebagai oleat pada kebanyakan minyak dan lemak. Untuk minyak inti kelapa sawi dinyatakan sebagai oleat.

Perhitungan :

$$\% \text{ FFA} = \frac{V \text{ NaOH (mL)} \times N \text{ NaOH} \times \text{Berat molekul Asam lemak}}{\text{Berat contoh} \times 1000} \times 100\%$$

Penentuan asam lemak bebas pada sampel minyak kelapa digunakan untuk mengetahui tingkat ketengikan dalam sampel. Ketengikan (Rancidity) adalah kerusakan minyak yang ditandai dengan timbulnya bau dan rasa tengik. Hal ini disebabkan oleh ootoksidasi radikal asam lemak tidak jenuh dalam minyak, dimana jumlah asam lemak bebas akan meningkat pada minyak yang tengik .

Metode yang digunakan adalah dengan penentuan bilangan asam. Bilangan asam dinyatakan dengan jumlah miligram KOH/NaOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak dalam 1 gram sampel minyak. Fungsi penambahan etanol panas adalah untuk menghidrolisis lemak/minyak. Penambahan indikator PP berfungsi untuk menentukan titik akhir titrasi. Titrasi dilakukan dengan menggunakan titran NaOH, dimana titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan menjadi merah jambu dan tidak hilang selama kurang lebih 30 detik.

### 3.7.3 Penentuan Kadar Air dengan Metode Thermogravimetri

Krus porselen ditimbang sebagai berat awal (A), kemudian sampel minyak ditimbang sebanyak 5 gram (B) dan dimasukkan dalam krus porcelen. Krus porselen dan sampel dimasukkan dalam oven pada temperatur 105°C selama 30 menit, didinginkan dalam desikator dan ditimbang sebagai penimbangan pertama. Perlakuan diatas diulang sampai diperoleh berat konstan (C).



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

#### 3.7.4 Penentuan Bilangan Peroksida dengan Metode Iodometri

Timbang  $5,00 \pm 0,05$  g sampel masukkan dalam erlenmeyer 250 mL bertutup dan tambahkan 30 mL larutan asam asetat-kloroform (3:2). Goyangkan larutan sampai bahan terlarut semua. Tambahkan 0.5 mL larutan KI 10%. Kemudian diamkan selama 1 menit dengan kadsang kala digoyang kemudian tambahkan 30 mL aquades. Setelah itu dititrasi dengan menggunakan 0.1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sampai warna kuning hampir hilang. Tambahkan 0.5 mL larutan pati 1%. Lanjutkan titrasi sampai warna biru mulai hilang. Angka peroksida dinyatakan dalam mili-equivalen dari peroksida setiap 1000 gram sampel.

$$\text{AngkaPeroksida} = \frac{V\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times N\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 1000}{\text{beratsampel(gram)}}$$

Tujuan dari analisis kadar peroksida ini adalah untuk mengontrol kadar peroksida dalam jelantah yang telah dijernihkan. Minyak adalah zat yang mudah mengalami kerusakan. Jika kadar peroksida minyak melebihi standart yang telah ditentukan maka kemungkinan akan cepat menjadi tengik serta tidak tahan lama.

#### 3.7.5 Penentuan Massa Jenis

Prosedur :

- a. Pikhometer kosong dan tutupnya dicuci dan dikeringkan,
- b. Pikhometer kosong yang telah dikeringkan ditimbang dan dinyatakan A gram,
- c. Sampel yang akan diukur massa jenisnya dimasukkan kedalam piknometer yang telah dikeringkan,
- d. Sampel dan piknometer ditimbang dan dinyatakan sebagai B gram.

Perhitungan :

$$\text{Massa jenis} = \frac{(B - A)}{\text{Vol piknometer}}$$

## **BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **4.1 Karakteristik Adsorben**

Penentuan karakteristik adsorben dalam penelitian ini bertujuan untuk membedakan tingkat aktivitas antara dua adsorben yang berbeda meskipun dengan perlakuan yang sama, selain itu memberikan efek yang lebih baik sebagai pengabsorpsi. Dari karakteristik yang berbeda tersebut diperoleh ciri khas dari dua adsorben yang berbeda pula dalam mengabsorpsi adsorbat.

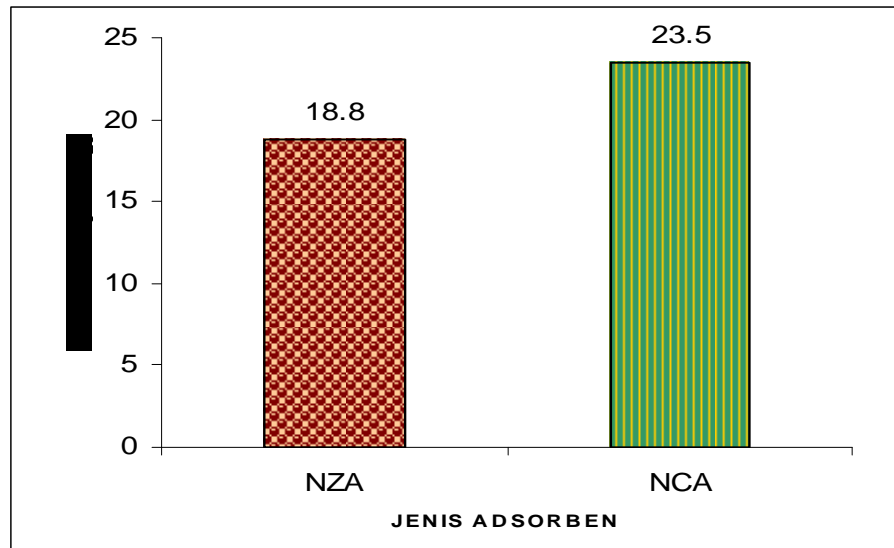
Karakterisasi yang diperlakukan pada adsorben meliputi keasaman, Kandungan logam Ca dan Fe, luas permukaan spesifik, rerata jari pori dan volume total pori.

#### **4.1.1 Keasaman Adsorben**

Untuk mengetahui keasaman adsorben digunakan metode gravimetri melalui penimbangan banyaknya amoniak yang terabsorpsi pada permukaan adsorben.

Keasaman merupakan tolok ukur pada zeolit dan lempung kaolinit yang digunakan sebagai adsorben. Dengan tingkat keasaman yang tinggi maka semakin banyak gugus hidroksil yang terbentuk. Dengan proses pengasaman tersebut dapat memberikan efek pada adsorben yaitu pori-pori adsorben akan lebih membuka sehingga permukaan adsorben akan lebih luas. Dengan lebih luasnya permukaan spesifik maka akan lebih banyak permukaan adsorben yang berinteraksi dengan adsorbat. Sehingga kedua bahan tersebut akan lebih efektif digunakan sebagai adsorben pada proses *refreshing* minyak goreng jelantah karena mampu mengabsorpsi pengotor-pengotor anorganik maupun organik yang bersifat karsinogen.

Data pengukuran keasaman adsorben terdapat pada lampiran A tabel A.1. Dari data tersebut profil keasaman adsorben dapat digambarkan pada gambar 4.1



Gambar 4.1. Keasaman Adsorben

Berdasar gambar 4.1 dapat dilihat bahwa NCA memiliki tingkat keasaman yang lebih tinggi dari pada NZA. Pada perlakuan pengasaman melalui perendaman dengan HF 1% yang dilanjutkan dengan refluks menggunakan HCl 6 M dan ion exchange dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  akan meningkatkan keasaman adsorben karena proses perendaman dalam asam dan refluks dengan HCl 6M akan sangat efektif untuk melarutkan pengotor – pengotor organik maupun anorganik, sehingga pori-pori lebih terbuka, selain itu akan memperbanyak situs aktif (situs asam Brownsted) sehingga akan semakin banyak pula zat-zat yang diadsorb.

