

**STUDI PENGARUH BERAT KATALIS KITOSAN  
DAN WAKTU REAKSI PADA PROSES TRANSESTERIFIKASI  
MINYAK JELANTAH**

**SKRIPSI**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai  
gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Ilmu Kimia  
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Jogjakarta**



disusun oleh :

**NURDIANTI AWALIYAH  
No. Mhs : 03612021**

**JURUSAN ILMU KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
JOGJAKARTA  
2011**

**STUDI PENGARUH BERAT KATALIS KITOSAN  
DAN WAKTU REAKSI PADA PROSES TRANSESTERIFIKASI  
MINYAK JELANTAH**

oleh :

**NURDIANTI AWALIYAH**  
**No. Mhs : 03612021**

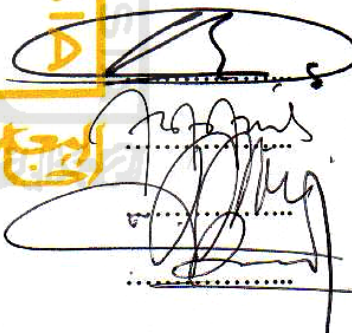
Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi  
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 12 Januari 2011

Dewan Penguji

1. Riyanto, M.Si, Ph.D
2. Dr. Is Fatimah, M.Si
3. Dwiarso Rubiyanto, M.Si
4. Tatang Shabur Julianto, M.Si

Tanda tangan



Mengetahui,  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia



Yandi Syukri, M.Si, Apt

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Kuhatur do'a dan cinta kepada-NYA  
DIA yang telah menciptakan  
DIA yang telah memberi akal dan kesehatan  
DIA yang telah menjadikan setiap hamba-NYA sebagai ilmu bagi hamba-NYA  
yang lain

Shalawat serta salam kepada Nabi Muhammad SAW sebagai suri tauladan dalam  
pendidikan

Yang amat terkasih, Emak dan Bapak yang tak pernah berhenti memberikan  
kepercayaan dan dukungannya, yang tak pernah putus mendo'akan dan  
memotivasi, terimakasih, takkan sanggup ananda membalas semua

Adekku tersayang yang selalu lebih dewasa dan selalu menasehati, terimakasih

Keluarga besar di Pontianak dan di Jogja yang tidak bisa kusebutin satu per satu,  
terimakasih atas segala dukungannya

Dini, Rucha, Via, Kiki, Nisa, Farida, Uci, Iwan, Yayan dan teman-teman Kimia  
2003 yang lain, terimakasih atas bantuan dan persahabatan kalian

My family in Cordova Community, Kak Arman, Mas Noe, Endro Smile, Adyi  
Rangga, Gugun, Dek Rel, Dek Er, Dek Giant, Dek As, Dek Ratih, Adin, Rosyid,  
Mbak Rere, Mbak Dewi dll yang gak bisa kusebutin satu-satu, terimakasih telah  
menjadi rumah kedua

Mbak Novi, Mbak Asih, Mbak Lili, Pak Riri, Bang Zik, Bang Opik, Mas Dhani,  
Pak Mbeng, Bang Ucok, Tobi, Jati, Abi, Syarif, Julai, Jo', Emon, Dajal, Bang  
Alam, Bang Hamdan, Mas Bay, Mas Yud, Mas Agung, Pak Bagong, Bang Naga,  
Bang Jhon, Bang Zaki dan teman-teman HMI UII yang lain yang gak bisa  
kusebutin semua, yang telah banyak membantu mendewasakan dan memberi arti  
kekeluargaan, terimakasih

Mbak Endah, Mbak Tuti, Eka Ferli, Ical, Segunk, Khaidir, Bang Hilman, dan teman-teman HMI Cabang Yogyakarta yang lain yang telah banyak mengajarkan dan memberikan kesempatan padaku untuk mengaktualkan diri, terimakasih

Saudara-saudaraku di JAG FMIPA UII, terimakasih karena telah memberikan warna berbeda dalam hidupku

