

**PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR MINYAK DAN
METANOL PADA SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK
PLIEK-U MENGGUNAKAN KATALIS CaO DARI CANGKANG
KERANG DARAH (*ANADARA GRANOSA*)**

SKRIPSI

Diajukan Oleh:

**ALFIZATUNNISA
NIM. 190704010**

**Mahasiswa Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Ar-Raniry
Program Studi Kimia**



**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI AR-RANIRY
BANDA ACEH
2023 M / 1445 H**

LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI

**PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR MINYAK DAN
METANOL PADA SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK *PLIEK-
U* MENGGUNAKAN KATALIS CaO DARI CANGKANG
KERANG DARAH (*ANADARA GRANOSA*)**

SKRIPSI

Diajukan kepada Fakultas Sains Dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Ar-Raniry
Sebagai Salah Satu Beban Memperoleh Gelar Sarjana (S1)
Dalam Prodi Kimia

Oleh :

ALFIZATUNNISA

NIM. 190704010

**Mahasiswa Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Ar-Raniry
Program Studi Kimia**

Disetujui untuk Dimunaqasyah Oleh:

Pembimbing I

Bhayu Gita Bhernama, M. Si
NIDN. 2023018901

Pembimbing II

Muhammad Ridwan Harahap, M.Si.
NIDN. 2027118603

Mengetahui,

Ketua Program Studi

Muhammad Yulian, M. Si
NIDN. 20230118401

LEMBAR PENGESAHAN PENGUJI SKRIPSI

**PENGARUH PERBANDINGAN MOLAR MINYAK DAN METANOL PADA
SINTESIS BIODIESEL DARI MINYAK *PLIEK-U* MENGGUNAKAN
KATALIS CaO DARI CANGKANG KERANG DARAH (*ANADARA
GRANOSA*)**

SKRIPSI

Telah diuji oleh Panitia Ujian Munaqasyah Skripsi
Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry dan dinyatakan Lulus
Serta diterima sebagai Salah Satu Beban Studi Program Sarjana (S-1)
Dalam Prodi Kimia

Pada Hari/Tanggal : Rabu, 27 Desember 2023
14 Jumadil Akhir 1445 H
di Darussalam, Banda aceh
Panitia Ujian Munaqasyah Tugas Akhir/Skripsi

Ketua,

Bhayu Gita Bhernama, M.Si
NIDN. 2023018901

Sekretaris,

Muhammad Ridwan Harahap, M.Si
NIDN. 2027118603

Penguji I,

Muslem, M.Sc
NIDN. 2006069004

Penguji II,

Reni Silvia Nasution, S.Si., M.Si
NIDN. 2023018901

Mengetahui :

Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Ar-Raniry Banda Aceh

Dr.Ir. Muhammad Dirhamsyah, M.T., IPU
NIDN. 0002106203

LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH SKRIPSI

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Alfizatunnisa

NIM : 190704010

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains Dan Teknologi

Judul Skripsi : Pengaruh Perbandingan Molar Minyak Dan Metanol Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak *Pleik U* Menggunakan Katalis CaO Dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara Granosa*)

Dengan menyatakan bahwa dalam penulisan skripsi ini saya :

1. Tidak menggunakan ide orang lain tanpa mampu mengembangkan dan mempertanggung jawabkan;
2. Tidak melakukan plagiasi terhadap naskah orang lain;
3. Tidak menggunakan karya orang lain tanpa menyebutkan sumber asli atau tanpa izin pemilik karya;
4. Mengerjakan sendiri karya ini dan mampu bertanggung jawab atas karya ini.

Bila kemudian hari ada tuntutan dari pihak lain atas karya saya, dan telah melalui pembuktian yang dapat dipertanggungjawabkan dan ternyata memang ditemukan bukti bahwa saya melanggar pernyataan ini, maka saya siap dikenai sanksi berdasarkan aturan yang berlaku di Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Ar-Raniry Banda Aceh.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sesungguhnya tanpa ada paksaan dari pihak mana pun.

Banda Aceh, 27 Desember 2023



(Alfizatunnisa)

ABSTRAK

Nama : Alfizatunnisa
NIM : 190704010
Program Studi : Kimia
Judul : Pengaruh Perbandingan Molar Minyak Dan Metanol Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak *Pliek U* Menggunakan Katalis CaO Dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara Granosa*)
Tanggal sidang : 27 Desember 2023
Tebal skripsi : 66 halaman
Pembimbing I : Bhayu Gita Bhernama, M.Si
Pembimbing II : Muhammad Ridwan Harahap, M.Si
Kata kunci : Minyak *Pliek U*, Biodiesel, transesterifikasi

Biodiesel dapat diproduksi dari minyak nabati yang berasal dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Jenis minyak nabati yang bisa digunakan sebagai bahan baku biodiesel adalah minyak kelapa (minyak *pliek u*). Minyak *pliek u* adalah minyak khas Aceh yang diperoleh dari daging buah kelapa yang difermentasi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh perbandingan molar minyak dan metanol pada pembuatan biodiesel dan untuk mengetahui biodiesel yang dihasilkan sesuai dengan SNI 04-7182-2015. Penelitian ini dilakukan secara eksperimental pada laboratorium. Sintesis biodiesel dilakukan dengan mereaksikan minyak *pliek u* hasil dari proses esterifikasi dan metanol dengan bantuan katalis CaO. Reaksi transesterifikasi ini dilakukan dengan perbandingan minyak dan metanol 1:4, 1:6 dan 1:8. Dari proses transesterifikasi tersebut diperoleh rendemen metil ester berturut-turut sebesar 62,77%, 69,48% dan 74,16%. Nilai rendemen terbaik diidentifikasi dengan menggunakan GC-MS. Hasil dari identifikasi biodiesel dengan GC-MS terdapat 9

puncak kromatogram. Dari hasil analisis terindikasi bahwa hasil sintesis biodiesel dari minyak *pliek u* memiliki kandungan senyawa metil ester. Senyawa tersebut merupakan asam lemak yang terdapat pada minyak *pliek u*. Minyak *pliek u* dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pada pembuatan biodiesel karena mengandung senyawa-senyawa dari asam lemak. Hasil uji biodiesel seperti bilangan asam sebesar 0,2522 mg-KOH/g, hasil uji massa jenis sebesar 885 kg/m³, hasil uji viskositas sebesar 2,80 cSt dan hasil kadar air sebesar 0,0118%. Dapat disimpulkan bahwa hasil dari pengujian biodiesel yang diperoleh sudah memenuhi syarat mutu SNI 04-7182-2015.



ABSTRACT

Name : Alfizatunnisa
NIM : 190704010
Study Program : Chemistry
Title : *Effect Of Molar Comparison Oil And Metanol On Biodiesel Synthesis From Pliek U Oil Using CaO Catalyst From Blood Mussel Shell (Anadara Granosa)*
Date of trial : 27 Desember 2023
Thesis Thickness : 66 sheets
Supervisor I : Bhayu Gita Bhernama, M.Si
Supervisor II : Muhammad Ridwan Harahap, M.Si
Keywords : *Pliek U Oil, Biodiesel, transesterification*

Biodiesel can be produced from vegetable oils derived from renewable natural resources. The type of vegetable oil that can be used as biodiesel feedstock is coconut oil (pliek u oil). Pliek u oil is a typical Acehnese oil obtained from fermented coconut flesh. The purpose of this study is to determine the effect of the molar ratio of oil and methanol on biodiesel production and to determine the biodiesel produced in accordance with SNI 04-7182-2015. This research was conducted experimentally in the laboratory. Biodiesel synthesis is carried out by reacting the oil produced from the esterification process with methanol with the help of CaO catalysts. This transesterification reaction is carried out with a ratio of oil and methanol of 1:4, 1:6, and 1:8. From the transesterification process, methyl ester yields were obtained of 62.77%, 69.48%, and 74.16%, respectively. The best yield values are identified using GC-MS. As a result of the identification of biodiesel with GC-MS, there are 9 chromatogram peaks. From the results of the analysis, it is indicated that the synthesis

of biodiesel from pliek u oil contains methyl ester compounds. These compounds are fatty acids found in pliek u oil. Pliek u oil can be used as a raw material in the manufacture of biodiesel because it contains compounds from fatty acids. Biodiesel test results such as acid number of 0.2522 mg KOH/g, a density test result of 885 kg/m³, a viscosity test result of 2.80 cSt, and a moisture content result of 0.0118%. It can be concluded that the results of biodiesel testing obtained have met the quality requirements of SNI 04-7182-2015.



KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahim

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah menganugerahkan Al-Qur'an sebagai *Hudan li an-nas* (petunjuk bagi seluruh manusia) serta *Rahmatan lil al-'alamiin* (rahmat bagi segenap alam), sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi. Shalawat dan salam semua tercurahkan kepada Nabi Muhammdad SAW beserta keluarganya, para sahabat dan seluruh umat.

Penulis dalam kesempatan ini mengambil judul skripsi “Pengaruh Perbandingan Molar Minyak Dan Metanol Pada Sintesis Biodiesel Dari Minyak *Pliek U* Menggunakan Katalis CaO Dari Cangkang Kerang Darah (*Anadara Granosa*)“. Penulisan skripsi ini bertujuan untuk melengkapi tugas-tugas dan memenuhi syarat-syarat untuk menyelesaikan pendidikan tahap terakhir pada Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu penulis dalam membuat dan menyelesaikan skripsi, penulis juga mendapatkan banyak pengetahuan dan wawasan baru yang sangat berarti. Oleh karena itu, penulis tidak lupa mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Dr. Ir. Muhammad Dirhamsyah, MT., IPU., selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh.
2. Bapak Muammar Yulian, M.Si, selaku ketua Prodi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry.
3. Ibu Bhayu Gita Bhernama, M. Si selaku dosen Pembimbing I Skripsi.
4. Bapak Muhammad Ridwan Harahap, M.Si selaku Pembimbing II Skripsi.
5. Ibu Febrina Arfi, M.Si, selaku dosen Pembimbing Akademik.
6. Seluruh Ibu/Bapak Dosen Di Prodi Kimia, Fakultas Sain dan Teknologi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry.
7. Panutanku, kedua orang tuaku, Nurlaila dan Anwar yang mampu mendidik penulis, memberikan semangat, dukungan dan motivasi hingga penulis

mampu menyelesaikan studi sarjana. Terima kasih sebesar-besarnya atas segala bentuk bantuan, semangat dan doa yang diberikan.

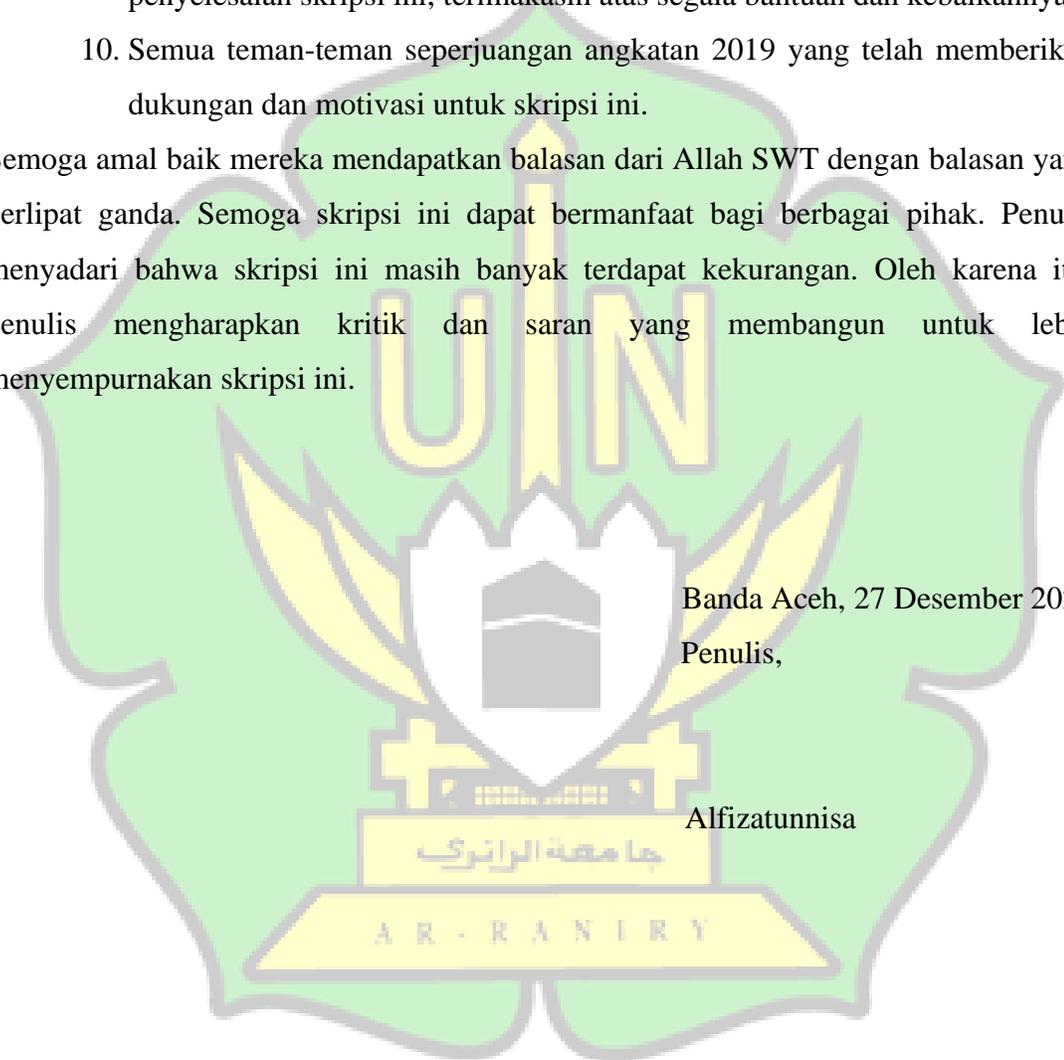
8. Adik tersayang Nuril Aulia dan Nazirul Ichsan yang telah memberikan semangat dan dukungan.
9. Untuk Rizka Ramadani yang telah membantu dan menemani dalam proses penyelesaian skripsi ini, terimakasih atas segala bantuan dan kebaikannya.
10. Semua teman-teman seperjuangan angkatan 2019 yang telah memberikan dukungan dan motivasi untuk skripsi ini.

Semoga amal baik mereka mendapatkan balasan dari Allah SWT dengan balasan yang berlipat ganda. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi berbagai pihak. Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak terdapat kekurangan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk lebih menyempurnakan skripsi ini.

Banda Aceh, 27 Desember 2023

Penulis,

Alfizatunnisa



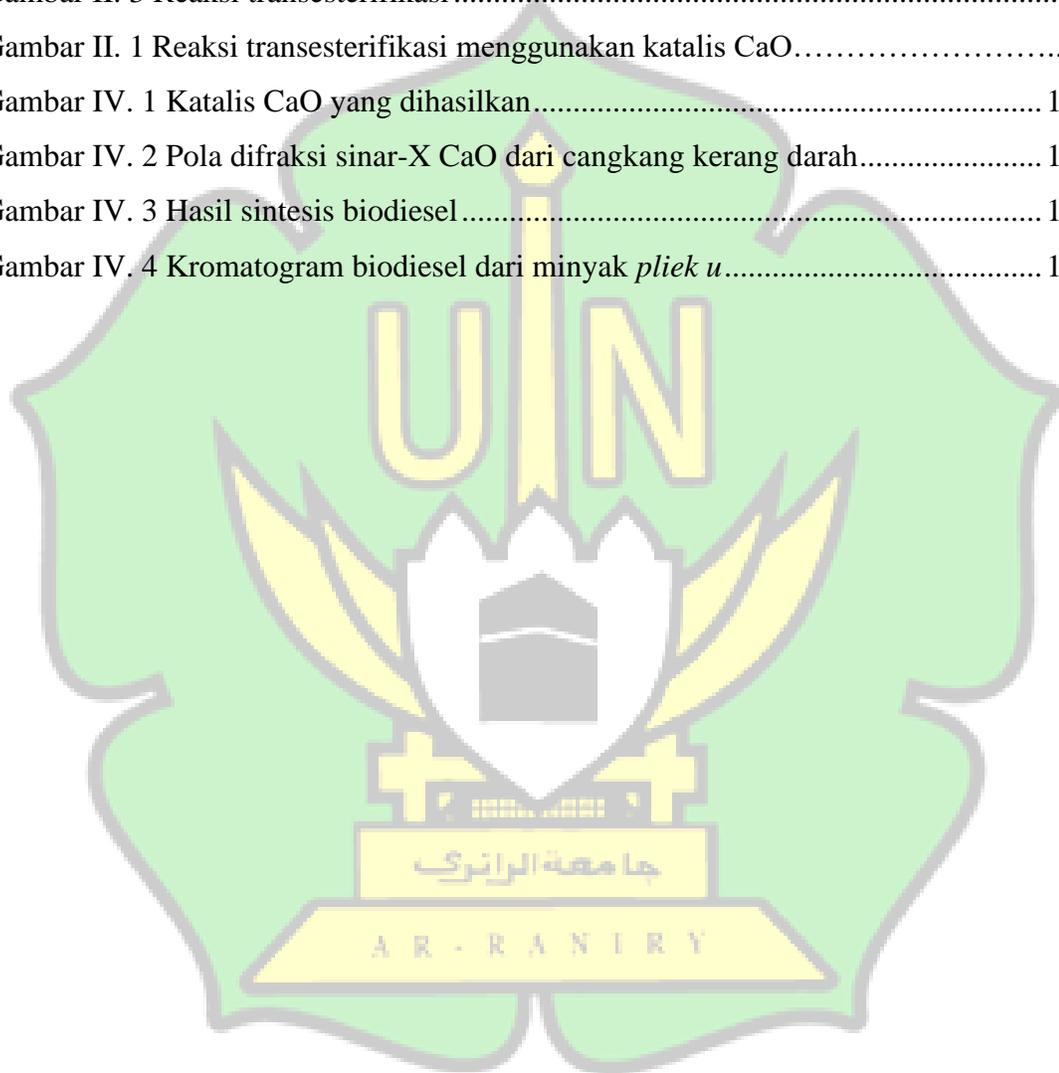
DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN SKRIPSI	ii
LEMBAR PENGESAHAN PENGUJI SKRIPSI	iii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN KARYA ILMIAH SKRIPSI	iv
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	3
I.3 Tujuan Penelitian.....	3
I.4 Manfaat Penelitian.....	3
I.5 Batasan Masalah	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
II.1 Kerang Darah	4
II.2 Minyak <i>Pliak U</i>	5
II.3 Reaksi Dalam Pembuatan Biodiesel	6
II.4 Katalis	9
II.5 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	9
II.6 <i>Gas Chromatography – Mass Spectrophotometry (GC-MS)</i>	10
BAB III METODE PENELITIAN	11
III.1 Waktu dan Tempat.....	11