Meskipun dengan perlakuan yang sama pada zeolit dan lempung tapi keduanya mempunyai tingkat keasaman yang berbeda. Hal ini dipengaruhi oleh sifat dasar dari kedua adsorben tersebut. Dimana lempung lebih bersifat asam dari pada zeolit. Hal ini karena zeolit merupakan batuan yang masih utuh atau dalam bentuk bongkahan atau bersifat rijit atau kaku sehingga lebih sukar jika ada zat yang diabsorpsi karena sifat kekakuannya, sedangkan lempung kaolinit berupa liat yang berasal dari pelapukan batuan sehingga kadar asam yang terkandung lebih besar selain itu juga dipengaruhi sifat lempung yang lunak.

Dengan tingkat keasaman yang lebih tinggi setelah melalui perlakuan tersebut maka Al dalam framework akan terekstrak diluar framework. Semakin

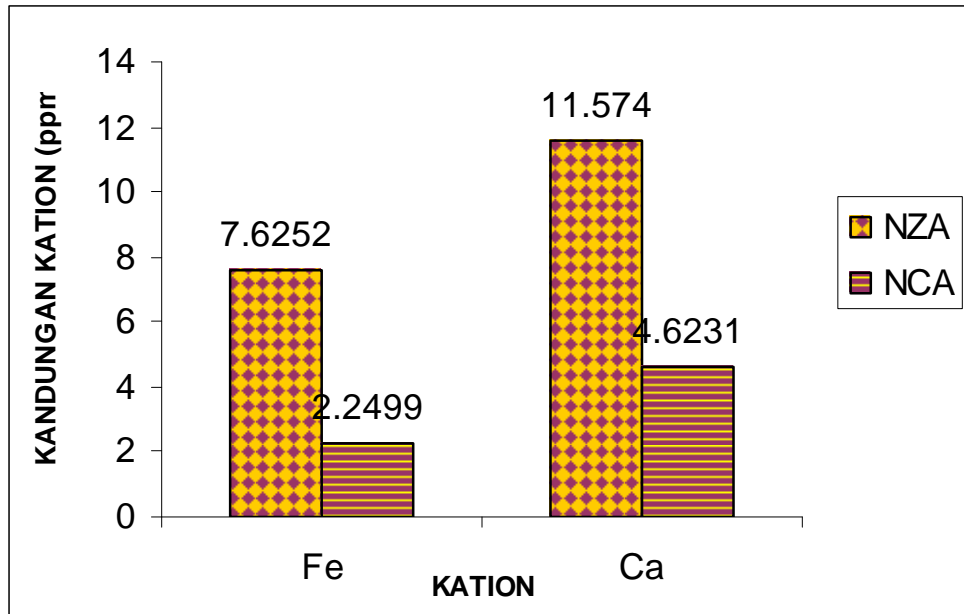
banyak Al yang terekstrak dari framework menyebabkan pada adsorben semakin banyak terbentuk gugus hidroksil. Semakin banyak gugus hidroksil yang terbentuk maka kekuatan asam akan meningkat.. Sehingga dapat disimpulkan bahwa keasaman NCA lebih tinggi karena sifat fisiknya yang lunak dari pada zeolit yang lebih bersifat rijit atau kaku.

#### 4.1.2 Kandungan Kation

Kation pada adsorben akan bersifat sebagai pengotor yang dapat mendeaktivasi adsorben sehingga pori-pori adsorben tersumbat oleh pengotor sehingga efektifitas untuk mengabsorpsi akan berkurang. Semakin tinggi kadar kation dalam adsorben tersebut maka tingkat efektifitasnya untuk mengabsorpsi akan semakin rendah atau tidak maksimal sehingga kualitas minyak goreng bekas yang diproses dengan cara *refreshing* akan tidak maksimal untuk mendekati minyak goreng baru.

Pengasaman dapat menyebabkan semua logam terlarutkan karena sifat asamnya. Kation pada adsorben ada dalam bentuk oksida atau sebagai penetrasi muatan (-) dari Al pada kerangka kedua adsorben tersebut. Pada penelitian ini hanya ditentukan kation Ca dan Fe karena pada kedua adsorben tersebut kation sebagai pengotor yang terbanyak yaitu Ca dan Fe, dimana Ca merupakan indikator keberadaan kapur dan kation lain sebagai pengotor. Jika kadar Ca turun maka keberadaan kation-kation lain juga akan turun sejalan dengan keberadaan Ca pada adsorben tersebut.

Data pengukuran kation pada adsorben tercantum pada lampiran A.2. Dari data tersebut kandungan kation untuk sampel adsorben dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2. Kandungan Kation Adsorben

Dari gambar 4.2 dapat dilihat kandungan logam Ca dan Fe pada kedua adsorben yaitu NZA dan NCA terdapat perbedaan yang signifikan. Hal ini ada hubungannya dengan proses pengasaman. Dimana pada proses pengasaman semua logam akan terlarut karena adanya sifat asam. Sifat asam pada adsorben karena adanya perlakuan pengasaman yang menyebabkan dealuminasi yang menurunkan kandungan aluminium tempat terkaitnya logam-logam pada adsorben, dengan berkurangnya aluminium tersebut menyebabkan berkurangnya kandungan logam pada adsorben (Setyawan, 2002). Pada gambar 4.2 penurunan kandungan kation adsorben NCA lebih efektif dari pada NZA. Hal ini disebabkan karena pengaruh kekuatan asam pada NCA yang lebih besar dari pada NZA sehingga untuk melarutkan kation-kation lebih besar pada NCA.

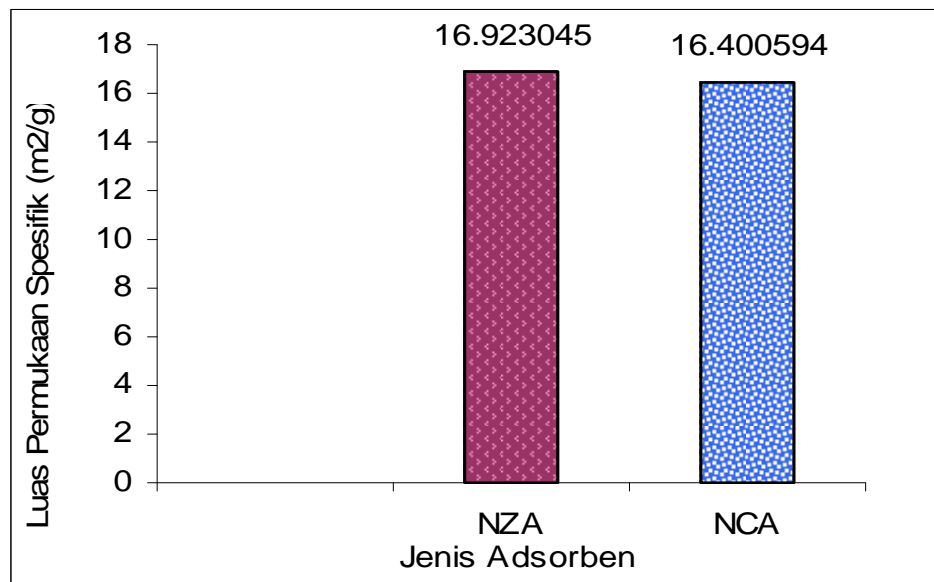
Penurunan kandungan kation yang terlihat jelas ini, diperkuat dengan adanya alasan bahwa zeolit merupakan mineral yang terdiri alumina silikat yang mengandung banyak kation alkali atau alkali tanah dalam kerangkanya (Bekum,et.al, 1991 dalam Widayat, 2005). Sehingga dengan perlakuan yang sama pada zeolit kandungan katioannya masih tinggi dari pada lempung kaolinit.

#### 4.1.3 Luas Permukaan Spesifik, Rerata Jari Pori dan Volum Total Pori

Luas permukaan spesifik, rerata jari pori dan volume total pori pada adsorben sebagai tolok ukur aktivitas kedua adsorben yang berbeda dalam pengabsorpsi adsorbat pada sampel minyak goreng bekas. Dimana adsorbat tersebut dianggap sebagai akibat menurunnya kualitas minyak goreng bekas sebelum di lakukan proses *refreshing*.