Para dosen, laboran dan civitas akademika Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII yang telah banyak membantu selama masa kuliah saya di Jogja, terimakasih

Teman-teman di Komunitas Pemimpin Masa Depan, terimakasih atas kerjasama kita selama ini, jangan pernah berhenti melakukan yang terbaik

Teman-teman pengajar TPA Anak Sholeh Masjid Al-Munir dan anak-anak didikku, terimakasih telah mewarnai hari-hariku

Sahabat-sahabat terbaikku Nono', Misni, Kk, Cacai, Yayat, Lucky, Yaya', Bang Iman, Bang Yudi, Adi, sahabat tempat berbagi suka duka, sahabat yang tak pernah berhenti membantu dan menasehati, terimakasih

Dan buat semua teman-teman yang telah banyak membantu yang gak bisa kusebutin semua....terimakasih

## KATA PENGANTAR



Assalamu'alaikum Wr.Wb

Syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan berkah, rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul "STUDI PENGARUH BERAT KATALIS KITOSAN DAN WAKTU REAKSI PADA PROSES TRANSESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH".

Skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si) pada jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Dengan penyusunan skripsi ini diharapkan mahasiswa dapat mengetahui sejauh mana penerapan teori yang telah didapatkan selama kuliah. Dalam penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bimbingan dan bantuan berbagai pihak. Maka dalam kesempatan ini penulis menyampaikan rasa terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bpk. Yandi Syukri, M.Si, Apt, selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Bpk. Riyanto, S.Pd, M.Si, Ph.D, selaku Ketua Jurusan Ilmu Kimia FMIPA UII.
3. Bpk. Tatang Shabur Julianto, M.Si., selaku pembimbing I yang telah banyak meluangkan waktu untuk membimbing dan mengarahkan penulis selama melakukan penelitian sampai penulisan skripsi.

4. Bpk. Dwiarso Rubiyanto, M.Si., selaku pembimbing II yang telah banyak memberi arahan dan masukan selama proses penelitian dan penulisan skripsi.
5. Para dosen yang telah membimbing dan memberikan arahan selama proses belajar.
6. Ibu Dr. Is Fatimah, M.Si selaku dosen penguji.
7. Bpk. Dwi Mahmudi dan Mas Cecep selaku laboran.
8. Kedua orangtuaku serta adikku tersayang yang telah memberikan semangat, doa dan dukungan.
9. Teman-teman Jurusan Ilmu Kimia yang sudah sangat banyak membantu dalam proses penelitian hingga penulisan skripsi ini.
10. Semua pihak yang telah membantu sehingga skripsi ini dapat terselesaikan dengan lancar.

Akhir kata penulis mohon maaf karena menyadari bahwa skripsi ini jauh dari sempurna dan masih terdapat banyak kekurangan. Semoga Allah SWT selalu melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita semua. Sehingga apa yang telah kita lakukan dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan pada umumnya dan juga bagi pihak yang membutuhkan.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb

Jogjakarta, Januari 2011

Penulis

## DAFTAR ISI

JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
INTISARI.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
BAB I.....	1
PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	7
1.4 Manfaat Penelitian .....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
BAB III DASAR TEORI .....	21
3.1 Minyak Jelantah .....	21
3.2 Transesterifikasi .....	32
3.3 Katalis.....	39
3.4 Kitosan.....	46

3.5 Kromatografi Gas.....	56
3.6 Spektrometer Massa.....	66
3.7 Gas Chromatography-Mass Spectrometer (GC-MS).....	75
HIPOTESIS.....	76
<b>BAB IV METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>77</b>
4.1 Alat dan Bahan.....	77
4.1.1 Alat-alat yang digunakan .....	77
4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan .....	77
4.2 Cara Kerja .....	78
4.2.1 Pembersihan minyak jelantah .....	78
4.2.2 Penentuan angka asam .....	78
4.2.3 Transesterifikasi minyak jelantah variasi jumlah katalis kitosan ...	78
4.2.4 Transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi .....	79
4.2.7 Identifikasi komponen biodiesel menggunakan GC-MS .....	80
<b>BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>81</b>
5.1 Pembersihan minyak jelantah .....	81
5.2 Penentuan angka asam .....	82
5.3 Transesterifikasi minyak jelantah .....	82
5.4 Identifikasi Metil Ester Menggunakan GC-MS .....	89
5.4.1 Identifikasi Metil ester hasil tranesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan.....	90
5.4.2 Identifikasi Metil ester hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi .....	92



BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN .....	109
6.1 Kesimpulan .....	109
6.2 Saran.....	109
DAFTAR PUSTAKA .....	110
LAMPIRAN .....	117



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Minyak jelantah jelantah sesudah dibersihkan dan sebelum dibersihkan .....	30
Gambar 2. Reaksi transesterifikasi.....	33
Gambar 3. Kurva katalis menyebabkan energi pengaktifan reaksi lebih rendah.....	40
Gambar 4. Limbah laut (cangkang dan kulit udang).....	46
Gambar 5. Struktur Kitin.....	47
Gambar 6. Struktur Kitosan .....	51
Gambar 7. Bubuk Kitosan.....	64
Gambar 8. Skema alat Kromatografi Gas .....	68
Gambar 9. Skema kerja Spektrometer Massa .....	69
Gambar 10. Skema alat Spektrometer Massa .....	55
Gambar 11. Mekanisme Reaksi Transesterifikasi.....	84
Gambar 12. Reaksi pembentukan ion metoksida dengan katalis kitosan .....	85
Gambar 13. Hasil transesterifikasi membentuk 2 lapisan yaitu metil ester dan gliserol.....	85
Gambar 14. Metil ester yang sudah dipisah dan ditimbang.....	86
Gambar 15. Grafik hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi berat katalis kitosan.....	87
Gambar 16. Grafik hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi berat katalis kitosan.....	88

Gambar 17. Kromatogram metil ester dengan katalis kitosan 0,8 gram .....	90
Gambar 18. Kromatogram Metil Ester dengan katalis kitosan 0,6 gram.....	91
Gambar 19. Kromatogram Metil Ester dengan katalis kitosan 0,4 gram.....	92
Gambar 20. Puncak 3 data spektra massa metil ester dengan waktu retensi 18,372 .....	94
Gambar 21 . Rumus struktur metil palmitat.....	94
Gambar 22. Puncak 5 data spektra massa metil ester dengan waktu retensi 20,044 .....	95
Gambar 23. Rumus struktur metil linoleat.....	95
Gambar 24. Puncak 6 data spektra massa metil ester dengan waktu retensi 20,087 .....	96
Gambar 25. Rumus struktur metil oleat .....	96
Gambar 26. Kromatogram Metil Ester dengan waktu reaksi 60 menit.....	97
Gambar 27. Kromatogram Metil Ester dengan waktu reaksi 30 menit.....	98

## DAFTAR TABEL

Tabel 1. Perbandingan elemen katalis homogen dan heterogen .....	16
Tabel 2. Penelitian Biodiesel dari Beberapa Minyak Nabati .....	18
Tabel 3. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Sawit .....	27
Tabel 4. Keuntungan dan kerugian penggunaan katalis asam homogen dalam reaksi transesterifikasi.....	42
Tabel 5. Keuntungan dan kerugian penggunaan katalis basa homogen dalam reaksi transesterifikasi.....	42
Tabel 6. Perbandingan katalis heterogen dan katalis homogen .....	43
Tabel 7. Jenis katalis asam heterogen dan katalis basa heterogen yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi .....	44
Tabel 8. Sifat-sifat kitosan .....	53
Tabel 9. Beberapa sifat fisik dan aplikasi gas dalam GC.....	61
Tabel 10. Hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan .....	87
Tabel 11. Hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi.....	88
Tabel 12. Analisis data GC-MS hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan.....	93
Tabel 13. Analisis data GC-MS hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi.....	99
Tabel 14. Senyawa metil ester hasil transesterifikasi dari spektrum GC-MS...100	