III.2 Alat dan Bahan	11
III.2.1 Alat.....	11
III.2.2 Bahan	11
III.3 Prosedur Penelitian	11
III.3.1 Preparasi Katalis CaO.....	11
III.3.2 Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) Minyak <i>Pliek U</i>	12
III.3.3 Proses Sintesis Biodiesel.....	12
III.3.3.1 Proses Esterifikasi.....	12
III.3.3.2 Proses Transesterifikasi	12
III.3.4 Identifikasi Menggunakan GC-MS.....	13
III.3.5 Karakterisasi Biodiesel yang Dihasilkan	13
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	15
IV.1 Data Hasil Pengamatan.....	15
IV.1.1 Hasil Uji Taksonomi Cangkang Kerang Darah	15
IV.1.2 Hasil Karakterisasi CaO dari Cangkang Kerang Darah	15
IV.1.3 Hasil Sintesis Biodiesel	17
IV.1.4 Hasil Identifikasi Biodiesel Menggunakan GC-MS	18
IV.1.5 Hasil Karakterisasi Biodiesel Yang Dihasilkan.....	19
IV.2 Pembahasan	19
BAB V PENUTUP.....	25
V.1 Kesimpulan	25
V.2 Saran	25
DAFTAR PUSTAKA	26
LAMPIRAN.....	31

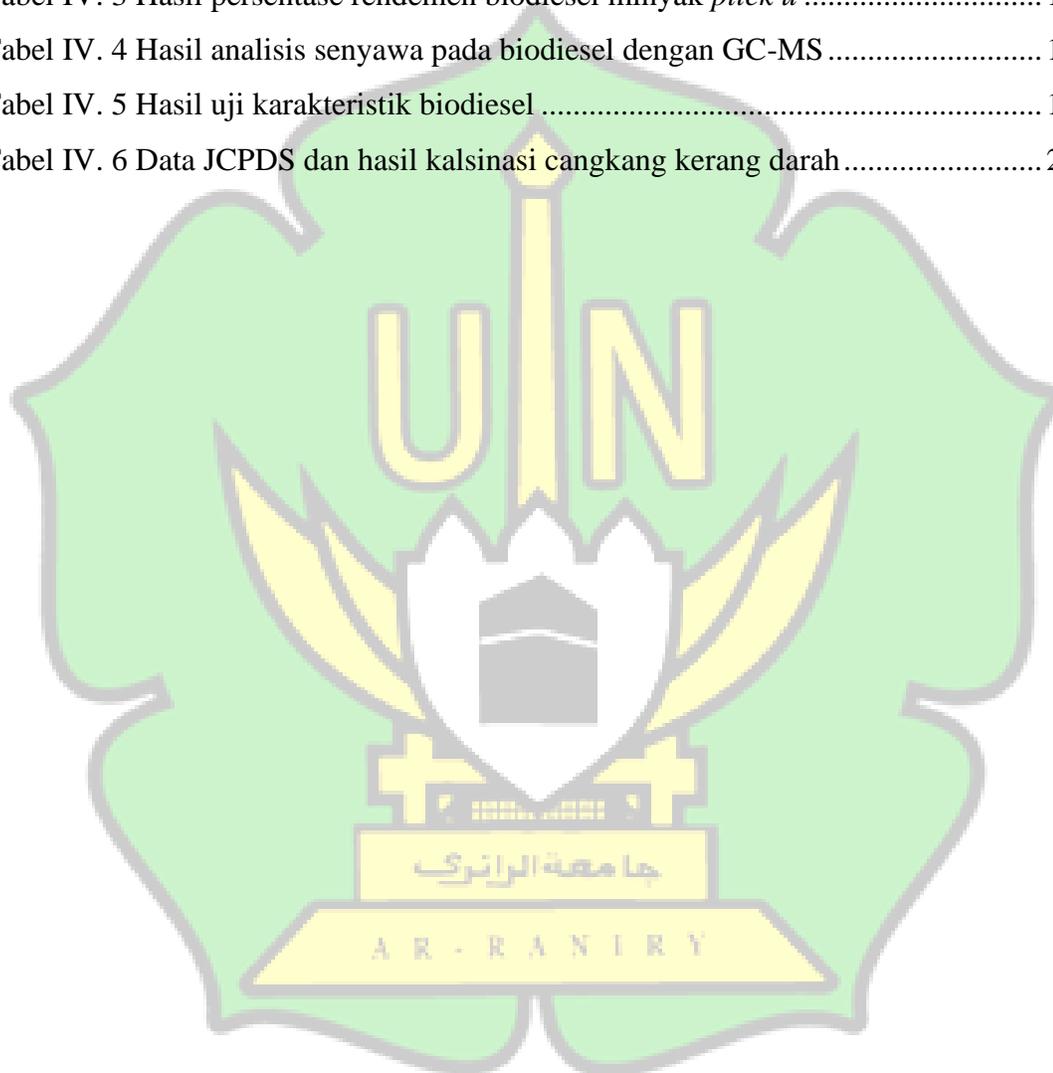
DAFTAR GAMBAR

Gambar II. 1 Kerang Darah (<i>Anadara granosa</i>).....	4
Gambar II. 2 Reaksi esterifikasi.....	7
Gambar II. 3 Reaksi transesterifikasi	7
Gambar II. 1 Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO.....	8
Gambar IV. 1 Katalis CaO yang dihasilkan.....	15
Gambar IV. 2 Pola difraksi sinar-X CaO dari cangkang kerang darah.....	16
Gambar IV. 3 Hasil sintesis biodiesel.....	17
Gambar IV. 4 Kromatogram biodiesel dari minyak <i>pliek u</i>	18



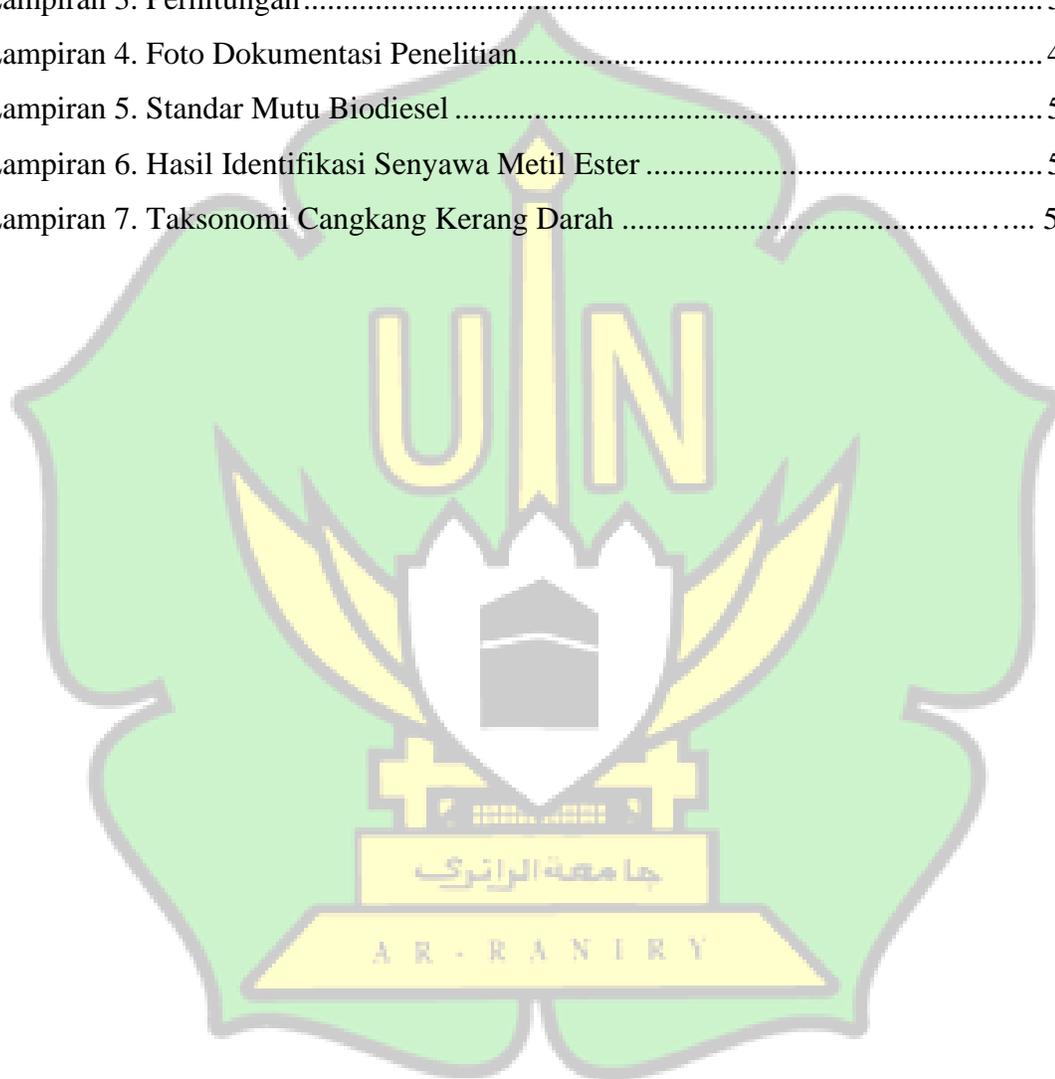
DAFTAR TABEL

Tabel IV. 1 Hasil klasifikasi cangkang kerang darah	15
Tabel IV. 2 Hasil ukuran Kristal CaO menggunakan persamaan <i>Scherrer</i>	16
Tabel IV. 3 Hasil persentase rendemen biodiesel minyak <i>pliek u</i>	17
Tabel IV. 4 Hasil analisis senyawa pada biodiesel dengan GC-MS	18
Tabel IV. 5 Hasil uji karakteristik biodiesel	19
Tabel IV. 6 Data JCPDS dan hasil kalsinasi cangkang kerang darah	21



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	31
Lampiran 2. Diagram Alir Skema Penelitian.....	32
Lampiran 3. Perhitungan.....	34
Lampiran 4. Foto Dokumentasi Penelitian.....	42
Lampiran 5. Standar Mutu Biodiesel.....	50
Lampiran 6. Hasil Identifikasi Senyawa Metil Ester.....	51
Lampiran 7. Taksonomi Cangkang Kerang Darah.....	52



BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Minyak bumi merupakan sumber daya alam yang tidak terbarukan, maka persediaan minyak bumi semakin terbatas. Jika eksploitasi secara berlebihan terus terjadi maka minyak bumi akan habis. Salah satu cara untuk mengurangi ketergantungan terhadap bahan bakar minyak bumi adalah dengan menciptakan bahan bakar alternatif seperti biodiesel. Biodiesel terdiri dari campuran monoalkil ester dari asam lemak rantai panjang. Penggunaan biodiesel sebagai bahan bakar mempunyai beberapa keuntungan antara lain berasal dari sumber mudah ditemukan dan terbarukan, mudah terurai secara biologis dan mengurangi emisi gas rumah kaca (Haryanto dkk., 2015).

Biodiesel dapat diproduksi dari minyak nabati yang diperoleh dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui, contohnya adalah minyak kelapa (Pramitha dkk., 2016), minyak kelapa sawit (Oko & Syahrir, 2018) , dan minyak jarak (Husna dkk., 2021). Minyak nabati yang digunakan harus memiliki kadar asam lemak bebas (ALB) yang rendah (<1%), jika lebih maka harus dilakukan *pretreatment* pada minyak tersebut karena akan berakibat pada turunnya efisiensi kinerja (Devita, 2015).

Jenis minyak nabati yang bisa dimanfaatkan sebagai bahan baku biodiesel yaitu minyak kelapa hasil fermentasi (minyak *pliek u*). Minyak *pliek u* merupakan minyak khas Aceh yang diperoleh dari daging kelapa yang difermentasi. Reaksi enzimatik yang terjadi pada proses fermentasi akan memisahkan lemak dari daging kelapa dengan pati kelapa. Kemudian lemak itu akan diekstraksi hingga didapatkan minyak yang tidak berwarna (Fajri dkk., 2022).

Minyak *pliek u* yang didapatkan ini merupakan produk samping dari proses pembuatan *pliek u*. Minyak yang dihasilkan dari buah kelapa memiliki kandungan asam lemak jenuh yang sekitar 91% terdiri atas asam laurat, asam meristat, asam palmitat, asam stearat, asam kaprilat, asam kaprat dan asam kaproat (Faridah dkk., 2022).

Katalis yang dipakai dalam produksi biodiesel yaitu katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen mempunyai kekurangan seperti banyak terbentuk produk samping berupa sabun, katalis susah dipisahkan setelah reaksi berlangsung, serta kurang ekonomis. Oleh sebab itu, pengolahan biodiesel lebih sering menggunakan katalis heterogen, seperti CaO karena memiliki aktivitas katalitik tinggi serta kekuatan basa yang tinggi juga. Sumber CaO yang dapat digunakan berasal dari cangkang kerang darah (Asyadiqi dkk., 2014), cangkang tiram (Handayani dkk., 2020), cangkang keong mas (Mukminin dkk., 2019), cangkang telur (Aini dkk., 2020), dan tulang ikan (Wijianto, 2016).

Cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) memiliki potensi cukup bagus jika dimanfaatkan untuk katalis heterogen dalam produksi biodiesel karena memiliki kandungan kalsium karbonat (CaCO_3) yang akan terurai menjadi CaO pada suhu tinggi melalui proses kalsinasi (Linggawati, 2016). Cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) mempunyai kandungan mineral kalsium karbonat (CaCO_3) yang tinggi dengan kandungan CaO alami sebesar 99,09% (Linggawati, 2016). CaO yang didapatkan dari limbah cangkang memiliki potensi yang bagus bagi lingkungan dan CaO yang didapatkan juga lebih ekonomis (Marume, 2021).

Penelitian tentang pengaruh suhu kalsinasi dalam pembentukan katalis padat CaO dari cangkang keong mas (*Pomacea canaliculata L*) yang dilakukan oleh Mukminin, dkk (2019) dengan variasi suhu kalsinasi 600°C, 700°C dan 900°C selama 4 jam mengatakan bahwa kalsinasi dengan suhu 900°C selama 4 jam memperoleh cangkang keong mas dengan tekstur halus berwarna putih, hal ini menunjukkan bahwa CaO sudah terbentuk. Sedangkan pada kalsinasi yang dilakukan selama 4 jam pada temperatur 600°C dan 700°C menghasilkan cangkang bertekstur kasar dan berwarna keabuan. Hal ini menunjukkan adanya perbedaan komposisi kimia pada masing-masing sampel yang disebabkan oleh suhu kalsinasi yang berbeda.

Berdasarkan uraian diatas, peneliti tertarik untuk melakukan karakterisasi pada katalis CaO dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) dan memanfaatkan minyak *pliek u* sebagai bahan baku pada proses pembuatan biodiesel serta melakukan

beberapa pengujian seperti densitas, bilangan asam, viskositas dan kadar air terhadap biodiesel tersebut.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut. :

- a. Bagaimana pengaruh perbandingan molar minyak dan metanol pada pembuatan biodiesel ?
- b. Apakah biodiesel yang dihasilkan sesuai dengan SNI 04-7182-2015 ?

I.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. Untuk mengetahui pengaruh perbandingan molar minyak dan metanol pada pembuatan biodiesel.
- b. Untuk mengetahui biodiesel yang dihasilkan sesuai dengan SNI 04-7182-2015.