Suatu adsorben yang mempunyai rerata jari pori dan volum total pori tinggi akan lebih efektif terhadap proses *refreshing* minyak goreng bekas pada penelitian ini. Hal ini karena pengaruh rerata jari pori dan volum total pori yang tinggi akan memberikan efek pada banyaknya zat-zat yang diadsorp sebagai pengotor, sehingga jika adsorbat yang mampu diadsorp oleh adsorben semakin banyak maka kualitas minyak goreng bekas dengan proses *refreshing* akan menjadi minyak goreng yang kualitasnya mendekati minyak goreng baru yang sesuai standart SNI.

Dari data tersebut dapat digambarkan luas permukaan spesifik, rerata jari pori dan volum total pori pada gambar 4.3, gambar 4.4 dan gambar 4.5.



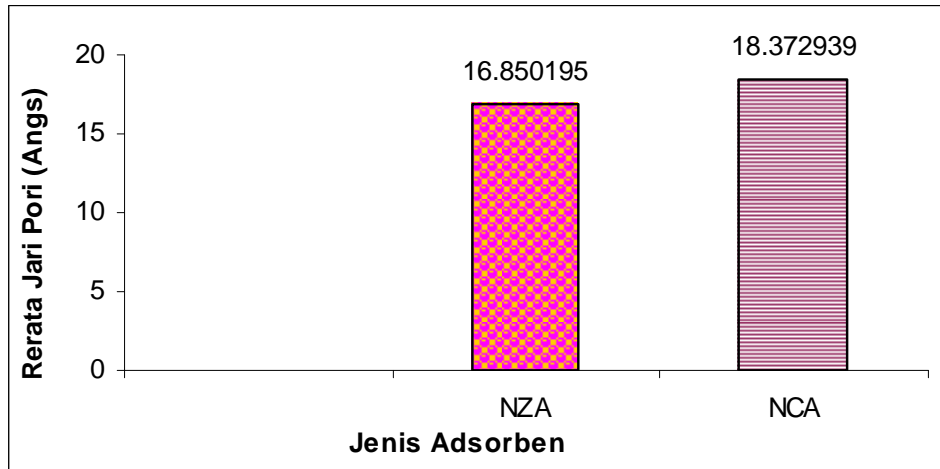
Gambar 4.3. Luas Permukaan Spesifik Adsorben

Luas permukaan spesifik menggambarkan luas permukaan tiap gram sampel adsorben yang merupakan permukaan aktif yang dapat kontak dengan reaktan (Setyawan, 2002). Luas permukaan yang tinggi disebabkan karena adsorben mengalami ukuran kristal alumina silika yang diindikasikan dengan adanya perubahan jari-jari pori yang terukur (Kurniasari, 2005).

Berdasar gambar 4.3 Adsorben NCA memiliki luas permukaan yang rendah akan tetapi jika dihubungkan dengan proses absorpsi maka kekuatan mengabsorpsinya lebih besar, hal ini karena luas permukaan pada proses *refreshing* minyak goreng bekas ini tidak mempengaruhi secara signifikan terhadap kemampuan suatu adsorben dalam mengabsorpsi zat-zat pengotor yang menurunkan kualitas minyak goreng bekas hanya rerata jari pori dan volume total pori dan keasaman dapat memberi pengaruh yang efektif pada proses *refreshing* minyak goreng bekas ini.. Hal ini disebabkan perbedaan yang sangat kecil pada luas permukaan spesifiknya antara NZA dan NCA sehingga tidak terlihat pengaruhnya terhadap proses *refreshing* minyak goreng bekas dalam penelitian ini.

Luas permukaan spesifik antara dua adsorben tersebut tidak terlihat perubahan yang terlihat jelas hal ini disebabkan karena pada zeolit merupakan suatu kristal berupa jaringan yang sifatnya kaku banyak mengandung silika alumina yang tidak stabil dan merupakan jenis mineral tektosilikat (Tan, 1995). Sedangkan pada lempung kaolinit merupakan jenis mineral filosilikat yang memiliki tipe 1 : 1 yaitu kandungan alumina dan silikanya stabil sehingga daya mengembang yang rendah (Tan, 1995). Sehingga dapat disimpulkan pada zeolit meskipun diperlakukan modifikasi maka tidak ada perubahan yang begitu besar karena sifat kekakuannya.

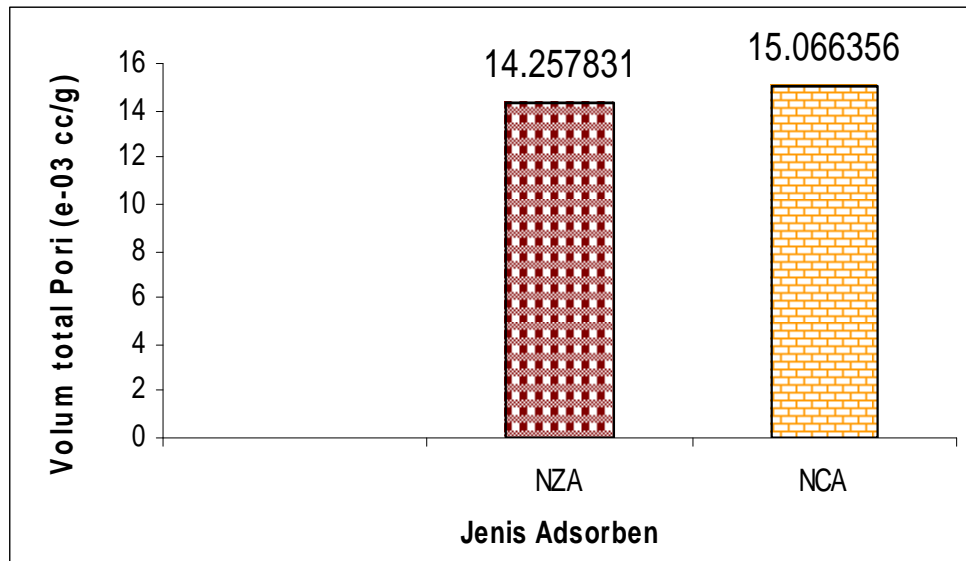




Gambar 4.4. Rerata Jari Pori Adsorben

Rerata jari pori dan volume total pori berbanding lurus, jika rerata jari pori besar maka volume total pori juga akan besar ( Setyawan, 2002). Berdasar gambar 4.3 dan 4.4 dimana luas permukaan spesifik untuk NCA lebih rendah dari pada luas permukaan untuk NZA akan tetapi rerata jari pori lebih besar NCA dibanding NZA. Hal ini dipengaruhi oleh keadaan dasar struktur dari kedua adsorben tersebut.

Dimana zeolit merupakan suatu batu bongkahan yang mempunyai sifat struktur yang rijit dan masih banyak mengandung silika alumina sedangkan pada lempung kaolinit merupakan hasil pelapukan batuan dengan waktu yang sangat lama sehingga kandungan silika alumina juga rendah dan daya mengembang pada lempung yang rendah karena struktur berlapis yang stabil mempunyai perbandingan 1 : 1.



Gambar 4.5. Volum Total Pori Adsorben

Perbandingan 1 :1 pada lempung kaolinit menunjukkan tipe alumina silikanya. Pada lempung kaolinit silika alumina mempunyai perbandingan 1 :1 sehingga akan lebih bersifat plastisitas atau daya mengerut dan mengembang semakin lemah (Tan, 1995). Karena daya plastisitas lemah maka akan memengaruhi luas permukaannya. Hal ini ada keterkaitannya dengan rerata jari pori dengan volum total pori, dimana pada NCA luas permukaan spesifiknya lebih rendah dari pada NZA akan tetapi rerata jari pori dan volum total pori lebih tinggi. Fenomena ini disebabkan pada NCA memiliki tebal pori kecil dari pada NZA yang memiliki tebal pori yang lebih besar.