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan derajat deasetilasi .....	111
Lampiran 2. Perhitungan berat jenis minyak jelantah.....	113
Lampiran 3. Perhitungan angka asam minyak jelantah .....	114
Lampiran 4. Perhitungan pada proses transesterifikasi.....	115
Lampiran 5. Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan 0,8 gram katalis kitosan selama 120 menit.....	116
Lampiran 6. Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan 0,6 gram katalis kitosan selama 120 menit.....	126
Lampiran 7. Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan 0,4 gram katalis kitosan selama 120 menit.....	135
Lampiran 8. Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan 0,8 gram katalis kitosan selama 60 menit.....	144
Lampiran 9. Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan 0,8 gram katalis kitosan selama 30 menit.....	154

# **STUDI PENGARUH BERAT KATALIS KITOSAN DAN WAKTU REAKSI PADA PROSES TRANSESTERIFIKASI MINYAK JELANTAH**

**NURDIANTI AWALIYAH**  
**No. Mhs: 03612021**

## **INTISARI**

Telah dilakukan penelitian tentang studi pengaruh berat kitosan sebagai katalis basa heterogen dan variasi waktu reaksi pada proses reaksi transesterifikasi minyak jelantah. Proses transesterifikasi dilakukan dengan cara mereaksikan minyak jelantah dan metanol dengan variasi berat katalis kitosan 0,8 gram ; 0,6 gram ; dan 0,4 gram. Rasio mol antara minyak jelantah dengan metanol yaitu 1:12 dengan asumsi bahwa minyak jelantah didominasi oleh POO (1-palmitil-2,3-dioleil) selama 120 menit pada suhu 60°C. Hasil transesterifikasi kemudian dianalisis menggunakan GC-MS dan diperoleh bahwa reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis kitosan 0,8 gram menghasilkan lebih banyak metil ester.

Setelah mengetahui bahwa dengan menggunakan katalis kitosan 0,8 gram lebih banyak menghasilkan metil ester, dilakukan reaksi transesterifikasi seperti sebelumnya dengan variasi waktu 120 menit ; 60 menit ; dan 30 menit. Dan setelah dianalisis dengan GC-MS, reaksi transesterifikasi yang berlangsung selama 120 menit lebih banyak menghasilkan metil ester. Metil ester yang dihasilkan adalah metil palmitat (6,051 %), metil linoleat (2,364 %) dan metil oleat (6,466 %).

Kata kunci: transesterifikasi, minyak jelantah, katalis kitosan, GC-MS, metil ester

**STUDY OF EFFECT OF CATALYST WEIGHT CHITOSAN  
AND REACTION TIME IN THE PROCESS TRANSESTERIFICATION  
USED WASTE COOKING OIL**

**NURDIANTI AWALIYAH  
No. Mhs: 03612021**

**ABSTRACT**

The research study about the influence of weight variation of chitosan as a heterogeneous base catalyst and variation of time reaction in transesterification process of waste cooking oil. Transesterification process carried out by the reaction between waste cooking oil and methanol, weight variation of chitosan as a catalyst are 0,8 gram ; 0,6 gram ; and 0,4 gram. Mole ratio between waste cooking oil and methanol is 1:12 the assumption waste cooking oil is dominated with POO (1-palmityl-2,3-dioleil) for 120 minutes at 60°C. The results of transesterification was analysed with GC-MS and the result was using 0.8 grams of chitosan catalyst produced more methyl esters.

After found out that using 0.8 gram chitosan catalyst were produced more methyl esters, the time variation of transesterifikasi process are 120 minutes ; 60 minutes ; and 30 minutes. It been analysed with GC-MS, transesterification process for 120 minutes produced more methyl esters. Methyl ester that produced are methyl palmitate (6,051 %), methyl linoleic (2,364 %) and methyl oleic (6,466 %).