I.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini agar dapat mengembangkan energi alternatif (biodiesel) yang dapat menggantikan bahan bakar dari minyak bumi.

1.5 Batasan Masalah

- a. Penelitian ini hanya berfokus pada penelitian biodiesel dari minyak *pliek u* dengan menggunakan katalis CaO dari cangkang kerang darah yang kemudian dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam.
- b. Minyak *pliek u* diambil dari tempat pembuatan *pliek u* di Jangka, Bireuen.
- c. Perbandingan molar minyak dan metanol sebesar 1:4, 1:6 dan 1:8.
- d. Karakterisasi yang dilakukan meliputi uji viskositas, densitas, bilangan asam dan kadar air.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Kerang Darah

Anadara granosa atau sering dikenal kerang darah merupakan moluska kerang yang hidup di zona intertidal yang berlumpur dan berpasir, yang juga menjadi komoditas perdagangan dan sebagai sumber makanan. Adapun klasifikasi dari kerang darah sebagai berikut :

Kingdom : Animalia
Filum : Mollusca
Kelas : Bivalvia
Subkelas : Pteriomorpha
Order : Arcoida
Famili : Arcidae
Genus : *Anadara*
Spesies : *Anadara granosa*



Gambar II. 2 Kerang Darah (*Anadara granosa*)

Sumber : dokumentasi penelitian

Kerang darah memiliki ciri-ciri dua cangkang yang tebal, kedua sisinya sama panjang dan memiliki sekitar 20 rib. Cangkang berwarna putih dan ditutupi lapisan membran berwarna coklat kekuningan hingga coklat kehitaman dengan ukuran

kerang dewasa kurang lebih 6-9 cm (Arita dkk., 2014). *Anadara granosa* mempunyai kandungan senyawa kimia mineral seperti kalsium karbonat, kitin, kalsium fosfat dan kalsium hidrosiapatit. Selain kitin, cangkang kerang juga mengandung kalsium karbonat (CaCO_3) yang secara fisik memiliki pori-pori yang mampu mengadsorpsi ataupun menyerap zat lain melalui pori-pori pada permukaannya (Azzahro & Broto, 2021).

II.2 Minyak *Pliek U*

Cocos nucifera L atau kelapa merupakan tanaman asli perkebunan Indonesia. Sejak lama masyarakat Aceh telah mengolah buah kelapa menjadi produk yang menguntungkan. Minyak *pliek u* jarang digunakan oleh masyarakat luas sebagai minyak goreng, karena minyak *pliek u* memiliki kualitas yang kurang baik dan belum memenuhi syarat mutu minyak goreng. Minyak *pliek u* yang diperoleh ini adalah produk samping dari proses pembuatan *pliek u*. Minyak yang dihasilkan dari buah kelapa mengandung asam lemak kurang lebih 91% terdiri atas asam laurat, asam meristat, asam palmitat, asam stearat, asam kaproat, asam kaprat dan asam kaprilat (Faridah dkk., 2022). Beberapa faktor yang mempengaruhi kandungan asam lemak dalam minyak kelapa diantaranya umur, jenis dan habitat dari buah kelapa yang digunakan untuk membuat minyak. Penyimpanan dan proses pembuatan minyak kelapa juga dapat mempengaruhi tinggi rendahnya asam lemak (Al-Hamid dkk., 2020).

Ada tiga cara pengolahan minyak kelapa, cara mengolah minyak kelapa yang pertama yaitu dengan menggunakan air kelapa yang dimasak sampai menjadi minyak. Cara kedua adalah mengolah minyak kelapa dengan menggunakan daging kelapa yang diambil santannya kemudian memasaknya sampai menjadi minyak. Cara yang ketiga adalah dengan cara pembusukan daging kelapa (fermentasi), dimana daging kelapa yang sudah mengalami pembusukan secara alami akan diperas hingga mengeluarkan minyak kemudian daging yang sudah diperas tersebut dijemur, yang kemudian akan menjadi salah satu bahan untuk memasak sayuran khas Aceh yaitu "*Pliek U*" (Fuady & Wahyuni, 2015). Minyak *pliek u* merupakan minyak didapatkan dari proses

pengepresan daging kelapa yang telah difermentasi dan dikeringkan selama 3-4 hari (Erika & Arpi, 2014). Kandungan asam lemak pada minyak *pliek u* dapat dilihat pada tabel II.1 berikut ini :

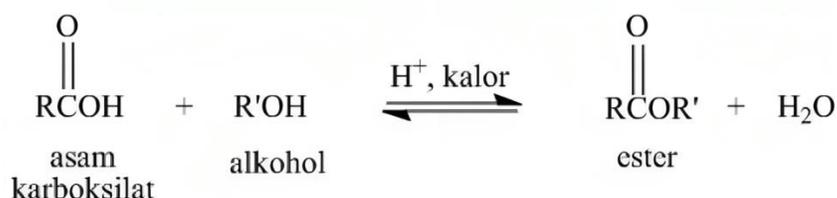
Tabel II. 1 Komposisi asam lemak pada minyak *pliek u*

Komposisi	Kandungan asam lemak (%)
Asam laurat	39,13
Asam miristat	13,78
Asam palmitat	6,60
Asam oleat	4,81
Asam stearate	3,90

Sumber : (Al-Hamid dkk., 2020)

II.3 Reaksi Dalam Pembuatan Biodiesel

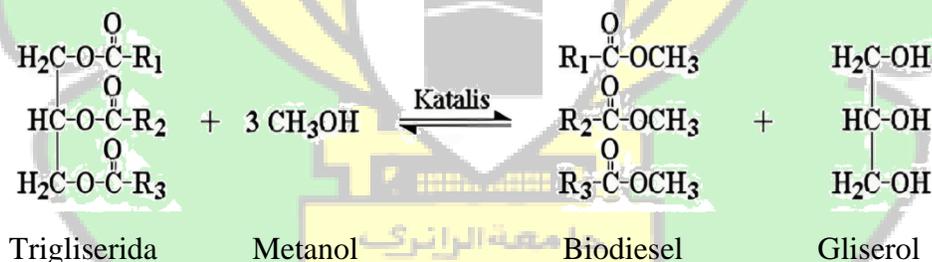
Sama seperti produksi biodiesel pada umumnya, proses produksi biodiesel dari minyak nabati juga dengan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi. Proses dimana asam lemak bebas diubah menjadi ester dikenal sebagai reaksi esterifikasi. Katalis yang cocok adalah senyawa yang bersifat asam, seperti asam sulfat, asam sulfonat, asam sulfonat organik, atau resin penukar kation yang bersifat asam kuat. Beberapa asam ini biasanya digunakan pada industri. Minyak dengan kadar FFA (*free fatty acid*) tinggi (memiliki angka asam lebih dari 5 mg-KOH/g) biasanya disterifikasi untuk menghasilkan biodiesel. Saat proses ini berakhir, asam lemak bebas akan diubah menjadi metil ester. Reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversibel yang mengubah asam lemak bebas (FFA) menjadi alkil ester dengan katalis asam (HCl atau H₂SO₄). Dalam situasi di mana konsentrasi asam lemak bebas tinggi, seperti pada minyak jelantah, proses esterifikasi dan transesterifikasi menggunakan katalis asam dapat memperoleh biodiesel yang hampir sempurna (Efendi dkk., 2012).



Gambar II. 3 Reaksi esterifikasi

Sumber : (Aziz dkk., 2012)

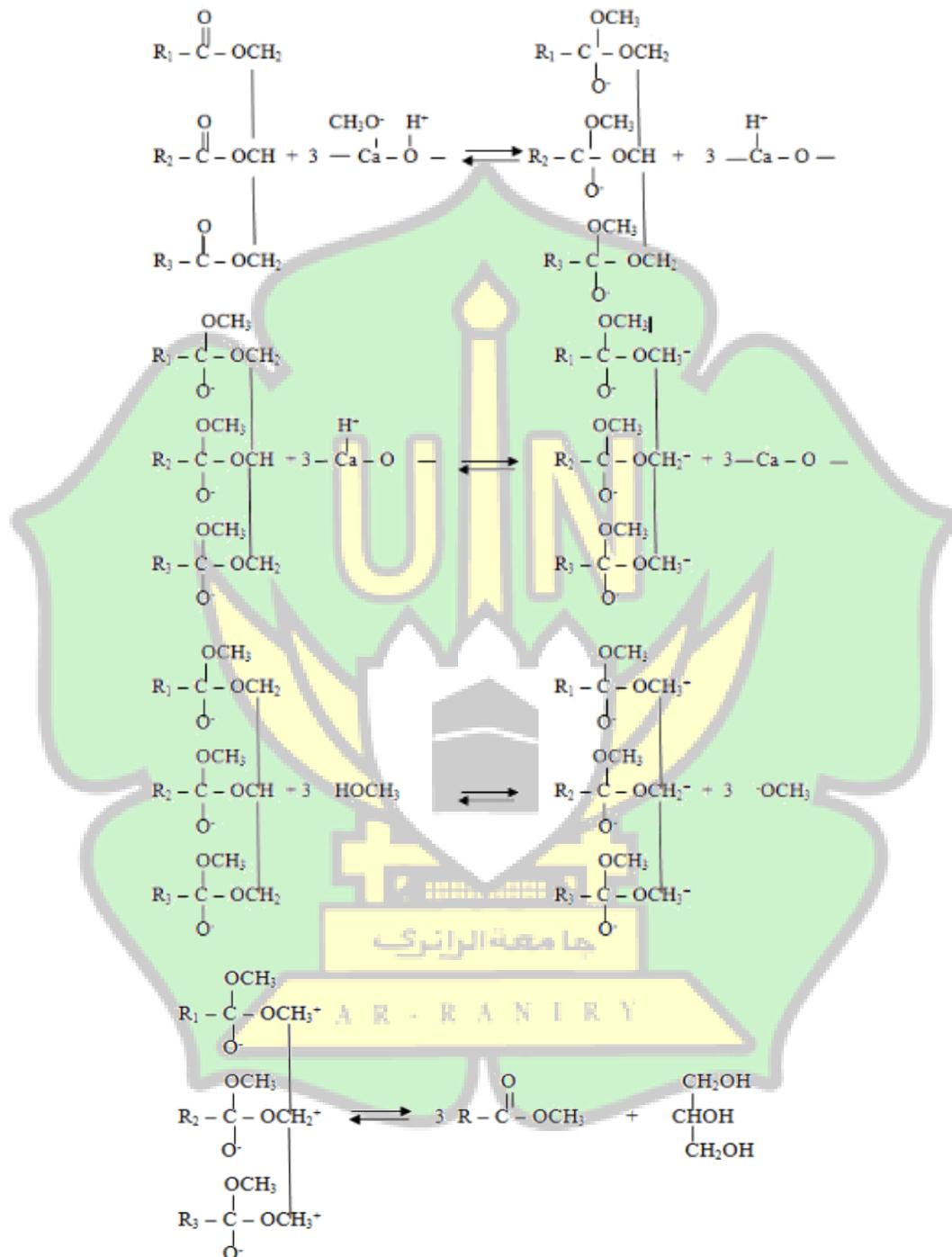
Reaksi transesterifikasi adalah pertukaran gugus R” pada ester dengan gugus R‘ pada alkohol. Penggunaan katalis asam atau basa terkadang memungkinkan reaksi ini dikatalisis. Selain itu, enzim (biokatalis) seperti lipase dan asam kuat dapat membantu reaksi ini terjadi. Asam kuat ini dapat mengkatalisis reaksi dengan cara mendonorkan proton pada gugus karbonil sehingga membuatnya menjadi elektrofil lebih kuat. Sedangkan basa mengkatalisis reaksi dengan mendonor proton dari alkohol maka membuatnya menjadi lebih nukleofilik. Sering kali terjadi reaksi penyabunan yang tidak diinginkan dalam reaksi transesterifikasi. Ini adalah akibat dari kadar asam lemak bebas yang tinggi dan kadar air yang tinggi pada minyak (Asthasari dkk., 2008).



Gambar II. 4 Reaksi transesterifikasi

Sumber : (Majid dkk., 2012)

Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa CaO adalah sebagai berikut :



Gambar II. 5 Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO

Sumber : (Said dkk., 2011)

II.4 Katalis

Dalam produksi biodiesel, reaksi transesterifikasi dapat terjadi baik dalam suasana asam ataupun basa dengan penambahan katalis. Akan tetapi, karena reaksinya lebih cepat dan reversibel, katalis basa lebih sering digunakan. Jika dilihat dari fasanya, katalis dapat bersifat homogen dan heterogen (Yunita & Darwis, 2019). Pada umumnya, katalis homogen yang dipakai dalam proses pembuatan biodiesel dengan transesterifikasi trigliserida dan metanol antara lain H_2SO_4 , HCl , $NaOH$ dan KOH . Katalis tersebut sulit untuk dipisahkan kembali, bersifat korosif, dapat merusak lingkungan dan menghasilkan limbah yang berbahaya (Sisca, 2018). Pada produksi biodiesel sering menggunakan katalis homogen $NaOH$ atau KOH , padahal katalis homogen tersebut memiliki kekurangan seperti akan terbentuk produk samping berupa sabun (Jaya dkk., 2021). Selain itu, adanya limbah alkali juga menjadi kesulitan untuk memisahkan produk biodiesel yang dibuat dengan katalis homogen, dan prosedur yang rumit yang membutuhkan banyak energi dan menghasilkan biaya yang lebih tinggi (Julianti dkk., 2014).

Penggunaan katalis heterogen lebih disukai karena dapat dipisahkan dengan mudah dari produk dan dapat digunakan kembali sehingga produksi biodiesel menjadi lebih hemat. Katalis heterogen yang dapat digunakan dalam produksi biodiesel adalah CaO (Yunita & Darwis, 2019). CaO adalah katalis dalam bentuk padat yang mudah dipisahkan selama proses pencucian karena harganya murah dan memiliki kelarutan yang rendah dalam metanol (Jaya dkk., 2021). Katalis CaO adalah katalis heterogen yang mempunyai aktivitas katalitik dan kebasahan yang cukup tinggi. Katalis CaO dapat diperoleh dari hasil kalsinasi $CaCO_3$ yang berasal dari limbah cangkang (Gani dkk., 2017).

II.5 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction (XRD) adalah analisis untuk mengidentifikasi bahan kristal dalam suatu material dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Prinsip kerja XRD yaitu mendifraksikan cahaya yang melalui celah kristal. Sinar-X merupakan foton berenergi tinggi yang mempunyai panjang gelombang dari

0.5 hingga $2,5\text{\AA}$. Jika sinar-X berinteraksi dengan suatu material, sebagian sinar diserap dan ditransmisikan, sementara sinar lainnya akan dihamburkan sehingga akan didifraksi. Hamburan yang mengalami difraksi akan dideteksi oleh XRD (Hakim dkk., 2019).

II.6 *Gas Chromatography – Mass Spectrophotometry (GC-MS)*

Kromatografi gas merupakan metode pemisahan untuk menganalisis senyawa yang mudah teruap. Metode kromatografi ini tidak dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa yang mudah terdegradasi oleh panas. *Mass Spectrophotometry* merupakan suatu teknik analisis instrumental berfungsi mengidentifikasi struktur komponen sampel dengan menampilkan massa relatif molekul dan massa relatif hasil pecahan molekul. *Gas Chromatography–Mass Spectrophotometry* merupakan gabungan metode antara GC dan MS. GC-MS memiliki prinsip kerja yaitu sampel berupa cairan diinjeksikan ke dalam injektor yang kemudian akan diuapkan. Sampel yang berbentuk uap akan dibawa oleh gas pembawa menuju kolom untuk proses pemisahan. Setelah terpisah, komponen tersebut akan melalui ruang pengion sehingga terjadi ionisasi. Fragmen ion yang diperoleh ini akan ditangkap oleh detektor dan dihasilkan spektrum massa. Metode GC-MS memiliki sensitivitas tinggi sehingga dapat memisahkan senyawa yang saling bercampur dan mampu menganalisis berbagai senyawa meskipun dalam kadar/konsentrasi yang rendah (Candraningrat dkk, 2021).

BAB III

METODE PENELITIAN

III.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada 19 Juni - 28 September di Laboratorium Multifungsi Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Dan Laboratorium lainnya (opsional).

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Alat

Alat - alat yang digunakan pada penelitian ini adalah XRD (X-ray diffraction), GC-MS Shimadzu-QP2010 ultra, labu leher tiga lengkap dengan kondensor, *hotplate*, *magnetic stirrer*, termometer, viskometer NDJ-8, piknometer, desikator, neraca analitik, kertas saring *whatmann* 42, mortar, oven, *furnace*, ayakan 100 mesh, corong pisah dan lain sebagainya.

III.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan untuk membuat biodiesel adalah minyak *pliek u* komersil (produk rumahan), cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) sebagai katalis CaO, Metanol (CH₃OH), Asam sulfat (H₂SO₄), Isopropil alkohol (C₈H₈O), Etanol (C₂H₅OH), Kalium kromat (KOH), Indikator *phenolphthalein* dan Akuades (H₂O).