Selain itu kekhasan sifat yang dimiliki oleh lempung kaolinit adalah adanya *layers* atau lapisan-lapisan sehingga rerata jari pori dan volume total pori lebih banyak menyebabkan efektifitas sebagai adsorben lebih besar. Sedangkan pada zeolit merupakan mineral jenis tektosilikat dimana sifatnya lebih kaku atau rijit dan berupa jaringan yang utuh (Tan, 1995).

## 4.2 Karakteristik Minyak Goreng

Ada beberapa faktor yang menentukan standar mutu minyak goreng, yaitu: kandungan air dan kotoran dalam minyak, kandungan asam lemak bebas, warna, dan bilangan peroksida. Dimana standart mutu merupakan hal yang penting untuk menentukan minyak yang bermutu baik.

Pada penelitian ini standart mutu yang digunakan sesuai SNI 01-3741-2002. Dimana kadar air maksimal mencapai 0,3 %, bilangan asam lemak bebas (FFA) maksimal mencapai 2 mg NaOH/g, berat jenis minyak goreng maksimal mencapai 0,909 g/mL dan kadar peroksida maksimal mencapai 12,5 meq/kg.

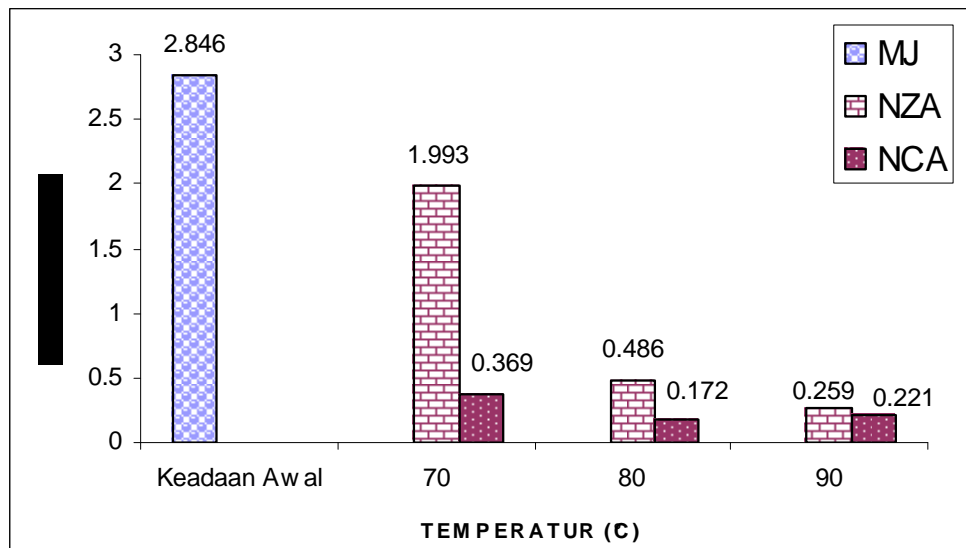
Pada penelitian ini sebagai tolok ukur kualitas minyak goreng sebelum dan sesudah proses refreshing meliputi kadar air, bilangan asam lemak bebas, bilangan peroksida dan massa jenis. Diambil beberapa tolok ukur ini dari sekian banyak tolok ukur yang lain karena keempat tolok ukur ini sangat signifikan dalam penentuan kualitas minyak goreng tersebut.

### 4.2.1 Kadar Air

Kadar air merupakan tolok ukur kualitas minyak goreng yang baik. Jika kadar air tinggi maka kualitas minyak goreng manurun, hal ini karena minyak goreng yang mempunyai kadar air tinggi mudah terjadi kerusakan disebabkan adanya reaksi hidrolisis. Data hasil yang diperoleh kadar air yang tercantum pada lampiran 2.1 meliputi kadar air pada minyak goreng baru (kemasan),Standart SNI,minyak goreng bekas hasil penggorengan 3 kali dan setelah perlakuan dengan adsorben NCA dan NZA.

Dari data yang dihasilkan dapat diketahui bahwa kadar air pada minyak goreng bekas lebih tinggi dari pada minyak goreng baru. Kadar air pada minyak goreng baru mencapai 0,1086 % sedangkan pada minyak goreng jelantah sebelum proses *refreshing* mencapai 2,8455 %. Hal ini disebabkan karena keluarnya air dari bahan yang digoreng karena adanya proses hidrolisis antar minyak dengan bahan makanan yang digunakan, selain itu juga pengaruh dari uap air yang ada di lingkungan.

Setelah adanya proses perlakuan dengan menggunakan adsorben NCA dan NZA maka kadar air pada minyak goreng bekas berkurang meskipun lebih tinggi dari pada minyak goreng baru. Akan tetapi hanya dengan menggunakan adsorben NCA pada temperatur 80°C dan 90°C serta adsorben NZA pada temperatur 90°C yang sesuai dengan standart minyak goreng SNI 01-3741-2002 yaitu berkisar 0,300 %.



Gambar 4.6. Grafik Kadar Air Minyak Goreng

Berdasar data yang diperoleh bahwa adanya interaksi antara adsorben dengan temperatur memberikan pengaruh yang signifikan pada profil kadar air minyak goreng bekas setelah perlakuan dengan menggunakan adsorben.

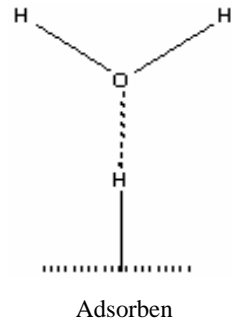
Tingkat keasaman adsorben juga mempengaruhi daya jerap terhadap perolehan kadar air. Semakin tinggi tingkat keasaman adsorben maka akan semakin banyak pula situs asam yang terbentuk karena tingginya rerata jari pori dan volum total pori pada adsorben tersebut. Sehingga akan lebih banyak situs aktif yang menjerap atom oksigen dari air.

Kemampuan adsorben pada pengukuran kadar air pada minyak goreng bekas didapatkan profil sebagai berikut :

$$\text{NCA} > \text{NZA}$$

Hal ini disebabkan karena adanya ikatan hydrogen dari situs aktif (situs asam bronsted) dengan atom oksigen dari air.

Seperti gambar dibawah ini :



Gambar 4.7. Prediksi interaksi air dengan adsorben

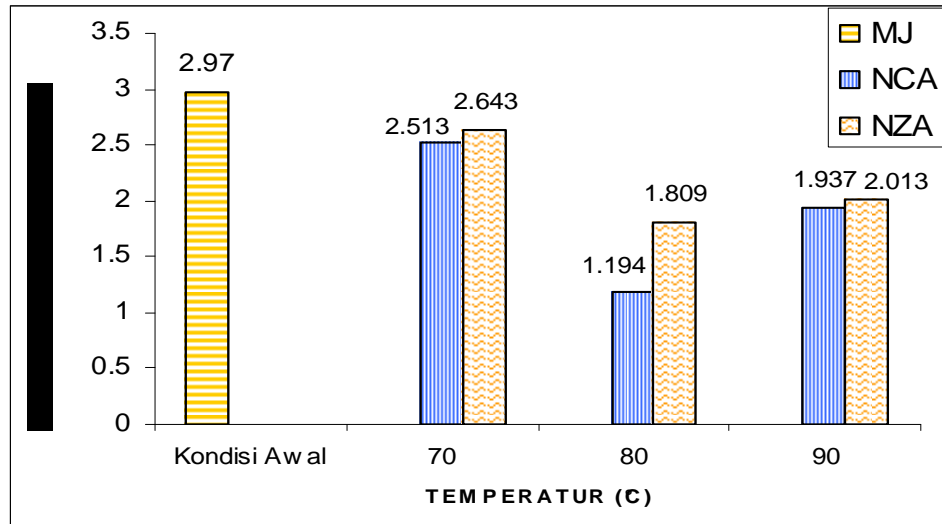
#### 4.2.2 Bilangan Asam Lemak Bebas (FFA)

Kadar asam lemak bebas merupakan salah satu indikator dari tingkat kerusakan minyak goreng akibat proses hidrolisis. Dimana minyak goreng yang kadar asam lemak bebasnya tinggi atau kadar FFAny tinggi maka kualitas minyak goreng tersebut akan menurun. Hal ini karena minyak goreng yang kadar asam lemak bebasnya tinggi akan mudah mengalami kerusakan pada waktu penyimpanan sehingga tidak bisa tahan lama begitu juga waktu proses pembuatannya.

Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa bilangan asam lemak bebas minyak goreng jelantah mengalami peningkatan yang sangat tinggi dibanding minyak goreng baru. Minyak yang digunakan berulang kali akan meningkat asam lemak bebasnya yang terbentuk dari reaksi hidrolisis dengan adanya air, temperature yang tinggi dan proses oksidasi pada ikatan rangkap. Penurunan bilangan asam lemak bebas untuk minyak goreng bekas setelah dilewatkan pada *reactor fluid fixed bed* dengan adsorben NZA dan NCA.

Berdasar gambar 4.8 bilangan asam lemak bebas pada minyak goreng jelantah setelah dilewatkan melalui *reactor fluid fixed-bed* mengalami penurunan yang sesuai standart SNI 01-3741-2002 yaitu 2 mg NaOH/g, hanya pada temperature 70°C dengan menggunakan adsorben NZA dan NCA yang melebihi

standart SNI tersebut. Dari penurunan itu masih jauh untuk mencapai nilai pada minyak goreng baru yaitu 0,354 mg NaOH/g. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada gambar 4.8.



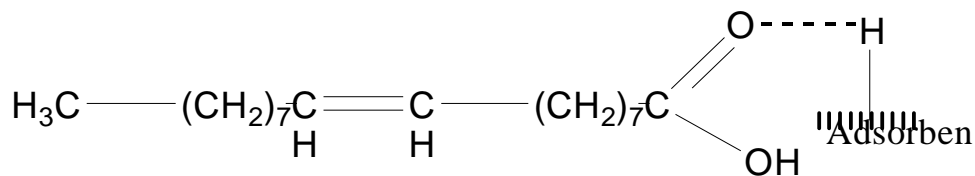
Gambar 4.8. Bilangan Asam Lemak Bebas Minyak Goreng

Berdasarkan hasil yang ada bahwa factor adsorben dan temperature serta interkasi keduanya memberikan pengaruh yang signifikan pada profil bilangan asam lemak bebas. Diperoleh kesimpulan bahwa NCA memberikan dampak yang lebih signifikan untuk penurunan bilangan asam lemak bebas dari pada NZA. Pada temperature 80<sup>0</sup>C juga memberikan pengaruh yang signifikan untuk penurunan bilangan asam lemak bebas, dibanding pada temperature 70<sup>0</sup>C dan 90<sup>0</sup>C. Hal ini kemungkinan terjadi adanya interkasi gugus karboksil asam lemak bebas dengan atom H<sup>+</sup> dari adsorben.

Seiring dengan meningkatnya rerata jari pori dan volum total pori, tingkat keasaman adsorben juga semakin tinggi. Sehingga situs aktif yang terbentuk akan meningkat pula. Adsorben NCA memiliki tingkat keasaman yang lebih tinggi dari pada adsorben NZA, hal ini berarti situs aktif H<sup>+</sup> adsorben NCA lebih banyak dari pada adsorben NZA. Pengaruh ini menyebabkan daya chemisorpsi dan fisorpsi terhadap asam lemak bebas yang berkaitan dengan penurunan bilangan asam lemak bebas menjadi lebih besar.

Sedangkan pengaruh temperature yang signifikan terhadap penurunan bilangan asam lemak bebas pada temperature 80<sup>0</sup>C. Hal ini dimungkinkan pada temperatur tersebut adsorben sudah mulai aktif dan tersedianya situs aktif yang lebih banyak pada adsorben. Adanya situs aktif ini di tandai dengan tingkat keasaman pada sampel adsorben. Peningkatan sisi asam Bronsted menyebabkan kekuatan asam akan terdistribusi secara menyeluruh untuk menyerang peroksida yang ada dalam minyak dan membentuk suatu ikatan hydrogen. Ikatan hydrogen terjadi melalui interaksi antara oksigen pada gugus hidroksil asam lemak bebas dengan atom hydrogen pada situs aktif adsorben. Sedangkan pada temperature 90<sup>0</sup>C penurunan kada asam lemak bebas mengalami kenaikan dibanding pada temperature 80<sup>0</sup>C.

Hal ini disebabkan pada temperature tinggi asam lemak bebas bervibrasi lebih kuat sehingga situs aktif dari adsorben tidak mampu untuk menjepatnya sehingga aktivitas adsorben melemah. Interaksi asam lemak bebas dengan adsorben dapat digambarkan sebagai berikut

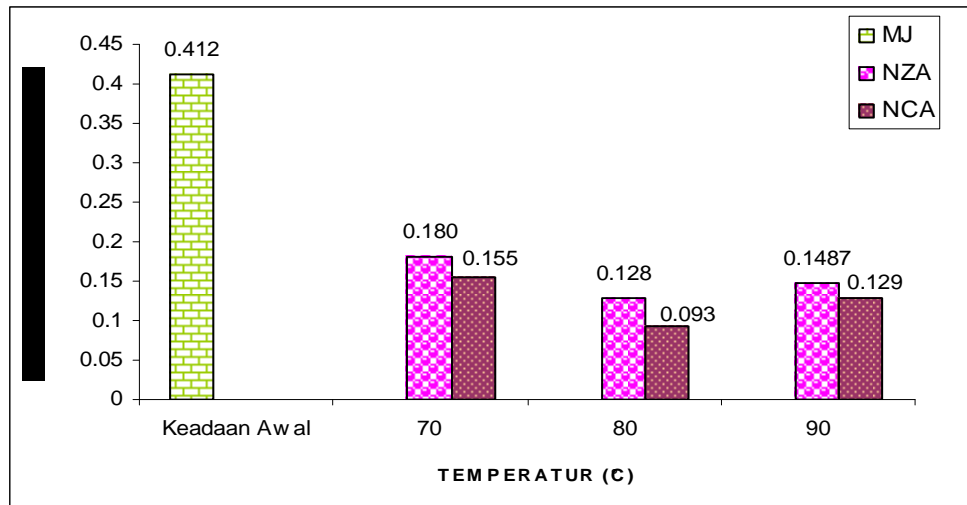


Gambar 4.9. Prediksi interaksi asam lemak bebas dengan adsorben

#### 4.2.3 Bilangan Peroksida

Menurut Ketaren (1986) bilangan peroksida merupakan suatu nilai untuk menentukan detajat kerusakan minyak. Semakin tinggi bilangan peroksidanya maka kualitas minyak goreng akan menurun. Pada umumnya asam lemak sangat reaktif terhadap oksigen dengan bertambahnya jumlah ikatan rangkap. Ikatan rangkap pada asam lemak tak jenuh karena oksigen membentuk peroksida sehingga bilangan peroksida dapat dinyatakan sebagai angka oksidasi.

Data analisa hasil proses refreshing dengan melewati sampel minyak goreng bekas dengan menggunakan adsorben NZA dan NCA dapat dilihat pada gambar 4.10.



Gambar 4.10. Bilangan Peroksida pada Minyak Goreng

Dari gambar 4.10 dapat disimpulkan bahwa bilangan peroksida untuk minyak goreng jelantah meningkat sangat tinggi dari pada minyak goreng baru yaitu 0,016 meq/Kg. Akan tetapi setelah dilewatkan melalui reactor *fluid fixed bed* kadar peroksida minyak goreng bekas mengalami penurunan meskipun tidak mendekati pada minyak goreng baru, akan tetapi jauh lebih baik dari standart SNI 01-3741-2002 yaitu 12,5 meq/Kg.