Key words: transesterification, waste cooking oil, catalyst chitosan, GC-MS, methyl ester

# **B A B I**

## **PENDAHULUAN**

### **I.1 Latar Belakang**

Minyak bumi merupakan bahan bakar utama yang dibutuhkan untuk transportasi dan semua sektor industri, bahkan dapat dikatakan bahwa minyak bumi merupakan roda penggerak kehidupan. Di Indonesia, data statistik menunjukkan bahwa konsumsi energi transportasi menduduki tempat teratas diikuti sektor industri dan rumah tangga, dengan perbandingan 37,79% transportasi ; 36,16 % industri dan 26,05 % untuk rumah tangga. Sekitar 99 % konsumsi energi untuk transportasi berasal dari minyak bumi, hanya 1 % yang diambil dari gas (Sibuea, 2003), sehingga untuk memenuhi kebutuhan tersebut dilakukan eksplorasi dalam skala besar terhadap sumber daya alam yang ada.

Minyak bumi merupakan sumber daya alam yang tidak dapat diperbaharui sehingga jika dilakukan eksplorasi secara terus menerus maka persediaan migas (minyak dan gas) di dunia maupun Indonesia semakin lama akan semakin berkurang dan cepat atau lambat pasti akan habis untuk mengantisipasi permasalahan tersebut, maka telah dilakukan berbagai upaya dan penelitian untuk mencari sumber energi alternatif baru sebagai bahan bakar pengganti sehingga dapat menghemat persediaan minyak bumi dan akan mengurangi ketergantungan manusia pada produk minyak bumi yang tak terbarukan. Sumber energi yang diharapkan adalah sumber energi



yang dapat diperbaharui, mudah diperoleh, ramah lingkungan, efisien dan harganya terjangkau.

Alkil ester asam lemak yang lebih sering disebut biodiesel inilah yang merupakan produk potensial sebagai pengganti bahan bakar minyak diesel. Hal ini disebabkan karena bahan bakunya yang berasal dari minyak nabati yang dapat dihasilkan secara periodik dan mudah diperoleh. Selain itu, harganya yang relatif stabil dan produksinya mudah disesuaikan dengan kebutuhan dan bersifat bersih lingkungan dengan tingkat emisi gas berbahaya yang relatif rendah. Biodiesel memiliki beberapa keunggulan dibanding petrodiesel, yaitu mudah digunakan, bersifat *biodegradable* (dapat terurai secara alami), sifat bahan bakunya yang dapat diperbarui (*renewable*), tidak beracun (*non toxic*), bebas logam berat, *sulfur* ataupun *aromatik* dan mempunyai titik nyala (*flash point*) yang lebih tinggi sehingga lebih aman jika disimpan dan digunakan. Kelebihan-kelebihan tersebut menjadikan biodiesel sebagai bahan bakar alternatif yang baik daripada bahan bakar minyak dan dapat dianjurkan penggunaannya diberbagai negara, terutama di area-area dengan lingkungan sensitif.

Minyak nabati merupakan bahan baku primer yang digunakan dalam produksi biodiesel, namun menurut laporan hasil analisis dari Departemen Pertanian, jika dibandingkan dengan harga minyak bumi, harga biodiesel dari minyak nabati ini relatif tinggi. Berbagai cara untuk mengatasi tingginya harga biodiesel ini dilakukan dengan penelitian-penelitian dalam penentuan metode yang tepat untuk menekan

harga biodiesel, salah satunya dengan penggunaan limbah minyak goreng atau minyak jelantah.

Minyak goreng bekas atau yang sering disebut dengan minyak jelantah (*waste cooking oil*) merupakan salah satu jenis limbah cair. Pemahaman bahwa minyak jelantah merupakan limbah cair masih dianggap awam bagi sebagian besar masyarakat Indonesia. Hal ini disebabkan karena dampak dari penyalahgunaan minyak jelantah sebagai bahan pengolah makanan, tidaklah terlihat secara langsung. Padahal perlu diketahui bahwa di dalam minyak jelantah mengandung senyawa – senyawa yang bersifat karsinogenik, (kanker akibat adanya berbagai senyawa beracun, dan berbagai penyakit seperti diare dan *aterosklerosis*) yang terjadi selama proses penggorengan seperti senyawa benzene dan peroksida. Senyawa benzene merupakan zat penyebab kanker. Senyawa ini mengandung dioksin yang dapat masuk melalui sel – sel tubuh. Selain itu, di dalam minyak jelantah juga terkandung banyak kolesterol. Jika dikonsumsi secara terus – menerus akan menyebabkan penumpukan kolesterol pada pembuluh darah, sehingga muncul gangguan penyakit jantung dan akibat selanjutnya dapat mengurangi kecerdasan generasi berikutnya.