III.3 Prosedur Penelitian

III.3.1 Preparasi Katalis CaO (Asyadiqi dkk., 2014)

Cangkang kerang darah dicuci sampai bersih kemudian dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 110 °C, setelah itu ditumbuk dengan mortar lalu dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam dan 5 jam. Setelah proses tersebut selesai, cangkang kerang tersebut didinginkan dalam desikator kemudian dilakukan pengayakan menggunakan ayakan lolos 100 mesh dan setelah itu disimpan kembali di dalam desikator. Kemudian katalis tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD dan akan digunakan pada proses sintesis biodiesel.

III.3.2 Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (FFA) Minyak *Pliet U* (Setiowati & Linggawati., 2014)

Minyak *pliet u* ditimbang sebanyak 20 g dan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian dimasukkan 50 mL isopropil alkohol hangat (50-60 °C) ke dalam erlenmeyer tersebut. Digojok campuran tersebut sampai homogen dan dimasukkan 2 sampai 3 tetes indikator *phenolphthalein* (pp). Kemudian dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai terjadi perubahan warna menjadi merah lembayung.

Kadar asam lemak bebas (FFA) pada minyak *pliet u* dihitung menggunakan persamaan berikut :

$$\text{FFA} = \frac{(\text{V KOH} \cdot \text{N KOH}) \text{BM Asam laurat}}{\text{Berat minyak pliet u (g)} \cdot 1000} \times 100\%$$

III.3.3 Proses Sintesis Biodiesel

III.3.3.1 Proses Esterifikasi (Suryandari dkk., 2021)

300 g minyak *pliet u* dimasukkan ke dalam labu alas bulat dan dipanaskan dengan menggunakan *hot plate* hingga suhu mencapai $\pm 60^\circ\text{C}$. Dimasukkan sebanyak 10% metanol dan sebanyak 0,5% H_2SO_4 pekat dari berat minyak. Kemudian campuran tersebut direfluks selama 2 jam sambil terus diaduk dengan *magnetic stirrer*. Setelah itu hasil esterifikasi dipisahkan menggunakan corong pisah selama 24 jam. Kemudian lapisan yang mengandung minyak dan alkil ester diambil untuk dihitung kadar FFA dan untuk digunakan pada proses transesterifikasi.

III.3.3.2 Proses Transesterifikasi (Gani dkk., 2017)

200 g minyak *pliet u* dimasukkan dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan kondensor refluks, kemudian ditambahkan metanol dengan rasio mol minyak *pliet u* : metanol sebesar 1:4, 1:6 dan 1:8. Setelah itu dimasukkan katalis CaO (3% dari berat minyak *pliet u*). Campuran tersebut direfluks dengan suhu 60°C selama 90 menit. Setelah itu, campuran tersebut dimasukkan dalam corong pisah dan diamkan sampai terbentuk 2 lapisan, dimana pada lapisan atas merupakan metil ester (biodiesel) dan gliserol. Pada lapisan bawah adalah katalis. Fasa bawah kemudian dipisahkan dari campuran dan fasa atas dicuci menggunakan akuades. Dalam

campuran ini akan terbentuk dua fasa kembali, fasa atas adalah metil ester dan fasa bawah adalah gliserol. Metil ester yang didapatkan disaring dan dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam sehingga mendapatkan metil ester murni (biodiesel).

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat produk (g)}}{\text{Berat bahan baku (g)}} \times 100\%$$

III.3.4 Identifikasi Menggunakan GC-MS (Majid dkk., 2012)

Hasil rendemen terbaik dari proses sintesis tersebut diidentifikasi dengan menggunakan GC-MS. Identifikasi dengan GC-MS menggunakan kolom kapiler Rtx-5MS dan gas helium sebagai fase gerak dengan kecepatan alir 1,20 mL/menit.

III.3.5 Karakterisasi Biodiesel yang Dihasilkan

Beberapa uji yang perlu dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari biodiesel yang didapatkan antara lain viskositas, bilangan asam, densitas dan kadar air.

III.3.5.1 Uji Angka Asam (Adhani dkk, 2016)

20 g sampel biodiesel dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan 50 mL etanol 95%. Kemudian panaskan sampai terbentuk larutan homogen dan tambahkan 3 tetes indikator *phenolphthalein*. Selanjutnya titrasi menggunakan KOH 0,1 N hingga terbentuk warna merah lembayung dan warna tidak hilang selama 30 detik. Dihitung bilangan asam dengan rumus :

$$\text{Bilangan asam} = \frac{\text{ml KOH} \times \text{N KOH} \times 56,1}{\text{Berat Sampel}}$$

III.3.5.2 Massa Jenis pada suhu 40°C (Rezeika dkk., 2018)

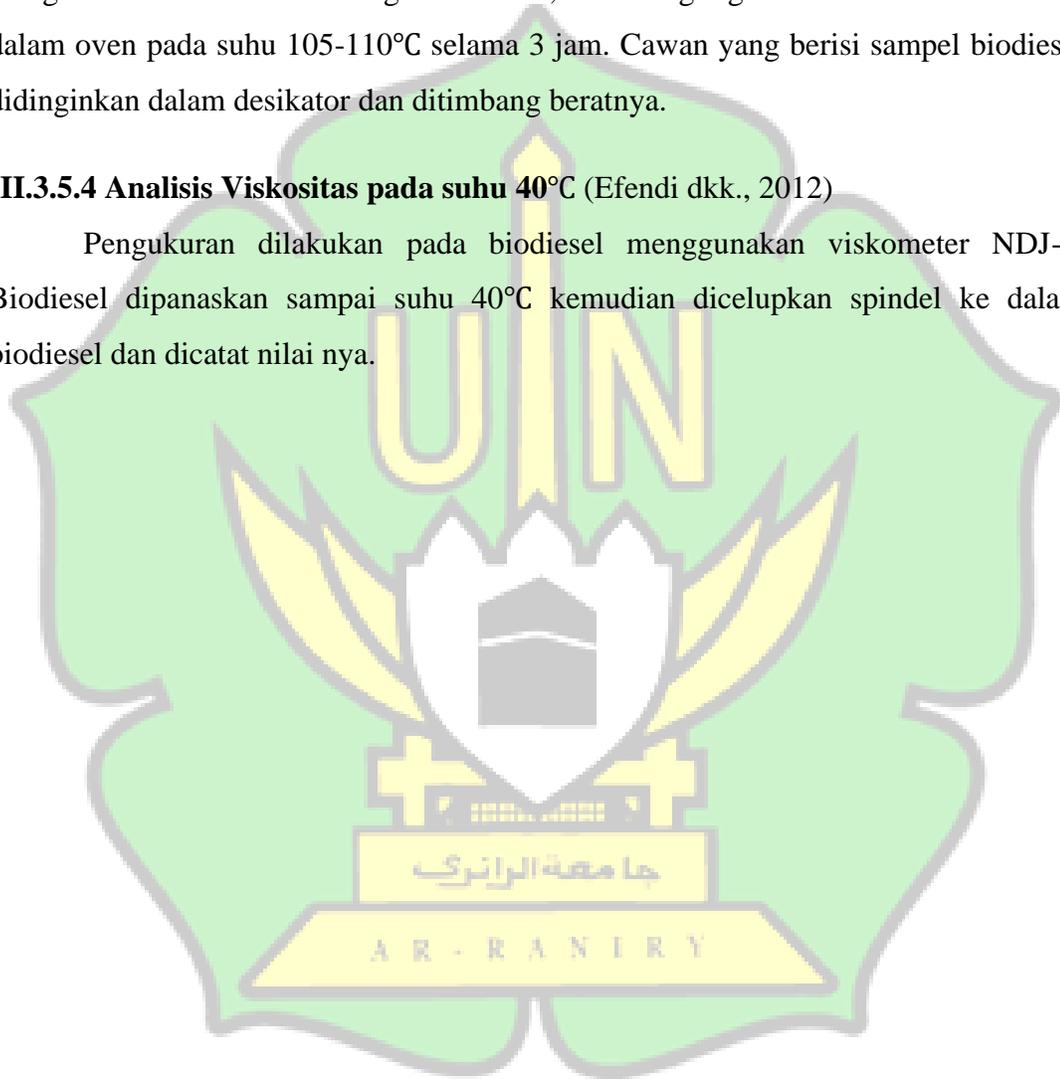
Penentuan massa jenis biodiesel pada suhu 40°C dapat diukur menggunakan piknometer. Piknometer kosong dibersihkan dan dikeringkan, kemudian ditimbang dengan neraca analitik. Diisi piknometer dengan akuades yang telah dipanaskan hingga suhu 40°C sampai penuh. Dikeringkan dinding luar piknometer kemudian ditimbang dan dicatat beratnya. Kemudian, dimasukkan biodiesel yang telah dipanaskan sampai suhu 40°C dan ditimbang serta dicatat beratnya.

III.3.5.3 Analisis Kadar Air (Adhani dkk, 2016)

Kadar air dapat ditentukan dengan memanaskan biodiesel dalam oven hingga suhu 105-110°C. Cawan dimasukkan dalam oven suhu 105-110°C selama 30 menit dan kemudian didinginkan dalam desikator. Setelah dingin, cawan ditimbang untuk mengetahui berat cawan kosong. Kemudian, ditimbang 5 g biodiesel dan dimasukkan dalam oven pada suhu 105-110°C selama 3 jam. Cawan yang berisi sampel biodiesel didinginkan dalam desikator dan ditimbang beratnya.

III.3.5.4 Analisis Viskositas pada suhu 40°C (Efendi dkk., 2012)

Pengukuran dilakukan pada biodiesel menggunakan viskometer NDJ-8. Biodiesel dipanaskan sampai suhu 40°C kemudian dicelupkan spindel ke dalam biodiesel dan dicatat nilai nya.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

IV.1 Data Hasil Pengamatan

IV.1.1 Hasil Uji Taksonomi Cangkang Kerang Darah

Berikut ini merupakan tabel hasil uji taksonomi pada cangkang kerang darah yang dilakukan pada Laboratorium Biologi Multifungsi UIN Ar-Raniry Banda Aceh, dapat dilihat pada tabel IV.1 :

Tabel IV. 1 Hasil klasifikasi cangkang kerang darah

Klasifikasi	Hasil
Kingdom	Animalia
Divisi	Molusca
Kelas	Bivalvia
Ordo	Arcida
Familia	Arcidae
Genus	<i>Anadara</i>
Spesies	<i>Anadara granosa</i>

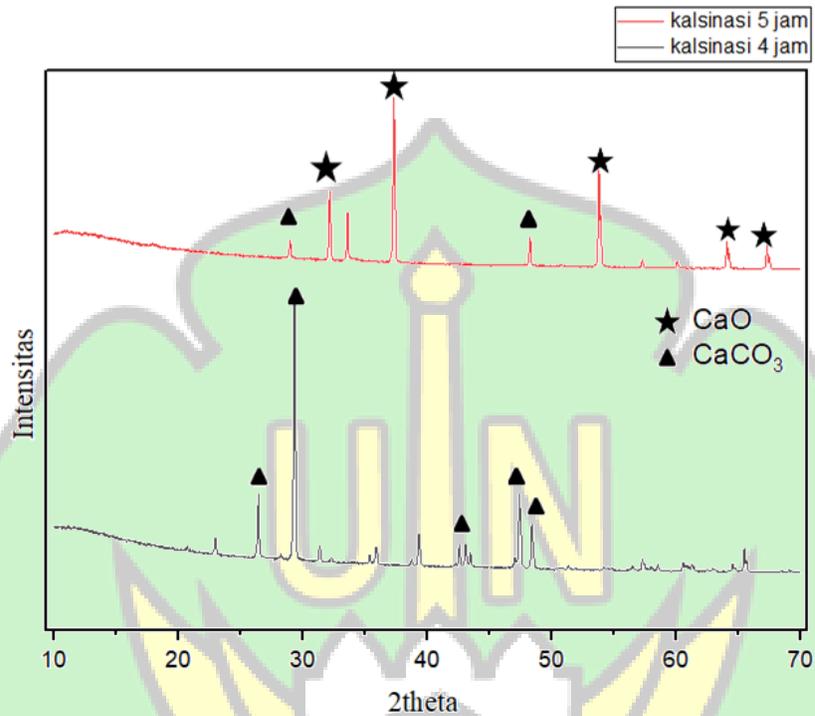
IV.1.2 Hasil Karakterisasi CaO dari Cangkang Kerang Darah

Berikut ini adalah katalis CaO yang didapatkan dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) :



Gambar IV. 1 Katalis CaO yang dihasilkan

Berikut hasil difraktogram XRD CaO pada sampel cangkang kerang darah yang telah dilakukan pada Laboratorium Pengujian Teknik Kimia Politeknik Lhokseumawe :



Gambar IV. 2 Pola difraksi sinar-X CaO dari cangkang kerang darah

Berdasarkan hasil analisis pola difraksi sinar-X dari cangkang kerang darah diatas, didapatkan hasil ukuran kristal CaO menggunakan persamaan *Scherrer* dapat dilihat pada tabel IV.2 berikut ini :

Tabel IV. 2 Hasil ukuran Kristal CaO menggunakan persamaan *Scherrer*

2θ (deg)	θ (rad)	FWMH (rad)	D (nm)
29,0021	14,50105	0,14350	0,9978
32,1968	16,0984	0,14820	0,9739
33,6222	16,8111	0,12960	1,1177
33,8488	16,9244	0,07520	1,9276
37,3451	18,6725	0,15860	0,9136

48,2876	18,6725	0,13800	1,1008
48,5754	24,1438	0,08800	1,7281
53,8410	26,9205	0,14540	1,0694
57,3293	28,6646	0,14230	1,1105
60,1298	30,0649	0,14710	1,0887
64,1351	32,0655	0,14710	1,1123
67,3530	33,6765	0,15040	1,1079
Rata-rata ukuran partikel (D)			1,1873

IV.1.3 Hasil Sintesis Biodiesel

Berikut adalah hasil sintesis biodiesel, dimana biodiesel yang dihasil berwarna kuning pudar,transparan dan sedikit encer.



Gambar IV. 3 Hasil sintesis biodiesel

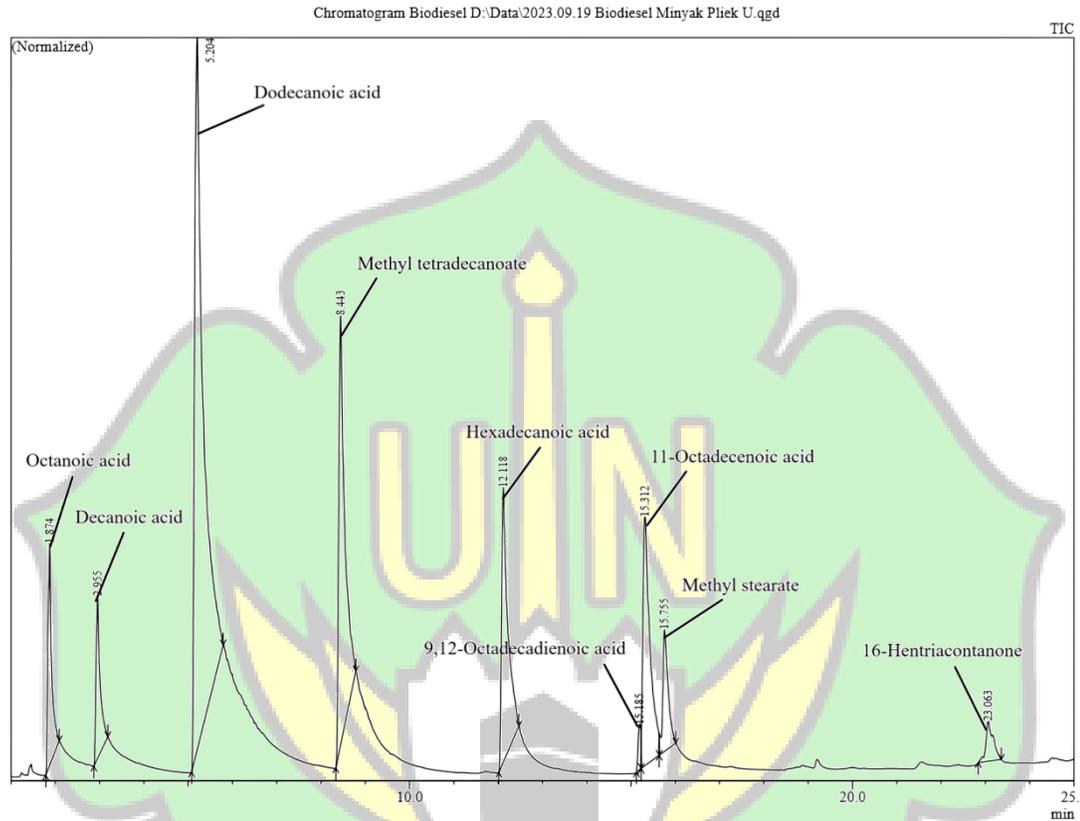
Berikut tabel data hasil sintesis biodiesel dari perbandingan 1:4, 1:6, dan 1:8 adalah sebagai berikut :

Tabel IV. 3 Hasil persentase rendemen biodiesel minyak *pliek u*

Rasio Molar	Berat Katalis (%)	Biodiesel (g)	Rendemen (%)
1:4	3	125,5514	62,77
1:6	3	138,9631	69,48
1:8	3	148,3279	74,16