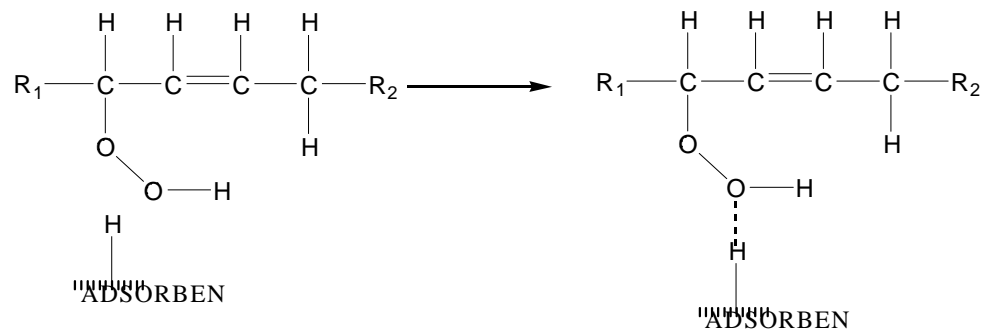
Berdasar data hasil yang diperoleh bahwa jenis adsorben dan temperature memberikan pengaruh yang signifikan, hal ini dapat dilihat minyak hasil proses pada temperature 80°C dengan adsorben NCA maupun NZA. Dimana pada temperature tersebut bilangan peroksida mengalami penurunan. Hal ini disebabkan pada temperature tersebut adsorben mulai aktif dan tersedianya situs aktif yang lebih banyak pada adsorben.

Sedangkan pada temperature 90°C mengalami kenaikan kembali dari pada tempertur 80 karena pada temperature 90°C terlalu tinggi sehingga asam lemak bebas bervibrasi sangat kuat sehingga kemampuan situs aktif pada adsorben tidak mampu untuk mengadsorp.



Peningkatan sisi asam Brownsted menyebabkan kekuatan asam akan terdistribusi secara menyeluruh untuk menyerang peroksida yang ada dalam minyak dan membentuk suatu ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen ini terjadi melalui interaksi antara oksigen pada gugus hidroksil hidroperoksida dengan atom hydrogen pada situs aktif adsorben, selain itu juga situs aktif akan menyerang ikatan rangkap sehingga akan membentuk ikatan tunggal.

Interaksi antara peroksida dengan adsorben dapat digambarkan sebagai berikut :

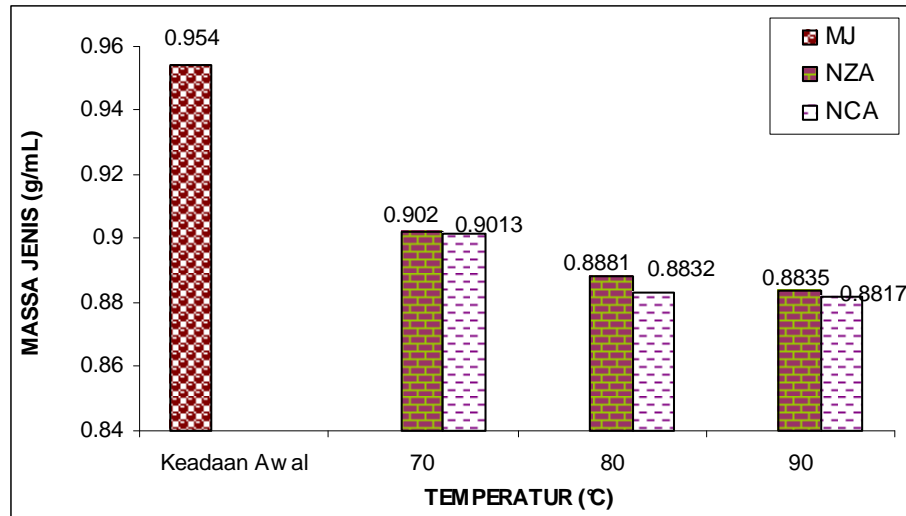


Gambar 4.11. Prediksi interaksi peroksida dengan adsorben

#### 4.2.4 Massa Jenis

Massa jenis minyak goreng merupakan salah satu tolok ukur kualitas minyak goreng. Dimana suatu minyak goreng dengan kadar air yang tinggi maka akan mempengaruhi massa jenis minyak goreng tersebut. Sesuai standart SNI tahun 2002 kualitas minyak goreng dilihat dari tolok ukur massa jenis maksimal mencapai 0,909 g/ml. Dengan kadar air yang tinggi maka akan mudah sekali minyak goreng tersebut mengalami hidrolisis sehingga bilangan asam lemak bebas dan peroksida meningkat. Selain itu adanya pengotor-pengotor juga akan mempengaruhi massa jenis minyak goreng.

Data hasil analisa dapat dilihat pada gambar 4.12.



Gambar 4.12. Massa Jenis Minyak Goreng

Dari gambar 4.12 yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi temperature pada proses *refreshing* dengan menggunakan reactor *fluid fixed-bed* dari dua jenis adsorben tersebut maka nilai massa jenis semakin turun. Massa jenis terendah diperoleh setelah minyak goreng bekas dilewatkan reactor dengan menggunakan NCA pada temperature 90<sup>0</sup>C, dan tertinggi dengan adsorben NZA pada temperature 70<sup>0</sup>C. Meskipun penurunan tersebut melebihi nilai pada minyak goreng baru yaitu 0,823 g/mL, akan tetapi masih dalam batas maksimum standart SNI 01-3741-2002 yaitu 0,909 g/mL.

Suatu sampel minyak goreng dapat diidentifikasi berdasarkan massa jenisnya. Massa jenis pada minyak tergantung dari berat molekul penyusunnya dan derajat ketiak jenuhannya. Menurut Susanto (1987) pada minyak jelantah berat jenis tergantung kadar air dan kadar kotoran yang tak larut selama penggorengan.

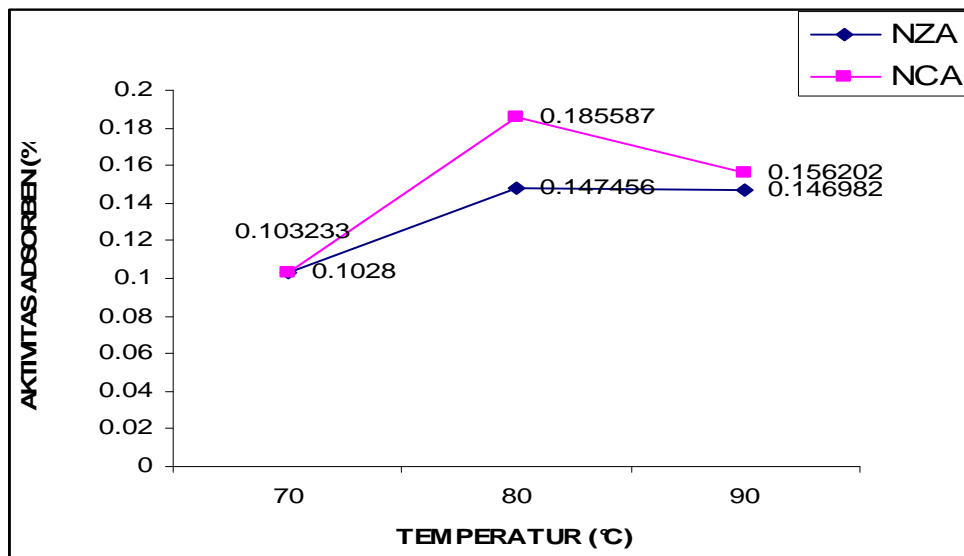
Semakin tinggi temperature yang digunakan adsorben mempunyai kemampuan menyerap air dan kotoran organic maupun anorganik yang ada pada minyak goreng semakin besar, sehingga berat jenisnya turun.

Berdasarkan tolok ukur yang dipakai sebagai perbandingan aktivitas NZA dan NCA pada minyak goreng adalah kada rair, massa jenis, bilangan peroksida dan kadar asam lemak bebas bahwa, adsorben NCA memiliki aktivitas yang lebih baik dari pada adsorben NZA. Aktivitas kedua adsorben tersebut dipengaruhi oleh karakteristik adsorben yaitu keasaman, rerata jari pori, volum total pori dan ukuran adsorben dalam mesh.