Sementara di Indonesia, penyalahgunaan minyak jelantah masih sangat umum dilakukan dan dianggap bukanlah bentuk penyalahgunaan. Sebagian besar masyarakat Indonesia menganggap enteng akan bahaya yang ditimbulkan dari penggunaan minyak jelantah. Mereka beranggapan bahwa minyak jelantah masih bisa digunakan untuk menggoreng. Apalagi dengan meningkatnya harga minyak goreng baru – baru ini, mengakibatkan semakin sulitnya menghindari tidak menggunakan

minyak jelantah sebagai bahan pengolah makanan karena alasan ekonomi. Bagi pedagang gorengan, penggunaan minyak jelantah merupakan bentuk penekanan biaya produksi. Sedangkan bagi ibu – ibu rumah tangga, penggunaan minyak jelantah merupakan bentuk penghematan terhadap pengeluaran keluarga. Dengan semakin berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi, permasalahan tentang penyalahgunaan minyak jelantah sebagai bahan pengolah makanan dapat diselesaikan dengan bijaksana. Artinya, masyarakat tidak perlu membuang minyak jelantah begitu saja ke lingkungan untuk mencegah terjadinya gangguan pada kesehatan tetapi masyarakat bisa mengolahnya menjadi sesuatu yang berguna.

Untuk itu perlu penanganan yang tepat agar limbah minyak jelantah ini dapat bermanfaat dan tidak menimbulkan kerugian dari aspek kesehatan manusia dan lingkungan. Salah satu bentuk pemanfaatan minyak jelantah agar dapat bermanfaat dari berbagai macam aspek ialah dengan mengubahnya secara proses kimia menjadi biodiesel. Hal ini dapat dilakukan karena minyak jelantah juga merupakan minyak nabati, turunan dari CPO (*crude palm oil*, bahan dasar minyak goreng). Adapun pembuatan biodiesel dari minyak jelantah ini menggunakan reaksi transesterifikasi seperti pembuatan biodiesel pada umumnya dengan *pretreatment* untuk menurunkan angka asam pada minyak jelantah.

Reaksi transesterifikasi adalah reaksi untuk mengubah ester dari minyak atau lemak yang berupa trigliserida kompleks menjadi campuran ester yang lebih sederhana dan gliserol. Untuk mempercepat laju reaksi, biasanya dilakukan dengan penambahan katalis asam atau basa. Penelitian dalam pembuatan biodiesel melalui

reaksi transesterifikasi telah banyak dilakukan terutama dalam mengkaji penggunaan jenis katalis yang sesuai. Katalis yang efektif serta berharga murah lebih menguntungkan bila diterapkan dalam skala industri besar. Reaksi transesterifikasi dapat dikatalisis dengan katalis asam atau basa pada sistem katalitik homogen ataupun heterogen. Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa biasanya relatif lebih cepat dibandingkan berkatalis asam dan konversi yang dihasilkan juga relatif besar.

Proses transesterifikasi menggunakan katalis homogen dapat memberikan konversi metil ester dalam waktu yang singkat dengan temperatur yang digunakan relatif rendah, namun penggunaan katalis dalam sistem homogen pada proses transesterifikasi minyak nabati dimungkinkan dapat menghasilkan sabun melalui reaksi saponifikasi. Pembentukan sabun tidak bisa dihindari dengan adanya air dan asam lemak bebas pada sistem reaksi.