IV.1.4 Hasil Identifikasi Biodiesel Menggunakan GC-MS

Hasil kromatogram identifikasi senyawa pada biodiesel dapat dilihat pada gambar IV.4 berikut :



Gambar IV. 4 Kromatogram biodiesel dari minyak *pliek u*

Hasil data identifikasi senyawa dari biodiesel dapat dilihat pada tabel IV.4 berikut :

Tabel IV. 4 Hasil analisis senyawa pada biodiesel dengan GC-MS

Peak	R.Time	Area %	Name
1	1.874	5.54	Octanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl octanoid
2	2.955	4.45	Decanoic acid, methyl ester (CAS) methyl caprate
3	5.204	42.32	Dodecanoic acid, methyl ester
4	8.443	17.29	Methyl tetradecanoate
5	12.118	11.51	Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS)
6	15.185	0.81	9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z) methyl ester

7	15.312	11.74	11-Octadecenoic acid, methyl ester
8	15.755	4.40	Methyl stearate
9	23.063	1.93	16-Hentriacontanone

IV.1.5 Hasil Karakterisasi Biodiesel Yang Dihasilkan

Berikut beberapa hasil uji karakteristik biodiesel yang merujuk pada SNI 04-7182-2015 tentang standar mutu biodiesel dengan uji viskositas, massa jenis, bilangan asam dan kadar air yang dapat dilihat pada tabel IV.5 berikut :

Tabel IV. 5 Hasil uji karakteristik biodiesel

Parameter uji	SNI 04-7182-2015	Biodiesel
Viskositas kinematik pada 40°C	2,3-6,0 mm ² /c (cSt)	2,80 cSt
Massa jenis pada 40°C	850-890 kg/m ³	885 kg/m ³
Bilangan asam	0,5 mg-KOH/g, maks	0,2522 mg-KOH/g
Kadar air	0,05%, maks	0,0118%

IV.2 Pembahasan

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif pengganti minyak bumi yang diolah dari minyak nabati ataupun hewani. Biodiesel termasuk kedalam golongan mono alkil ester atau metil ester yang memiliki rantai karbon panjang. Pada penelitian ini digunakan minyak *pliek u* sebagai bahan baku dalam pembuatan biodiesel dan juga menggunakan katalis CaO dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*). Langkah pertama yang dilakukan pada penelitian ini adalah uji taksonomi pada cangkang kerang darah yang akan digunakan sebagai katalis pada penelitian. Pengujian ini dilakukan untuk membuktikan bahwa klasifikasi cangkang kerang yang digunakan sesuai dengan yang diharapkan. Uji taksonomi ini dilakukan pada Laboratorium Biologi Multifungsi UIN Ar-Raniry Banda Aceh. Hasil pengujian dapat dilihat pada tabel IV.1 dimana hasil yang didapatkan benar bahwa cangkang kerang yang digunakan adalah cangkang kerang darah (*Anadara granosa*).

Tahap selanjutnya yaitu pembuatan katalis CaO dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*). Katalis CaO merupakan katalis heterogen yang bersifat basa dan memiliki aktivitas katalitik yang cukup tinggi. Cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) yang dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam menghasilkan cangkang kerang darah berwarna keabuan. Proses kalsinasi ini bertujuan untuk mengurangi CaCO₃ menjadi CaO. Reaksi yang terjadi pada proses kalsinasi adalah sebagai berikut :



Hasil dari proses kalsinasi tersebut kemudian dianalisis XRD di laboratorium Politeknik Negeri Lhokseumawe. Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi material kristal dari katalis CaO yang telah dibuat. Dari Gambar IV.2 dapat dilihat bahwa intensitas puncak pada sudut difraksi 23,0189; 29,3584; 48,4488 menunjukkan bahwa CaO belum terbentuk. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Mohadi dkk., (2016) yang menyatakan bahwa senyawa CaCO₃ terdapat pada difraksi sudut 29,1° dan 48,4°. Ini menunjukkan bahwa kalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam belum mampu merubah CaCO₃ menjadi CaO.

Dilakukan kalsinasi ulang pada suhu 900°C selama 5 jam menghasilkan cangkang kerang darah berwarna putih. Difraktogram katalis CaO dari cangkang kerang darah dapat dilihat pada Gambar IV.2 dimana kalsinasi pada suhu 900°C selama 5 jam mampu memunculkan puncak dari katalis CaO sudut difraksi $2\theta = 32,1968; 37,3228; 53,8410$ dan $64,1351$. Pada nilai difraksi tersebut menunjukkan bahwa senyawa CaO telah terbentuk, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Mohadi dkk., (2016) bahwa CaO terbentuk pada sudut difraksi $32,3^\circ$ dan $37,5^\circ$. Senyawa CaO terbentuk akibat dari dekomposisi CaCO₃ pada suhu yang relatif tinggi. Hasil dari pola difraksi cangkang kerang darah dicocokkan dengan pola difraksi CaO murni dari *Joint Committee On Powder Diffraction Standard (JCPDS)* sebagai pembanding, dapat dilihat pada tabel berikut ini :

Tabel IV. 6 Data JCPDS dan hasil kalsinasi cangkang kerang darah

Sampel	Kandungan	2θ (°)				
JCPDS data	CaO	32,2°	37,3°	58,3°	64,1°	67,3°
	CaCO ₃	29,4°	39,4°	43,2°	47,4°	48,5°
Cangkang kerang darah	CaO	32,19°	37,34°	-	64,13°	67,35°
	CaCO ₃	29,3°	39,36°	43,11°	47,4°	48,4°

Sumber : (Mohadi dkk., 2016)

Karakterisasi menggunakan XRD selain untuk mengetahui fasa kristal, dapat juga digunakan untuk menentukan ukuran kristal tersebut menggunakan persamaan *Scherrer*. Berdasarkan persamaan *Scherrer* diperoleh rata-rata ukuran kristal CaO dari cangkang kerang darah (*Anadara granosa*) sebesar 1,1873 nm.

Sebelum digunakan pada proses sintesis biodiesel, dilakukan dianalisis kadar asam lemak bebas (FFA) terlebih dahulu pada minyak *pliek u*. Penentuan kadar asam lemak bebas ini dengan metode titrasi menggunakan KOH dan indikator *phenolphthalein*. Berdasarkan hasil analisis kadar asam lemak bebas pada minyak *pliek u* sebesar 4,05 %. Persentase FFA ini termasuk tinggi sehingga belum sesuai untuk produksi biodiesel. Asam lemak bebas ini sangat berpengaruh pada proses pembuatan biodiesel karena minyak yang mengandung asam lemak bebas lebih (FFA) lebih dari 2% akan membentuk sabun yang dapat menyulitkan saat proses pemisahan biodiesel (Oko dkk., 2021). Maka perlu dilakukan reaksi dua tahap yaitu reaksi esterifikasi dan reaksi transesterifikasi. Reaksi esterifikasi adalah reaksi asam lemak bebas dengan alkohol menggunakan katalis asam sehingga membentuk ester. Reaksi esterifikasi ini berfungsi untuk menurunkan kadar asam lemak bebas sehingga metil ester yang dihasilkan akan meningkat.

Reaksi esterifikasi ini dilakukan dengan cara penambahan katalis asam sulfat (H₂SO₄) dan metanol. Asam sulfat berfungsi sebagai pendonor proton dan sebagai pengikat air karena reaksi esterifikasi adalah reaksi kesetimbangan yang dapat menghasilkan air. Sedangkan penambahan metanol berfungsi sebagai pereaktan karena metanol adalah jenis alkohol berantai pendek yang bersifat polar sehingga dapat beraksi lebih cepat dengan asam lemak dan juga dapat melarutkan katalis basa maupun asam. Hasil dari esterifikasi selanjutnya dianalisis kembali kadar asam

lemak bebas (FFA). Berdasarkan hasil analisis maka diperoleh kadar asam lemak bebas setelah proses esterifikasi sebesar 0,3%. Kemudian hasil dari reaksi esterifikasi ini akan digunakan pada proses transesterifikasi.

Sintesis biodiesel dari minyak *pliek u* ini dilakukan dengan mereaksikan minyak *pliek u* hasil dari proses esterifikasi dan metanol dengan bantuan katalis CaO. Reaksi transesterifikasi ini dilakukan dengan perbandingan minyak dan metanol 1:4, 1:6 dan 1:8. Dari proses transesterifikasi tersebut diperoleh rendemen metil ester berturut-turut sebesar 62,77%, 69,48% dan 74,16%. Faktor-faktor yang mempengaruhi proses pembuatan biodiesel yaitu pengaruh suhu, katalis yang digunakan, waktu reaksi dan perbandingan molar sampel dengan alkohol. Perbandingan molar sampel dengan alkohol ini sangat berpengaruh, karena setiap 1 mol trigliserida jumlah alkohol yang dibutuhkan untuk reaksi adalah 3 mol untuk memperoleh 3 mol asam lemak ester dan 1 mol gliserol (Sisca, 2018). Penambahan alkohol berlebih menyebabkan kesetimbangan reaksi transesterifikasi akan berjalan ke arah produk sehingga mempengaruhi nilai rendemen biodiesel yang dihasilkan.

Nilai rendemen terbaik akan diidentifikasi kandungan senyawa kimia dengan menggunakan GC-MS. Dimana biodiesel yang telah diperoleh akan diuapkan dan dibawa oleh fasa gerak melalui kolom untuk proses pemisahan. Tahap pemisahan dilakukan menggunakan kolom kapiler Rtx-5MS dengan dengan fase gerak berupa gas helium. Setelah terpisah komponen tersebut akan terionisasi. Fragmen ion yang dihasilkan akan ditangkap oleh detektor dan dihasilkan spektrum massa. Hasil dari identifikasi biodiesel dengan GC-MS terdapat 9 puncak kromatogram dan 8 kromatogram merupakan senyawa dari asam lemak. Hasil identifikasi tersebut dilihat pada tabel IV.4. Dimana setiap senyawa memiliki perbedaan waktu retensi yang disebabkan oleh perbedaan titik didih dari senyawa tersebut sehingga berpengaruh pada % area yang diperoleh. Senyawa yang terkandung pada biodiesel dari minyak *pliek u* adalah senyawa *octanoid acid, methyl ester* atau metil kaprilat, senyawa *decanoic acid, methyl ester* atau asam kaprat. *dodecanoid acid, methyl ester* atau asam laurat, *methyl tetradecanoate* atau asam miristat, *hexadecanoic acid, methyl ester* atau metil palmitat, *9,12-octadecenoid acid, methyl ester* atau metil linoleat, 11-

octadecenoic acid, methyl ester dan *methyl stearate* atau asam stearat. Dari data tersebut menunjukkan bahwa hasil sintesis biodiesel dari minyak *pliek u* memiliki kandungan senyawa metil ester. Senyawa tersebut merupakan asam lemak yang terdapat pada minyak pliek u. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Al-Hamid dkk., (2020) yang menyatakan bahwa pada minyak kelapa hasil fermentasi terdapat senyawa asam lemak jenuh dan tak jenuh yaitu metil laurat, metil oleat, metil palmitat, metil miristat dan juga metil stearat.

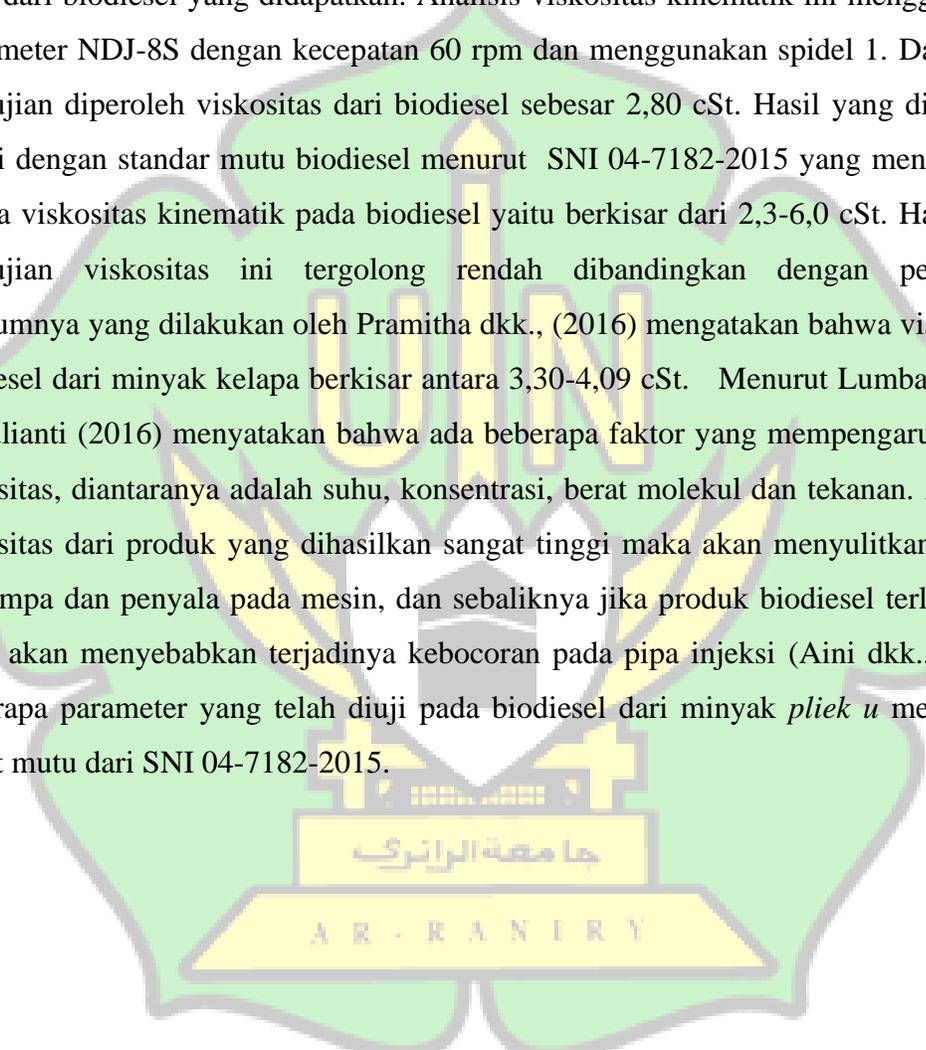
Tahap selanjutnya yaitu dilakukan beberapa pengujian pada biodiesel seperti uji bilangan asam, massa jenis, kadar air dan viskositas. Bilangan asam merupakan parameter penting dalam penentuan kualitas minyak. Bilangan asam ini menunjukkan banyaknya kadar asam lemak bebas dalam minyak yang dinyatakan dengan miligram basa per 1 gram minyak. Bilangan asam yang besar menunjukkan asam lemak bebas yang besar pula. Bilangan asam yang besar ini dipengaruhi oleh hidrolisa minyak ataupun karena proses pengolahan yang kurang baik. Hasil analisis bilangan asam dari biodiesel yaitu sebesar 0,2522 mg-KOH/g. Hasil analisis bilangan asam ini sesuai dengan SNI 04-7182-2015 yang menyatakan bahwa bilangan asam pada biodiesel maksimal sebesar 0,5 mg-KOH/g.

Kemudian dilakukan pengujian massa jenis pada biodiesel tersebut dimana diperoleh massa jenis sebesar 0,885 g/mL atau 885 kg/m³. Hasil analisis ini sesuai dengan SNI 04-7182-2015 yang menyatakan bahwa massa jenis dari biodiesel berkisar antara 850-890 kg/m³. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Pramitha dkk., (2016) menyatakan bahwa massa jenis biodiesel dari minyak kelapa berkisar antara 0,86-0,87 g/mL. Menurut Silaban & Makalalag (2020) menyatakan bahwa nilai massa jenis pada biodiesel menunjukkan nilai kalor dan daya yang dihasilkan oleh mesin diesel massa jenis yang rendah akan menghasilkan nilai kalor yang tinggi. Massa jenis biodiesel yang melebihi standar mutu akan menyebabkan reaksi pembakaran tidak sempurna sehingga dapat meningkatkan emisi dan membuat mesin diesel cepat rusak.

Selanjutnya dilakukan pengujian kadar air, dari pengujian kadar air diperoleh sebesar 0,0118%, hasil analisis kadar air ini masih memenuhi standar mutu biodiesel

pada SNI 04-7182-2015 dimana batas maksimum kadar air yang terkandung pada biodiesel sebesar 0,05%. Kadar air yang tinggi pada biodiesel dapat menyebabkan turunnya panas pada saat pembakaran dan dapat menyebabkan korosi.