### 4.3 Perbandingan Aktivitas Adsorben NCA dan NZA

Aktivitas adsorben dalam proses absorpsi merupakan kemampuan suatu adsorben dalam menyerap adsorbat yang dikehendaki. Adsorben NZA dan NCA menyerap zat-zat pengotor yang terkandung dalam sampel minyak goreng bekas. Dimana pengotor-pengotor tersebut sebagai indicator adanya penurunan kualitas minyak goreng. Pengotor-pengotor tersebut berasal dari proses penggorengan bahan makanan karena adanya reaksi hidrolisis dari air bahan makanan dan terbentuknya radikal bebas karena pengaruh pemanasan saat pengolahan bahan makanan.

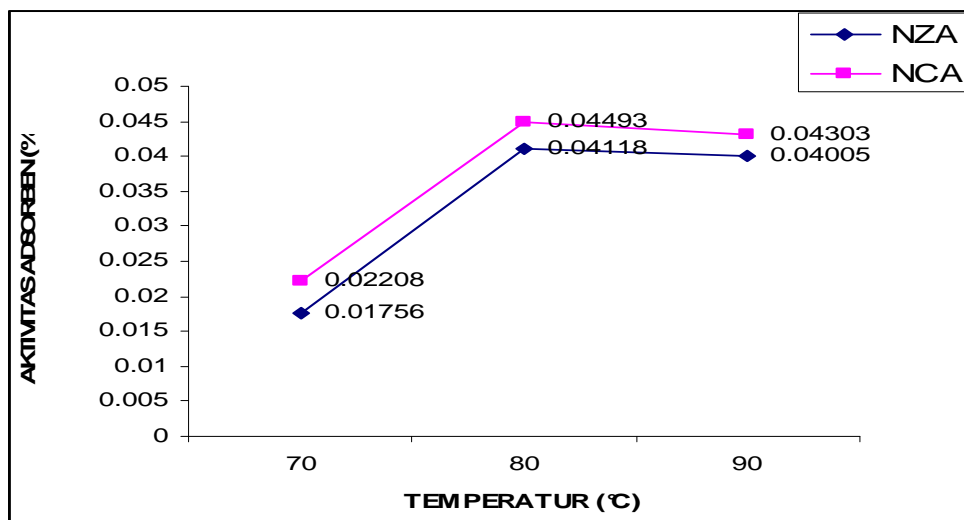
Dalam penelitian ini, aktivitas adsorben dihitung berdasarkan data adsorpsi terhadap beberapa tolok ukur kualitas minyak goreng yaitu, kadar asam lemak bebas, bilangan peroksida, kadar air dan massa jenis.



Gambar 4.13 Aktivitas Adsorben berdasar Kadar Air

Berdasarkan karakter adsorben NZA dan NCA, dapat disimpulkan bahwa aktivitas adsorben dalam penurunan kadar air pada minyak goreng bekas berkaitan dengan karakter keasaman yang dimiliki oleh kedua adsorben tersebut. Adsorben NCA lebih tinggi tingkat keasamannya dari pada adsorben NZA sehingga kandungan situs asam browsted lebih banyak.

Sehingga memberikan efek yang lebih maksimal dalam proses penjerapan kadar air. Dimana situs aktif tersebut akan membentuk ikatan hydrogen dengan atom oksigen dari air.



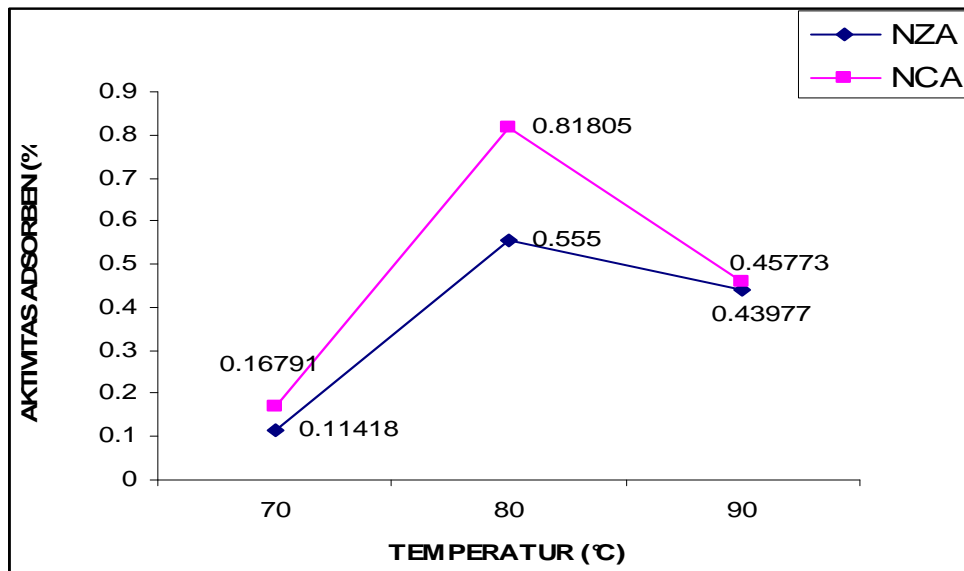
Gambar 4.14. Aktivitas Adsorben berdasarkan Massa Jenis

Kedua adsorben tersebut mengalami aktivitas optimum pada temperature 80°C meskipun pada kedua adsorben mengalami penurunan yang tidak signifikan pada temperature 90°C. Seharusnya pada temperature tinggi air akan mudah menguap pada sampel minyak goreng akan tetapi fenomena yang ada tidak demikian. Hal ini dimungkinkan karena pada temperature yang lebih tinggi situs aktif pada adsorben tidak maksimal dalam menjerap atom oksigen dari air disebabkan terjadinya vibrasi yang kuat pada molekul-molekul air sehingga bebas bergerak sangat cepat. Hal itu akan mempengaruhi kekuatan situs aktif untuk menjerap atom oksigen tersebut melalui ikatan hydrogen.

Aktivitas adsorben berdasarkan kadar air sebanding dengan aktivitas adsorben berdasarkan massa jenis, hal ini Karena masaa jenis sampel akan

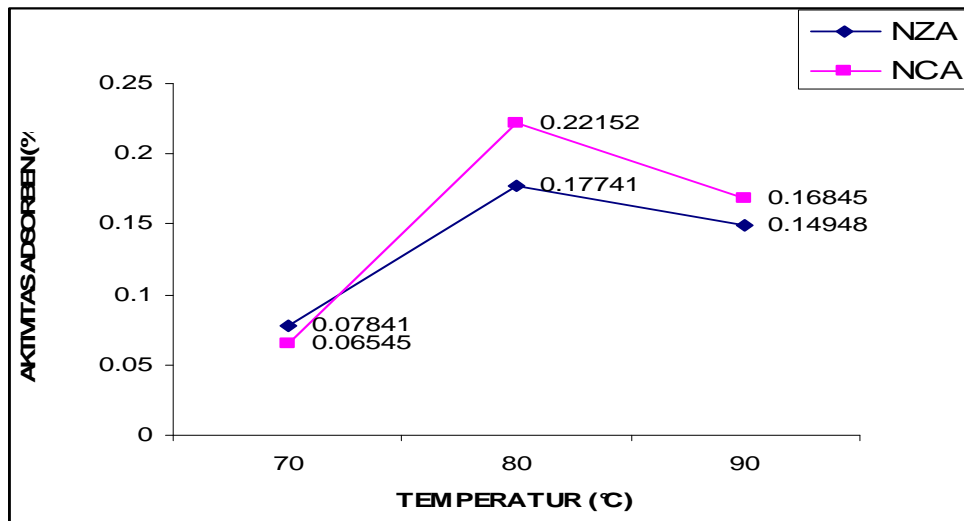
berkurang jika kadar air dan pengotor-pengotor lainnya juga mengalami penurunan. Terjadi kenaikan yang signifikan dari temperature 70°C ke 80°C, pada temperature tersebut aktivitas meningkat dan mengalami penurunan kembali yang tidak begitu jauh dari temperature 90°C.