Pembentukan sabun merupakan hasil reaksi samping yang tidak diinginkan, karena dapat mengkonsumsi sebagian katalis sehingga efektivitasnya berkurang. Disamping itu, reaksi dengan katalis alkali juga memiliki beberapa kelemahan, seperti energi yang diperlukan lebih besar, serta kesulitan dalam penghilangan katalis pada tahap pemisahan dan pemurnian produk akhir, sehingga diperlukan biaya tambahan pada tahap akhir pemurnian produk, serta katalis yang telah dipakai sebelumnya tidak dapat digunakan kembali.

Efisiensi produksi juga dapat dilakukan dengan mengganti katalis basa homogen dengan katalis basa heterogen. Pada proses homogen, katalis basa akan hilang karena pencucian. Pada prinsipnya dengan katalis heterogen, maka material

katalis dapat diambil kembali (tidak hilang) dan dapat digunakan kembali sebagai katalis sehingga proses pembuatan biodiesel menjadi sederhana. Salah satu polimer yang berpotensi sebagai katalis heterogen adalah kitosan. Kitosan adalah turunan kitin yang diisolasi dari kulit udang, rajungan, kepiting, dan kulit serangga lainnya. Reaktivitas yang tinggi dari gugus amino bebas menjadikan kitosan mempunyai potensi sebagai basa Lewis. Makin panjang rantai kitosan, makin banyak kandungan gugus amino bebasnya maka makin tinggi sifat kebasaannya. Sifat basa ini diharapkan dapat menggantikan katalis basa yang biasa digunakan pada proses transesterifikasi.

Oktoreno (2010) telah menguji proses transesterifikasi dari minyak jelantah dengan bantuan katalis kitosan dengan variasi berat katalis selama 2 jam dengan suhu  $65^{\circ}\text{C}$  dan hasilnya semakin besar jumlah katalis yang digunakan maka hasil metil ester dari transesterifikasi tersebut semakin sedikit. Sehingga dapat diartikan bahwa jumlah katalis yang sedikit mampu menjadikan kitosan sebagai katalis yang efisien. Hazkil. B (2009) telah melakukan reaksi transesterifikasi pada minyak jelantah dengan katalis KOH pada variasi waktu 30 menit dan 60 menit. Sehingga perlu dicoba variasi waktu reaksi dengan menggunakan katalis kitosan.

Penelitian kali ini akan menguji pengaruh katalis kitosan dalam reaksi transesterifikasi pada proses dari minyak jelantah dengan menggunakan berat katalis kitosan lebih sedikit untuk mengetahui sejauh mana tingkat efisien dari katalis kitosan dan juga mevariasikan waktu reaksi yang lebih cepat untuk mengetahui tingkat efisien waktu yang dapat berlangsung pada proses transesterifikasi ini.

## **I.2 Perumusan Masalah**

- a. Apakah kitosan dapat berfungsi sebagai katalis pada reaksi transesterifikasi ?
- b. Bagaimana pengaruh berat kitosan pada terhadap reaksi transesterifikasi ?
- c. Bagaimana pengaruh waktu pada reaksi transesterifikasi ?

## **I.3 Tujuan Penelitian**

- a. Mengetahui kitosan dapat berfungsi sebagai katalis basa heterogen pada reaksi transesterifikasi.
- b. Mengetahui pengaruh berat kitosan pada terhadap reaksi transesterifikasi.
- c. Mengetahui pengaruh waktu pada reaksi transesterifikasi.

## **I.4 Manfaat Penelitian**

- a. Menambah wawasan dan ilmu pengetahuan dan teknologi dengan pemanfaatan kitosan sebagai katalis dalam pembuatan biodiesel.
- b. Meningkatkan daya guna minyak jelantah sehingga meningkatkan nilai ekonomisnya.
- c. Menghasilkan bahan bakar diesel alternatif.