Uji viskositas dilakukan untuk mengetahui kekentalan dari biodiesel yang telah dihasilkan. Viskositas termasuk salah satu parameter penting dalam penentuan mutu dari biodiesel yang didapatkan. Analisis viskositas kinematik ini menggunakan viscometer NDJ-8S dengan kecepatan 60 rpm dan menggunakan spindel 1. Dari hasil pengujian diperoleh viskositas dari biodiesel sebesar 2,80 cSt. Hasil yang diperoleh sesuai dengan standar mutu biodiesel menurut SNI 04-7182-2015 yang menyatakan bahwa viskositas kinematik pada biodiesel yaitu berkisar dari 2,3-6,0 cSt. Hasil dari pengujian viskositas ini tergolong rendah dibandingkan dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Pramitha dkk., (2016) mengatakan bahwa viskositas biodiesel dari minyak kelapa berkisar antara 3,30-4,09 cSt. Menurut Lumbantoruan & Yulianti (2016) menyatakan bahwa ada beberapa faktor yang mempengaruhi nilai viskositas, diantaranya adalah suhu, konsentrasi, berat molekul dan tekanan. Apabila viskositas dari produk yang dihasilkan sangat tinggi maka akan menyulitkan aliran, pemompa dan penyala pada mesin, dan sebaliknya jika produk biodiesel terlalu cair maka akan menyebabkan terjadinya kebocoran pada pipa injeksi (Aini dkk., 2020). Beberapa parameter yang telah diuji pada biodiesel dari minyak *pliek u* memenuhi syarat mutu dari SNI 04-7182-2015.



BAB V

PENUTUP

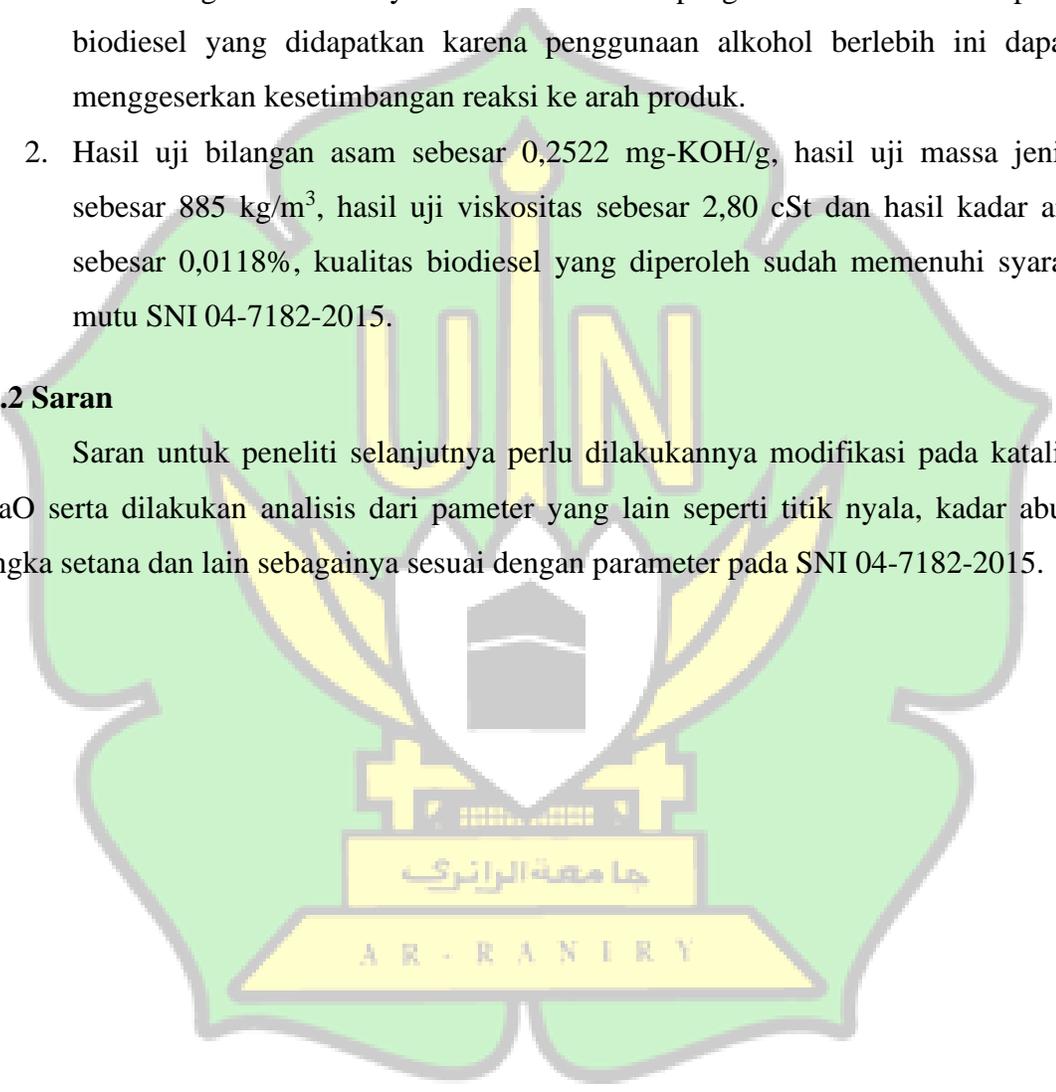
V.1 Kesimpulan

Berdasarkan dari data penelitian yang didapatkan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Perbandingan molar minyak dan metanol mempengaruhi nilai rendemen pada biodiesel yang didapatkan karena penggunaan alkohol berlebih ini dapat menggeserkan kesetimbangan reaksi ke arah produk.
2. Hasil uji bilangan asam sebesar 0,2522 mg-KOH/g, hasil uji massa jenis sebesar 885 kg/m³, hasil uji viskositas sebesar 2,80 cSt dan hasil kadar air sebesar 0,0118%, kualitas biodiesel yang diperoleh sudah memenuhi syarat mutu SNI 04-7182-2015.

V.2 Saran

Saran untuk peneliti selanjutnya perlu dilakukannya modifikasi pada katalis CaO serta dilakukan analisis dari parameter yang lain seperti titik nyala, kadar abu, angka setana dan lain sebagainya sesuai dengan parameter pada SNI 04-7182-2015.



DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, L. Aziz, I. Nurbayti, S. & Oktaviana, C. . (2016). Pembuatan Biodiesel Dengan Cara Adsorpsi Kulit Pisang Kepok Dan Transesterifikasi Dari Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(1), 71–80.
- Aini, Z., Yahdi, Y., & Sulistiyana, S. (2020). Kualitas Biodiesel Dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Cangkang Telur Ayam Ras Dengan Perlakuan Suhu Yang Berbeda. *Spin Jurnal Kimia & Pendidikan Kimia*, 2(2), 98–115.
- Al-Hamid, F., Leiwakabessy, J., & Bandjar, A. (2020). Analisis Komposisi Asam Lemak Pada Minyak Kelapa Fermentasi Dan Minyak Kelapa Tradisional. *Molucca Journal of Chemistry Education (MJoCE)*, 2(1), 24–31.
- Arita, S. Dkk. (2014). *Pembuatan Katalis Heterogen Dari Cangkang Kerang Darah (Anadara Granosa) dan Diaplikasikan Pada Reaksi Transesterifikasi Dari Crude Palm Oil* (pp. 31–37).
- Asthasari, R., Teknologi, D., Pertanian, I., & Pertanian, F. T. (2008). Kajian Proses Pembuatan Biodiesel Dari Minyak. *Jurnal Chemtech Teknik Kimia Universitas Serang Jaya*, 2(1), 1–6.
- Asyadiqi, Z., Nurhayati, & Muhdarina. (2014). Sintesis Biodisel Menggunakan Katalis CaO. *Jom Fmipa*, 1(2), 370–377.
- Aziz, I., Nurbayti, S., & Ulum, B. (2012). Pembuatan produk biodiesel dari Minyak Goreng Bekas dengan Cara Esterifikasi dan Transesterifikasi. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(3), 443–448.
- Azzahro, U. L., & Broto, W. (2021). Pemanfaatan Limbah Cangkang Kerang Dara Sebagai Katalis CAO pada Pembuatan Biodiesel Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Sosial Teknologi*, 1(6), 499–507.
- Devita, L. (2015). Biodiesel Sebagai Bioenergi Alternatif Dan Prospektif. *Agrica Ekstensia*, 9(2), 23–26.

- Candraningrat, I. D. A. A., Santika, A. A. G. J., Dharmayanti, I. A. M. S., & Prayascita, P. W. (2021). Review Kemampuan Metode Gc-MS Dalam Identifikasi Flunitrazepam Terkait Dengan Aspek Forensik Dan Klinik. *Jurnal Kimia*, 15(1), 12.
- Efendi, R., Aulia, H., Faiz, N., & Firdaus, E. R. (2012). Pembuatan Biodiesel Minyak Jelantah Menggunakan Metode Esterifikasi-Transesterifikasi Berdasarkan Jumlah Pemakaian Minyak Jelantah Biodiesel. *Industrial Research*, 7182, 2,4.
- Erika, C., & Arpi, N. (2014). Pemanfaatan Ragi Tapai dan Getah Buah Pepaya pada Ekstraksi Minyak Kelapa secara Fermentasi. *Jurnal Teknologi Dan Industri Pertanian Indonesia*, 06(01), 1–6.
- Fajri, R., Wahyuningsih, P., & Fajar, B. Al. (2022). Pengolahan Minyak Pliek Ue Menjadi Minyak Goreng Sehat Melalui Penerapan Teknik Filtrasi Dan Adsorbansi Karbon Aktif Sebagai Produk Usaha Industri Rumah Tangga Bagi Masyarakat. *Jurnal Pengabdian Masyarakat*, 5(10), 3695–3700.
- Faridah, F., Yuniati, Y., Sari, R., Fitri, G., & Facraniah, F. (2022). Pengaruh Persen Berat Bunga Telang Kering Dan Waktu Adsorpsi Terhadap Karakteristik Mutu Minyak Pliek U. *Proceeding Seminar Nasional Politeknik Negeri Lhokseumawe*, 6(1), 212–216.
- Fuady, Z., & Wahyuni, S. (2015). Upaya Peningkatan Kualitas Usaha Minyak Kelapa (Pliek U) Dengan Pemanfaatan Teknologi Arang Aktif Tempurung Kelapa Di Desa Jangka Alue U Kecamatan Jangka Kabupaten Bireuen. ISBN: 978-602-17129-5-5, c.
- Gani R, S. A., Raya, I., & Zakir, M. (2017). Modifikasi Katalis CaO Untuk Produksi Biodiesel Dari Minyak Bekas. *Indo. J. Chem. Res.*, 5(1), 47–52.
- Hakim, L., Dirgantara, M., & Nawir, M. (2019). Karakterisasi Struktur Material Pasir Bongkahan Galian Golongan C Dengan Menggunakan X-Ray Difrraction (X-

- RD) Di Kota Palangkaraya. *Jurnal Jejaring Matematika Dan Sains*, 1(1), 44–51.
- Handayani, L., Zuhrayani, R., Putri, N., & Nanda, R. (2020). Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Nilai Rendemen CaO Cangkang Tiram (*Crassostrea Gigas*). *Jurnal TILAPIA*, 1(1), 1–6.
- Haryanto, A., Silviana, U., Triyono, S., & Prabawa, S. (2015). Produksi Biodiesel Dari Transesterifikasi Minyak Jelantah Dengan Bantuan Gelombang Mikro: Pengaruh Intensitas Daya Dan Waktu Reaksi Terhadap Rendemen Dan Karakteristik Biodiesel. *Jurnal Agritech*, 35(02), 234. <https://doi.org/10.22146/agritech.13792>
- Husna, A., Azhari, A., Hakim, L., Ginting, Z., & Dewi, R. (2021). Pemanfaatan Minyak Nabati (Jarak Pagar Dan Jarak Keyar) Sebagai Bahan Baku Biodiesel. *Chemical Engineering Journal Storage (CEJS)*, 1(2), 81.
- Jaya, D., Widayati, T. W., Salsabiela, H., & Majid, M. F. A. (2021). Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis Heterogen. *Jurnal Eksegi*, 19(1), 29–34.
- Julianti, N. K., Wardani, T. K., & Gunardi, I. (2014). *CaO;MgO;γ-Al2O3 catalyst for biodiesel.pdf*. 3(2), 143–148.
- Linggawati, A. (2016). Preparation and Characterization of Calcium Oxide Heterogeneous Catalyst Derived from Anadara Granosa Shell for Biodiesel Synthesis. *KnE Engineering*, 1(2015), 1–8.
- Lumbantoruan, P., & Yulianti, E. (2016). Pengaruh Suhu terhadap Viskositas Minyak Pelumas (Oli). *Jurnal Sainmatika*, 13(2), 26–34.
- Majid, A. A., Prasetyo, D., & Danarto, Y. C. (2012). Pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dengan menggunakan iradiasi gelombang mikro. *Symposium Nasional RAPI XI FT UMS-*, 15–21.
- Marume, A. E. M. S. (2021). *the Performance of High Resolution Neutron Powder*

Diffractomete.

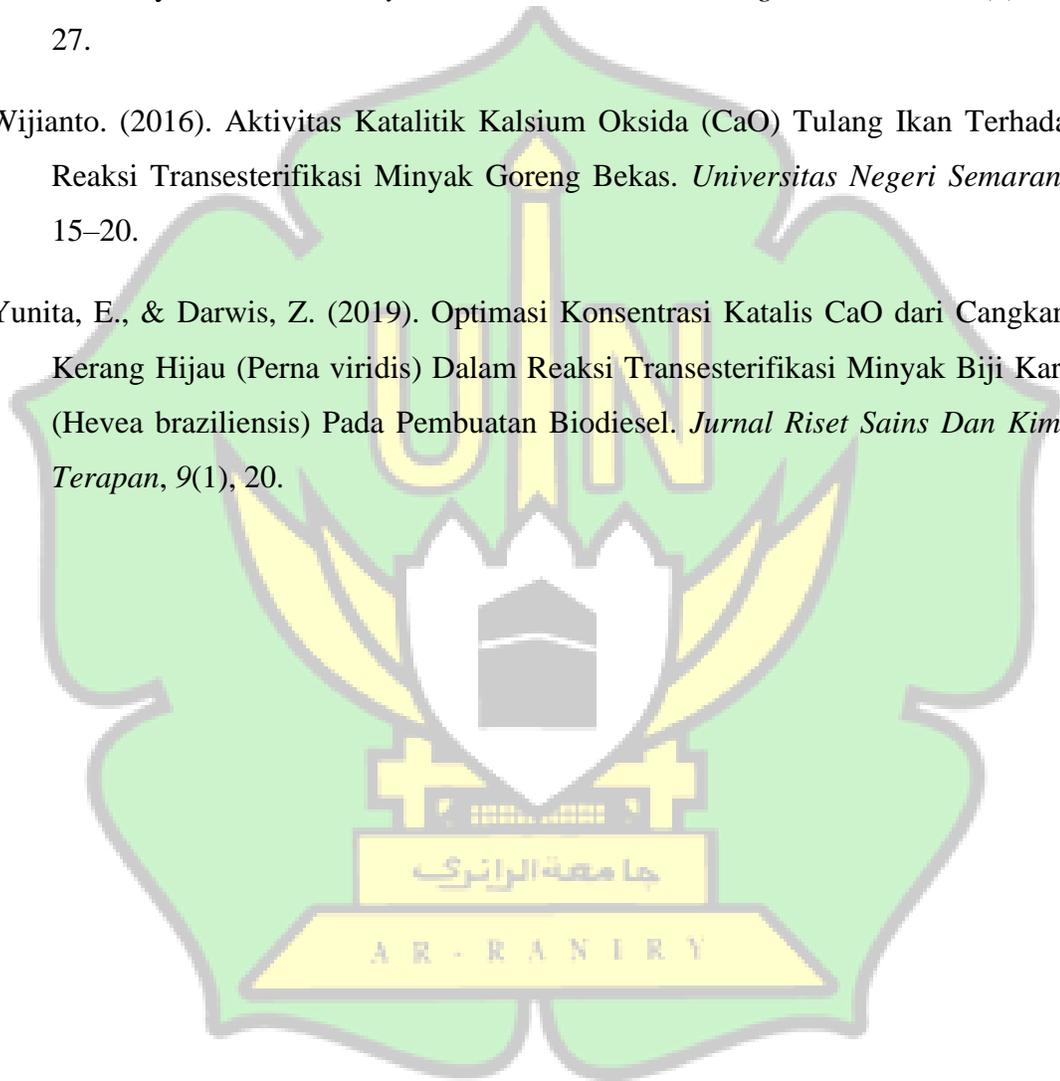
- Mohadi, R., Anggraini, K., Riyanti, F., & Lesbani, A. (2016). Preparation Calcium Oxide From Chicken Eggshells. *Sriwijaya Journal of Environment*, 1(2), 32–35.
- Mukminin, A., Sarungu', S., & Andrianti, I. (2019). Pengaruh Suhu Kalsinasi Dalam Pembentukan Katalis Padat CaO Dari Cangkrang Keong Mas (*Pomacea canaliculata* L). *Petrogas*, 1(1), 13–21.
- Oko, S., Mustafa, M., Kurniawan, A., & Putri, K. N. E. (2021). Sintesis Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Katalis NaOH/CaO/C dari Cangkrang Telur. *Jurnal Riset Teknologi Industri*, 15(2), 147. <https://doi.org/10.26578/jrti.v15i2.6835>
- Pramitha, R. I., Haryanto, A., & ... (2016). Pengaruh Perbandingan Molar Dan Durasi Reaksi Terhadap Rendemen Biodiesel Dari Minyak Kelapa (Coconut Oil) Effect Of Molar And Comparative Duration Reaction To Rendemen From Coconut Oil Biodiesel (Coconut Oil). *Jurnal Teknik Pertanian Lampung*, 5(3), 157–166.
- Rezeika, S. H., Ulfin, I., & Ni'mah, Y. L. (2018). Sintesis Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Katalis NaOH dengan Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi dan Uji Performanya dengan Mesin Diesel. *Akta Kimia Indonesia*, 3(2), 175.
- Said, M., Kimia, J. T., Teknik, F., Sriwijaya, U., Ilir, O., & Selatan, S. (2011). *KM-5 Katalis Basa Heterogen Campuran CaO & SrO PADA*. 26–27.
- Setiowati, R., Linggawati, A.(2014). Produksi Biodiesel Dari Minyak Goreng Bekas Menggunakan Katalis Cao Cangkrang Kerang Darah Kalsinasi 900 °C. *Jom Fmipa*, 1(2), 383.
- Silaban, D. P., & Makalalag, A. K. (2020). Produksi Dan Karakterisasi Biodiesel Berbahan Baku Minyak Jelantah. *Jurnal Penelitian Teknologi Industri*, 12(1), 31–40.
- Sisca, V. (2018). Aplikasi Katalis Padat Dalam Produksi Biodiesel Application Solid

Catalyst in Biodiesel Production. *Jurnal Zarah*, 6(1), 30–38.