Dari fenomena tersebut berarti aktivitas adsorben berdasar pada kadar air dan massa jenis mengalami aktivitas optimum pada temperature 80°C. Untuk adsorben yang lebih efektif aktivitasnya adalah adsorben dengan menggunakan NCA.



Gambar 4.15 Aktivitas Adsorben berdasar Bilangan Asam Lemak Bebas (FFA)

Berdasar gambar 4.15 aktivitas adsorben berdasarkan pada bilangan asam lemak bebas, dimana terjadi aktivitas optimum pada temperature 80°C terutama pada adsorben NCA. Hal ini ada pengaruhnya dari rerata jari pori dan volume total pori, dimana rerata jari pori dan volume total pori NCA lebih tinggi dari pada NZA. Sehingga tingkat keasaman tinggi dan situs asam yang terbentuk juga akan tinggi. Sehingga akan lebih banyak adsorben akan menyerap zat-zat pengotor dalam bentuk gugus karboksil asam lemak bebas dari minyak goreng bekas.



Gambar 4.16 Aktivitas Adsorben berdasar Bilangan Peroksida

Berdasar gambar 4.16 temperatur dan jenis adsorben memberikan pengaruh yang signifikan. Dimana pada temperature 80°C adsorben NCA dan NZA mengalami peningkatan aktivitasnya dan pada temperature 90°C mengalami penurunan kembali akan tetapi masih jauh dari penurunan pada temperature 70°C. Sehingga dapat disimpulkan aktivitas optimum pada temperature 80°C dengan menggunakan adsorben NCA. Hal ini juga dipengaruhi oleh keberadaan situs aktif yang mampu menjerap gugus hidroksil hidroperoksida dan ikatan rangkap pada minyak goreng bekas.

## DAFTAR PUSATAKA

- Anonymous. 1995. *Standart Nasional Indonesia*. Dewan Standart Nasional. Jakarta
- Anthony, C.W. 1992. *Pengantar Kimia Organik dan Hayati*. ITB Bandung. Bandung.
- Anwar, Rofiq. 2004. *Rekayasa Lempung Terpillar*. Kumpulan Jurnal. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Atkins, P. W. 1997. *Kimia Fisik Jilid II*. Edisi keempat. Erlangga. Jakarta.
- Astutik, Yayuk Sri. 2003. *Perbandingan Aktivitas H<sub>5</sub>-NZA dengan NiO/H-NZA pada Berbagai Temperatur Dalam Proses Penjernihan Minyak goreng Bekas*. Skripsi. Jember: Fakultas MIPA Universitas Jember.
- Belitz, H.D., dan W. Grosch. 1999. *Food Chemistry*. Edisi II. Germany: Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- Campbell, I.M. 1988. *Catalysts at Surfaces*. New York : Chapman and Hall Ltd.
- Djoehana, S. 1984. *Bertanam Kelapa*. Kanisius. Yogyakarta.
- Feesenden, R.J & J.S. Fessenden. 1999. *Kimia Organik Jilid II*. Edisi ketiga. Terjemahan A.H. Pudjaatmaka. Jakarta:Penerbit Erlangga.
- Flanigen, E.M., Khatami, H., Szymanski, H.A., 1971. *Infrared Structural Studies of Zeolite framework, Molecular sieve Zeolite*. American Society Adv. In Chemistry Series No. 101, Washington.
- Hardjowigono, Sarwono.H, MSc. 2002: *Ilmu Tanah*: Bogor
- Hamdan. H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Malaysia: University Teknologi Malaysia.
- <http://www.Faculty.Plattsburgh.edu/kaolinite>
- Husaini dan Suyartono. 1991. *Tinjauan Terhadap Kegiatan Penelitian Karakterisasi dan Pemanfaatan Zeolit Indonesia yang Dilakukan PPTM Periode 1980-1991*. Dalam Buletin Pusat Pengembangan Teknologi Mineral. Bandung
- Ketaren. 1986. *Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta:Universitas Indonesia Press.

- Khairinal. 2000. *Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari dengan Perlakuan Asam dan Proses Hidrotermal*. Skripsi. Yogyakarta : Universitas Gajah Mada.
- Kurniasari, Vera. 2005. *Efek Temperatur Pada Proses Chemisorpsi Katalis NZA Dan H<sub>5</sub>-NZA Dalam Proses Peningkatan Kualitas Jelantah Dengan Reaktor Fluid Fixed Bed*. Skripsi. Jember:Fakultas MIPA Universitas Jember.
- Klinnowski, J., Lowell, S. and J.E. Shields. 1993. *Powder Surface Area and Porosity*, J Chem Soc. Edisi II, Chapman and Hall, New York.
- Martoharsono, Soeharsono. 1982. *Biokimia Jilid 2*. Yogyakarta.UGM Press
- Muhdarina dan Linggawati. 2003. *Pilarisasi Kaolinit Alam Untuk Meningkatkan Kapasitas Tukar Kation*. Universitas Riau, Pekanbaru
- Mustamsikin, I. 2003. ***Preparasi Katalis NiO/Zeolit dan Uji Katalis pada Reaksi Perengkahan Pelumas bekas menjadi Fraksi Bahan Bakar***. Fakultas MIPA UNEJ. Jember
- Nurhadi, M. 1999. *Tesis: Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Kromium Zeolit Alam Untuk Perengkahan Fraksi Minyak Bumi*. UGM. Yogyakarta.
- Ogawa, M. 1992. *Preparation of Clay-Organic Intercalation Coumpoubds by Solid-solid Reaction and Their Aplication to Photo-Functional Material*. Dissertation, Waseda University, Tokyo.
- Oudejans, J.C., 1984, *Zeolita Catalysis in Some Organic Reaction Chemical Reseach*, Holland.
- Preasetyo, K. 2000. ***Studi Keamanan Pangan dan Karakteristik Sifat fisik Kimia Minyak Goreng Sawit Curah yang beredar di Pasar Dinoyo Kotamadya Malang. Skripsi Teknologi Hasil Pertanian UNIBRAW. Malang***
- Ritonga, Pangoloan Soleman. 2005. *Rekayasa Lempung Dengan Surfaktan Benzalkonium Klorida Dan Besi Klorida Serta Aplikasinya Pada Penjernihan Minyak Daun Cengkeh*. Tesis Pasca Sarjana. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada.
- Satterfield, C. N. 1980. ***Heterogenous Catalys in Practices. New York ; Mcgraw-Hill Book Co.***



- Setyawan, P.H.D. 2005. *Peningkatan Kualitas Jelantah (Refreshing) Dengan Katalis H-Zeolit Dan Reaktor Sistem Fluid Fixed-Bed*. Hibah Bersaing XIV. Jember: Fakultas MIPA Universitas Jember.
- Smith, J.M. 1970. *Chemical Engineering Kinetic*. Second edition. New York : McGraw-Hill Book.
- Streitwieser, Andrew, J., Heathcock, H. 1988. *Introduction to Organic Chemistry*. University of California, Berkeley.
- Stevenson, F.G. 1984. *Quality Control in The of Deep Frying Oils*. J.Amer. Oil Chem.Soc 61: 11022
- Sudarmadji, S. 1997. *Prosedur Analisa Untuk Bahan Makanan dan Pertanian*. Edisi ke-6. Yogyakarta : Liberty.
- Susanto, T. 1987. *Teknologi Lemak dan Minyak Makanan*. Jurusan Teknologi Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Brawijaya Malang.
- Sutarti, M dan Rachmawati, M. 1994. *Zeolit : Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah. LIPI. Jakarta.
- Tan. Kim. H. 1998. *Dasar-Dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Penerbit UGM Press.
- Trisunaryati. 1996. *Characterization and Modification of Indonesia natural Zeolites and Their Properties for Hydrocracking of Parafin*. Journal of The Japan Petroleum Institute, 39, hal 20-25
- Winarno, F.G. 1992. *Kimia Pangan dan Gizi*. Cetakan ke-5. Jakarta : P. T. Gramedia Pustaka Utama.