Suryandari, A. S., Ardiansyah, Z. R., Nurmala, V., Putri, A., Arfiansyah, I., Mustain, A., Dewajani, H., & Mufid. (2021). Sintesis Biodiesel melalui Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas Berbasis Katalis Heterogen CaO dari Limbah Cangkang Telur Ayam. *Jurnal Rekayasa Bahan Alam Dan Energi Terbarukan*, 5(1), 22–27.

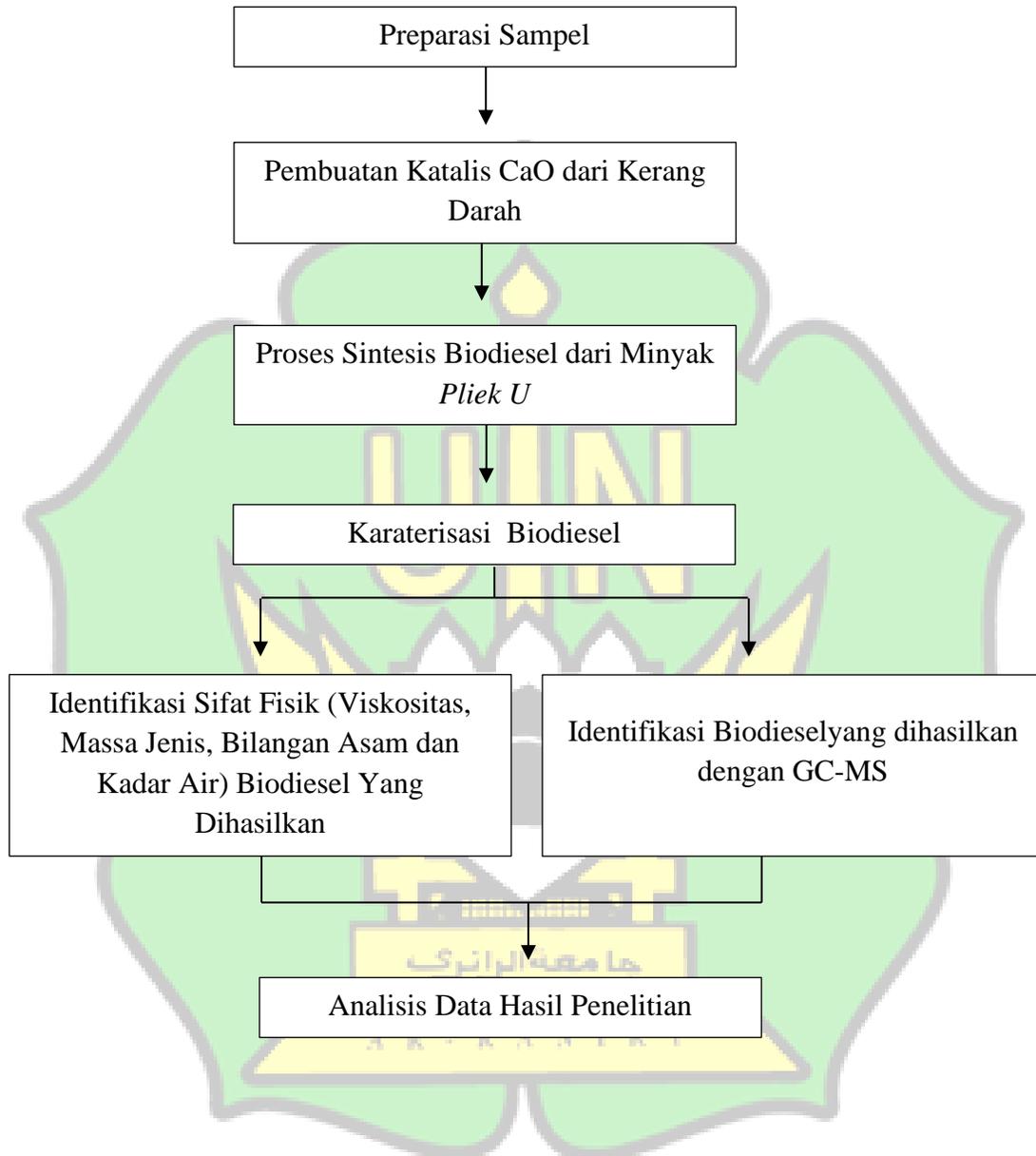
Wijianto. (2016). Aktivitas Katalitik Kalsium Oksida (CaO) Tulang Ikan Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas. *Universitas Negeri Semarang*, 15–20.

Yunita, E., & Darwis, Z. (2019). Optimasi Konsentrasi Katalis CaO dari Cangkang Kerang Hijau (*Perna viridis*) Dalam Reaksi Transesterifikasi Minyak Biji Karet (*Hevea braziliensis*) Pada Pembuatan Biodiesel. *Jurnal Riset Sains Dan Kimia Terapan*, 9(1), 20.



LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian



Lampiran 2. Diagram Alir Skema Penelitian

2.1. Preparasi Katalis CaO

Cangkang Kerang Darah

- Dicuci bersih cangkang kerang darah
- Dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 110°C
- Ditumbuk cangkang kerang darah
- Dikalsinasi pada suhu 900°C selama 4 jam dan 5 jam
- Didinginkan cangkang kerang darah dan diayak dengan ayakan 100 mesh
- Dikarakterisasi katalis tersebut menggunakan XRD

Hasil

2.2. Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas Minyak *Pliet U*

Minyak *Pliet U*

- Ditimbang 20 g minyak *pliet u* dalam Erlenmeyer 250 mL
- Ditambahkan 50 mL isopropil alkohol
- Ditambahkan 2-3 tetes indikator *phenolphthalein* (pp)
- Dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai terjadi perubahan warna
- Dihitung kadar asam lemak bebas

Hasil

2.3. Proses Sintesis Biodiesel

2.3.1 Proses Esterifikasi

Minyak *Pliek U*

- Dimasukkan minyak *pliek u* ke dalam labu alas bulat dan dipanaskan menggunakan *hot plate* hingga suhu mencapai 60°C
- Ditambahkan sebanyak 10% metanol dan sebanyak 0,5% H₂SO₄ pekat dari berat minyak direfluks selama 2 jam sambil terus diaduk
- Dipisahkan hasil esterifikasi menggunakan corong pisah selama 24 jam
- Diambil lapisan yang mengandung minyak dan alkil ester untuk dihitung kadar FFA dan untuk digunakan pada proses transesterifikasi

Hasil

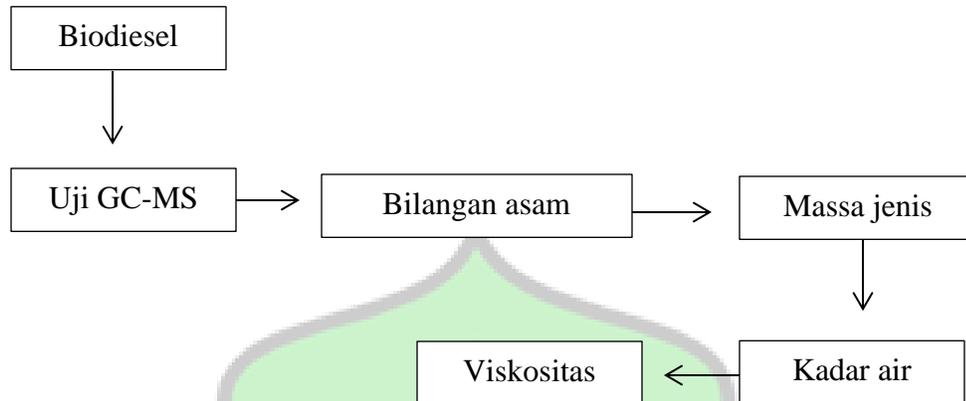
2.3.2 Proses Transesterifikasi

Larutan hasil esterifikasi

- Dimasukkan minyak *pliek u* labu alas bulat
- Ditambahkan metanol dengan rasio mol minyak dan metanol 1:4, 1:6, 1:8
- Dimasukkan katalis CaO 3% (b/b) dan direfluks dengan suhu 60°C selama 90 menit
- Kemudian dimasukkan campuran ke dalam corong pisah dan didiamkan sampai terbentuk lapisan
- Dipisahkan metil ester (fasa atas) dari fasa bawah (gliserol dan katalis)
- Dicuci metil ester (biodiesel) dengan aquades dan dipisahkan
- Disaring dan dipanaskan untuk memperoleh metil ester yang murni

Hasil

2.4 Karakterisasi Biodiesel



Lampiran 3. Perhitungan

1. Ukuran partikel CaO

a. Peak 1

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14350 \cos 14,50105} \\ &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14350 \times 0,9681} \\ &= \frac{0,1386}{0,1389} \\ &= 0,9978 \text{ nm} \end{aligned}$$

b. Peak 2

$$\begin{aligned} D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\ &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14820 \cos 16,0984} \\ &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14820 \times 0,9607} \\ &= \frac{0,1386}{0,1423} \\ &= 0,9739 \text{ nm} \end{aligned}$$

c. Peak 3

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,12960 \cos 16,8111} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,12960 \times 0,9572} \\
 &= \frac{0,1386}{0,1240} \\
 &= 1,1177 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

d. Peak 4

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,07520 \cos 16,9244} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,07520 \times 0,9566} \\
 &= \frac{0,1386}{0,0719} \\
 &= 1,9276 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

e. Peak 5

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,15860 \cos 18,6725} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,15860 \times 0,9566} \\
 &= \frac{0,1386}{0,1517} \\
 &= 0,9136 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

f. Peak 6

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,13800 \cos 24,1438} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,13800 \times 0,9125}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{0,1386}{0,1259} \\
 &= 1,1008 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

g. Peak 7

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,08800 \times 0,9114} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,08800 \times 0,9114} \\
 &= \frac{0,1386}{0,0802} \\
 &= 1,7281 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

h. Peak 8

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14540 \cos 26,9205} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14540 \times 0,8916} \\
 &= \frac{0,1386}{0,1296} \\
 &= 1,0694 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

i. Peak 9

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14230 \cos 28,6646} \\
 &= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14230 \times 0,8774} \\
 &= \frac{0,1386}{0,1248} \\
 &= 1,1105 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

j. Peak 10

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14710 \cos 30,0649}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14710 \times 0,8654}$$

$$= \frac{0,1386}{0,1273}$$

$$= 1,0887 \text{ nm}$$

k. Peak 11

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14710 \cos 32,06755}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,14710 \times 0,8474}$$

$$= \frac{0,1386}{0,1246}$$

$$= 1,1123 \text{ nm}$$

l. Peak 12

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,15040 \cos 33,6765}$$

$$= \frac{0,9 \times 0,15406}{0,15040 \times 0,8321}$$

$$= \frac{0,1386}{0,1251}$$

$$= 1,1079 \text{ nm}$$

2. Perhitungan rasio mol minyak *pliek u* dan metanol

a. Rasio mol 1:4

$$\text{Mol minyak} = \frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}}$$

$$= \frac{200 \text{ g}}{200,32 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,998 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 4 \times \text{mol minyak}$$

$$= 4 \times 0,998 \text{ mol}$$

$$= 3,992 \text{ mol}$$

$$\text{Massa metanol} = \text{mol metanol} \times \text{BM methanol}$$

$$= 3,992 \text{ mol} \times 32,04 \text{ g/mol}$$

$$= 127,90 \text{ g}$$

$$v \text{ metanol} = \frac{m}{\rho}$$

$$= \frac{127,90 \text{ g}}{0,7918 \text{ g/mL}}$$

$$= 161,53 \text{ mL}$$

b. Rasio mol 1:6

$$\text{Mol minyak} = \frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}}$$

$$= \frac{200 \text{ g}}{200,32 \text{ g/mol}}$$

$$= 0,998 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 6 \times \text{mol minyak}$$

$$= 6 \times 0,998 \text{ mol}$$

$$= 5,988 \text{ mol}$$

$$\text{Massa metanol} = \text{mol metanol} \times \text{BM methanol}$$

$$= 5,988 \text{ mol} \times 32,04 \text{ g/mol}$$

$$= 191,855 \text{ g}$$

$$v \text{ metanol} = \frac{m}{\rho}$$

$$= \frac{191,855 \text{ g}}{0,7918 \text{ g/mL}}$$

$$= 242,30 \text{ mL}$$

c. Rasio mol 1:8

$$\begin{aligned}\text{Mol minyak} &= \frac{\text{massa minyak}}{\text{BM minyak}} \\ &= \frac{200 \text{ g}}{200,32 \text{ g/mol}} \\ &= 0,998 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Mol metanol} &= 8 \times \text{mol minyak} \\ &= 8 \times 0,998 \text{ mol} \\ &= 7,984 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa metanol} &= \text{mol metanol} \times \text{BM methanol} \\ &= 7,984 \text{ mol} \times 32,04 \text{ g/mol} \\ &= 255,80 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}v \text{ metanol} &= \frac{m}{\rho} \\ &= \frac{255,80 \text{ g}}{0,7918 \text{ g/mL}} \\ &= 323,06 \text{ mL}\end{aligned}$$

3. Kadar FFA *Minyak Pliek U*

$$\begin{aligned}\text{FFA} &= \frac{(\text{V KOH.N KOH})\text{BM Asam laurat}}{\text{Berat minyak pliek u (g)} \cdot 1000} \times 100\% \\ &= \frac{(40,6 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N}) 200,32 \text{ g/mol}}{20,0470 \text{ g} \cdot 1000} \times 100\% \\ &= \frac{813,2992}{20047} \times 100\% \\ &= 0,0405 \times 100\% \\ &= 4,05 \%\end{aligned}$$

4. Kadar FFA *Minyak Pliek U* setelah proses esterifikasi

$$\begin{aligned}\text{FFA} &= \frac{(\text{V KOH.N KOH})\text{BM Asam laurat}}{\text{Berat minyak pliek u (g)} \cdot 1000} \times 100\% \\ &= \frac{(3 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N}) 200,32 \text{ g/mol}}{20,0035 \text{ g} \cdot 1000} \times 100\% \\ &= \frac{60,096}{20003,5} \times 100\%\end{aligned}$$

$$= 0,003 \times 100\%$$

$$= 0,3\%$$

5. Perhitungan rendemen biodiesel

a. Perbandingan 1:4

$$\text{Berat biodiesel} = 125,5514 \text{ g}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{berat biodiesel}}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

$$= \frac{125,5514 \text{ g}}{200 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 0,6277 \times 100\%$$

$$= 62,77\%$$

b. Perbandingan 1:6

$$\text{Berat biodiesel} = 138,9631 \text{ g}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{berat biodiesel}}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

$$= \frac{138,9631 \text{ g}}{200 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 0,6948 \times 100\%$$

$$= 69,48\%$$

c. Perbandingan 1:8

$$\text{Berat biodiesel} = 148,3279 \text{ g}$$

$$\% \text{ rendemen} = \frac{\text{berat biodiesel}}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

$$= \frac{148,3279 \text{ g}}{200 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 0,7416 \times 100\%$$

$$= 74,16\%$$

6. Bilangan asam biodiesel

$$\text{Bilangan asam} = \frac{\text{ml KOH} \times \text{N KOH} \times 56,1}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,9 \text{ mL} \times 0,1 \text{ N} \times 56,1 \text{ g/mol}}{20,0170 \text{ g}}$$

$$= 0,2522 \text{ mg-KOH/g}$$

7. Massa jenis biodiesel pada suhu 40°C

$$\rho = \frac{\text{massa piknometer dan sampel} - \text{massa piknometer kosong}}{\text{volume piknometer}}$$

$$= \frac{75,0221 \text{ g} - 30,7514 \text{ g}}{50 \text{ mL}}$$

$$= \frac{44,2707 \text{ g}}{50 \text{ mL}}$$

$$= 0,885 \text{ g/mL}$$

8. Konversi satuan massa jenis g/ml ke kg/m³

$$1 \text{ g/ml} = \frac{1}{1000} : \frac{1}{1000000} \text{ kg/m}^3$$

$$= \frac{1000000}{1000} \text{ kg/m}^3$$

$$= 1000 \text{ kg/m}^3$$

$$0,885 \text{ g/ml} = \frac{0,885}{1000} : \frac{1}{1000000} \text{ kg/m}^3$$

$$= \frac{0,885 \times 1000000}{1000} \text{ kg/m}^3$$

$$= 885 \text{ kg/m}^3$$

9. Kadar air biodiesel

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{berat sampel} - (\text{berat cawan dan sampel} - \text{berat cawan kosong})}{\text{berat sampel}} \times 100\%$$

$$= \frac{5,0433 \text{ g} - (35,6095 \text{ g} - 30,5668 \text{ g})}{5,0433 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= \frac{5,0433 \text{ g} - (5,0427 \text{ g})}{5,0433 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,0006 \text{ g}}{5,0433 \text{ g}} \times 100\%$$

$$= 0,000118 \times 100\%$$

$$= 0,0118 \%$$

Lampiran 4. Foto Dokumentasi Penelitian

4.1 Proses Preparasi Katalis CaO Dari Cangkang Kerang Darah



Gambar 4.1 Proses pembuatan katalis CaO

Sumber : Dokumentasi Penelitian



Gambar 4.2 Katalis CaO yang didapatkan

Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.2 Minyak *Pliek U* Yang Digunakan



Gambar 4.3 Minyak *pliek u* produk rumahan

Sumber : dokumentasi Penelitian

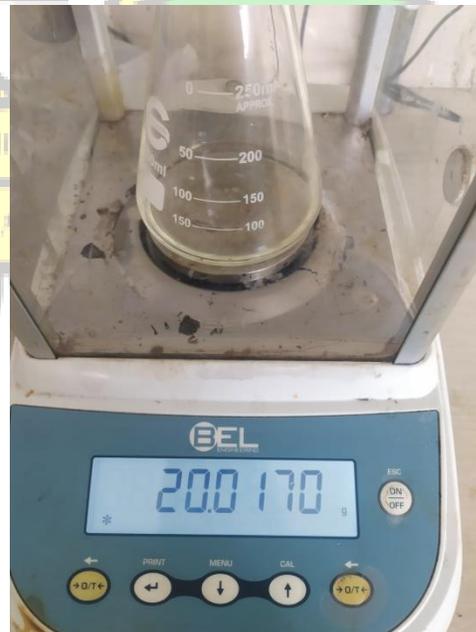
4.3 Pengecekan FFA Minyak *Pliek U*



Gambar 4.4 Kadar FFA Sebelum Esterifikasi

Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.4 Pengecekan FFA Setelah Proses Esterifikasi





Gambar 4.5 Kadar FFA Setelah Esterifikasi
Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.5 Proses Pembuatan Biodiesel





Gambar 4.6 Proses pembuatan biodiesel

Sumber : Dokumentasi Penelitian



Gambar 4.7 Proses pemanasan biodiesel

Sumber : Dokumentasi Penelitian



Gambar 4.8 Biodiesel yang dihasilkan

Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.6 Karakterisasi Biodiesel

4.6.1 Uji Massa Jenis Suhu 40°C



Gambar 4.9 Uji Massa Jenis Biodiesel

Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.6.2 Uji Bilangan Asam



Gambar 4.10 Uji Bilangan Asam Biodiesel

Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.6.3 Uji Viskositas Pada Suhu 40°C



Gambar 4.11 Uji Viskositas Biodiesel

Sumber : Dokumentasi Penelitian

4.6.4 Uji Kadar Air



Gambar 4.12 Uji Kadar Air

Sumber : Dokumentasi Penelitian

Lampiran 5. Standar Mutu Biodiesel

© BSN 2015

1 dari 88

SNI 7182:2015

3.4

biodiesel

bahan bakar nabati yang berupa ester metil dari asam-asam lemak (*fatty acid methyl ester*, FAME)

3.5

gliserol bebas

gliserol yang terdapat dalam percontoh (sampel) dalam keadaan tidak terikat dengan molekul lainnya

3.6

gliserol terikat

gliserol dalam bentuk mono-, di-, dan tri-gliserida di dalam percontoh

3.7

gliserol total

jumlah gliserol bebas dan terikat di dalam percontoh

3.8

kestabilan oksidasi

ketahanan biodiesel untuk tidak mengalami degradasi akibat oksidasi (oksidasi oleh oksigen udara/atmosfir) dalam jangka waktu tertentu

CATATAN Manifestasi degradasi bisa berupa pembentukan asam mudah menguap, asam yang larut di dalam biodiesel dan endapan yang muncul atau terbentuk ketika biodiesel dicampur dengan minyak diesel fosil.

4 Syarat mutu

Rincian syarat mutu biodiesel tertera pada Tabel 1 berikut ini.

Tabel 1 - Syarat mutu biodiesel

No	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
1	Massa jenis pada 40 °C	kg/m ³	850 – 890
2	Viskositas kinematik pada 40 °C	mm ² /s, (cSt)	2,3 – 6,0
3	Angka setana	min	51
4	Titik nyala (mangkok tertutup)	°C, min	100
5	Titik kabut	°C, maks	18
6	Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50 °C)		nomor 1
7	Residu karbon - dalam percontoh asli; atau - dalam 10% ampas distilasi	%-massa, maks	0,05 0,3
8	Air dan sedimen	%-volume, maks	0,05
9	Temperatur distilasi 90%	°C, maks	360
10	Abu tersulfatkan	%-massa, maks	0,02
11	Belerang	mg/kg, maks	50
12	Fosfor	mg/kg, maks	4
13	Angka asam	mg-KOH/g, maks	0,5
14	Gliserol bebas	%-massa, maks	0,02
15	Gliserol total	%-massa, maks	0,24

© BSN 2015

2 dari 88

جامعة الزاوية

SNI 7182:2015

Tabel 1 - Syarat mutu biodiesel (lanjutan)

No	Parameter uji	Satuan, min/maks	Persyaratan
16	Kadar ester metil	%-massa, min	96,5
17	Angka iodium	%-massa (g-I ₂ /100 g), maks	115
18	Kestabilan oksidasi Periode induksi metode rancimat atau Periode induksi metode petro oksidasi	menit	480 36
19	Monogliserida	%-massa, maks	0,8

5 Metode uji

Metode uji mutu biodiesel tertera pada Tabel 2 berikut ini.

Tabel 2 - Metode uji mutu biodiesel

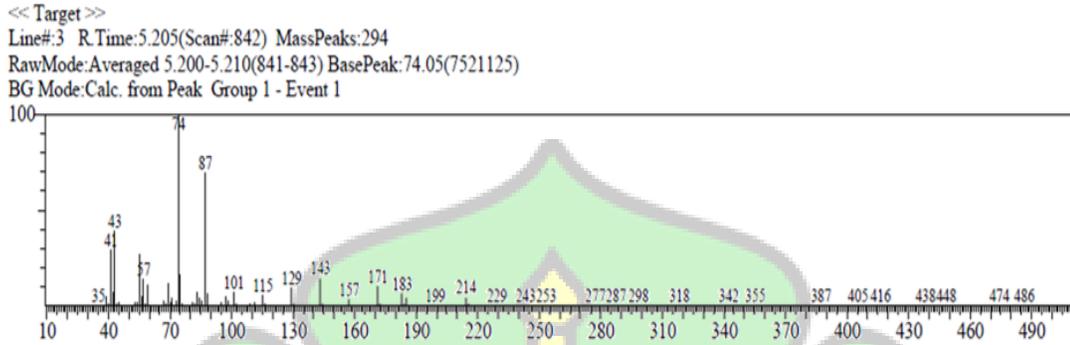
No	Parameter	Metode uji
1	Massa jenis pada 40 °C	lihat 9.1

Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat untuk Komite Teknis 27-04 Bioenergi dan tidak untuk di komersialkan.

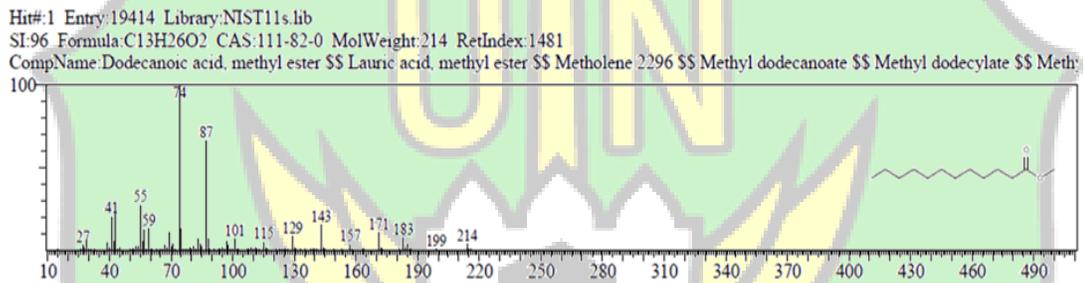
Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional. Copy standar ini dibuat

Lampiran 6. Hasil Identifikasi Senyawa Metil Ester

6.1 Data Spektrum Massa Senyawa Dodecanoic Acid, Methyl Ester (*Lauric Acid*)

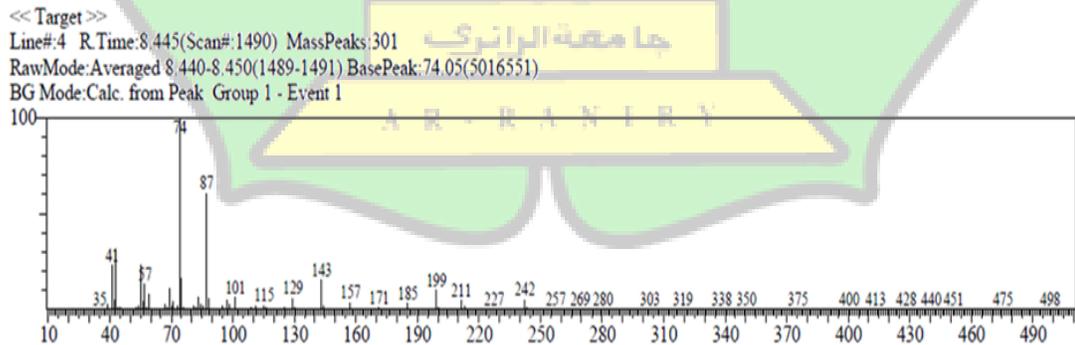


Gambar 6.1 Spektrum massa asam laurat pada biodiesel minyak *pliek u*



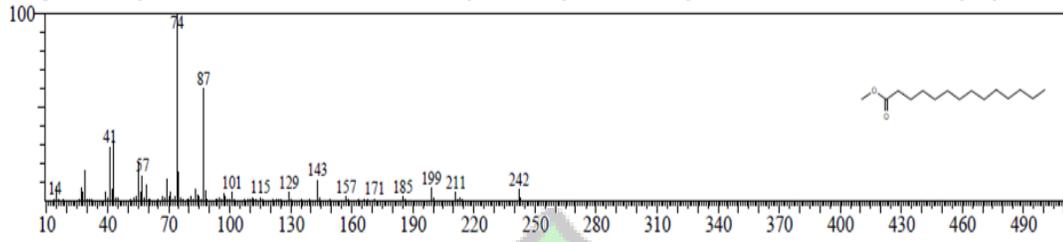
Gambar 6.2 Spektrum massa asam laurat data lybrary

6.2 Data Spektrum Massa Senyawa Methyl Tetradecanoate (*Myristic Acid*)



Gambar 6.3 Spektrum massa asam miristat pada biodiesel minyak *pliek u*

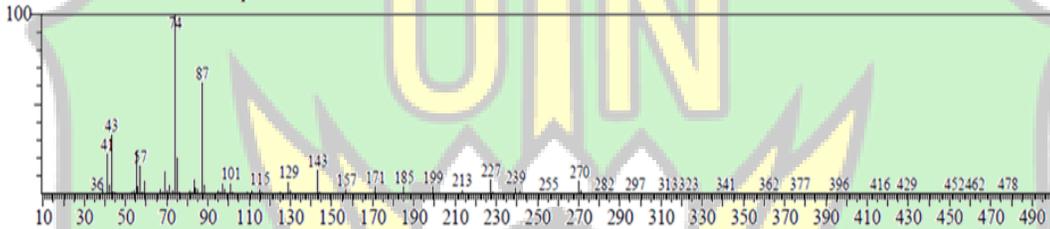
Hit#:1 Entry:22190 Library:NIST11s.lib
 SI:97 Formula:C15H30O2 CAS:124-10-7 MolWeight:242 RefIndex:1680
 CompName:Methyl tetradecanoate \$\$ Tetradecanoic acid, methyl ester \$\$ Myristic acid, methyl ester \$\$ Metholeneat 2495 \$\$ Methyl myristate \$\$



Gambar 6.4 Spektrum massa asam miristat data library

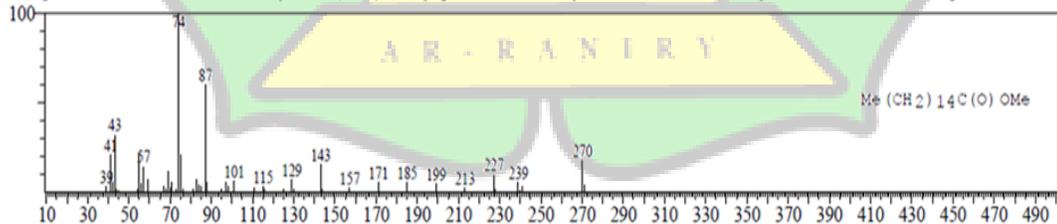
6.3 Data Spektrum Massa Senyawa Hexadecanoid acid, Methyl Ester (Methyl Palmitat)

<< Target >>
 Line#:5 R.Time:12.115(Scan#:2224) MassPeaks:332
 RawMode:Averaged 12.110-12.120(2223-2225) BasePeak:74.05(3032580)
 BG Mode:Calc. from Peak Group 1 - Event 1



Gambar 6.5 Spektrum massa asam palmitat pada biodiesel minyak *pliek u*

Hit#:1 Entry:180435 Library:WILEY7.LIB
 SI:97 Formula:C17H34O2 CAS:112-39-0 MolWeight:270 RefIndex:0
 CompName:Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS) Methyl palmitate \$\$ Methyl hexadecanoate \$\$ Methyl n-hexadecanoate \$\$ Uniphat A60 \$\$ M



Gambar 6.6 Spektrum massa asam palmitat data library

Lampiran 7. Taksonomi Cangkang Kerang Darah



**KEMENTERIAN AGAMA REPUBLIK INDONESIA
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI AR-RANIRY Banda Aceh
LABORATORIUM FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI**

Jalan Syekh Abdur Rauf Kopeima Darussalam Banda Aceh
Telepon : 0651-7551 423/Fax: 0651-7553020 Email : laboratorium.fst@ar-raniry.ac.id

LAPORAN HASIL UJI

Nomor : B-69 /Un.08/FST-Lab/KP.07.6/9/2023

Nama pengguna layanan : **Alfizatunnisa**
NIM : **190704010**
Instansi : Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry
No. Telpn : 082160762001
Tanggal diterima : 08 September 2023
Tanggal pengujian : 11 – 14 September 2023
Nama sampel : Hewan (Animalia)
Spesifikasi sampel : Spesimen kering
Parameter uji : Identifikasi (Klasifikasi)
Metode uji : Membandingkan spesimen/gambar

Informasi Hasil Pengujian Sampel :

No	Kode Sampel	Bagian Sampel	Asal Sampel	Hasil Identifikasi
1	-	Cangkang	Aue Naga, Banda Aceh	<i>Anadara granosa</i> (Linnaeus, 1758)

Telah dilakukan identifikasi dengan hasil klasifikasi taksonomi adalah sebagai berikut:

Kingdom : Animalia
Divisi : Molusca
Kelas : Bivalvia
Orde : Arcida
Familia : Arcidae
Genus : *Anadara*
Spesies : *Anadara granosa* (Linnaeus, 1758)

Demikian untuk diketahui dan digunakan sebagaimana mestinya

Banda Aceh, 14 September 2023
Kepala Laboratorium FST



Haci Karniawan

AR-RANIRY

RIWAYAT HIDUP PENULIS

Data Pribadi

Nama : Alfizatunnisa
NIM : 190704010
Tempat/Tanggal Lahir : Bireuen, 20 Desember 2000
Jenis Kelamin : Perempuan
Kewarganegaraan : Indonesia
Agama : Islam
Pekerjaan : Mahasiswi
Nomor Hp : 085361225875
Email : 190704010@student.ar-raniry.ac.id
Alamat : Desa Gelanggang Tengoh, Kec. Kota Juang, Kab.
Bireuen



Riwayat Pendidikan

1. TK Pembina (2006-2007)
2. MIN Bireuen (2007-2013)
3. MTsN Matangglumpang Dua (2013-2016)
4. SMA Negeri 1 Bireuen (2016-2019)
5. Universitas Islam Negeri Ar-Raniry (2019-2023)