## **B A B II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **II.1 TINJAUAN PUSTAKA**

Minyak jelantah adalah minyak goreng yang sudah lebih dari satu kali dipakai untuk menggoreng dan minyak goreng ini merupakan minyak yang telah rusak. Bahan dasar minyak goreng bisa bermacam-macam seperti kelapa, sawit, kedelai, jagung dan lain-lain. Meskipun beragam, secara kimia isi kandungannya sebetulnya tidak jauh berbeda, yakni terdiri dari beraneka asam lemak jenuh (ALJ) dan asam lemak tidak jenuh (ALTJ). Dalam jumlah kecil terdapat lesitin, cephalin, fosfatida, sterol, asam lemak bebas, lilin, pigmen larut lemak, karbohidrat dan protein. Hal yang menyebabkan berbeda adalah komposisinya, minyak sawit mengandung sekitar 45,5% ALJ yang didominasi oleh lemak palmitat dan 54,1% ALTJ yang didominasi asam lemak oleat sering juga disebut omega-9. minyak kelapa mengandung 80% ALJ dan 20% ALTJ, sementara minyak zaitun dan minyak biji bunga matahari hampir 90% komposisinya adalah ALTJ. Minyak jelantah dapat menyebabkan risiko hipertensi sebesar 5,43 kali dibanding yang tidak mengkonsumsi jelantah.

Penggunaan minyak goreng sebagai media penggorengan bisa menjadi rusak karena tidak tahan terhadap panas. Minyak goreng yang tinggi kandungan ALTJ-nya memiliki nilai tambah hanya pada gorengan pertama saja, selebihnya minyak tersebut menjadi rusak. Bahan makanan kaya omega-3 yang dapat menurunkan kadar

kolesterol darah, akan tidak berkhasiat bila dipanaskan dan diberi kesempatan untuk dingin kemudian dipakai menggoreng kembali, karena komposisi ikatan rangkapnya telah rusak.

Minyak goreng terutama yang dipakai oleh pedagang goreng-gorengan pinggir jalan, dipakai berulang kali, tidak peduli apakah warnanya sudah berubah menjadi coklat tua sampai kehitaman. Alasan yang dikemukakan cukup sederhana yaitu demi mengirit biaya produksi. Bagi mereka yang tidak menginginkan menderita *hiperkolesterolemi* untuk membatasi penggunaan minyak goreng terutama jelantah karena akan meningkatkan pembentukan kolesterol yang berlebihan yang dapat menyebabkan aterosklerosis dan hal ini dapat memicu terjadinya penyakit tertentu, seperti penyakit jantung, darah tinggi dan lain-lain.

Dinas kesehatan meneliti, minyak jelantah itu mengandung gugus benzena yang dapat mengeluarkan senyawa dioksin ketika digunakan untuk menggoreng dengan temperatur di bawah  $800^{\circ}\text{C}$ . Ketika senyawa dioksin ini masuk ke dalam tubuh seseorang, maka sistem reproduksi sel tubuh akan terganggu dan dapat menimbulkan penyakit kanker.

Pemanfaatan minyak jelantah sebagai bahan bakar motor diesel merupakan suatu cara pembuangan limbah yang menghasilkan nilai ekonomis serta menciptakan bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar solar yang bersifat etis, ekonomis, dan sekaligus ekologis karena minyak jelantah adalah limbah yang selalu ada setiap hari dan mudah ditemukan dimana saja.



Hasil uji coba pada kendaraan Izusu Elf menunjukkan adanya penghematan bahan bakar dari 1 liter untuk 6 kilometer menjadi 1 liter untuk 9 kilometer dengan menggunakan biodiesel dari minyak jelantah, demikian juga BBM perahu nelayan berkurang sekitar 20% apabila digunakan oleh para nelayan (Gatra, 2006). Bahkan telah diuji coba pada kendaraan bermesin diesel sampai 40% campuran dengan solar selama kurang lebih 3 tahun tanpa masalah sedikit pun. Biodiesel dari minyak jelantah merupakan alternatif bahan bakar yang juga ramah lingkungan sebagaimana biodiesel dari minyak nabati lainnya. Adapun pembuatan biodiesel dari minyak jelantah ini menggunakan reaksi transesterifikasi seperti pembuatan biodiesel pada umumnya dengan pretreatment untuk menurunkan angka asam pada minyak jelantah.

Menurut Enciner (2002) ada 4 cara yang mungkin dapat dilakukan untuk mengurangi viskositas minyak nabati, yaitu : dielusi, makroemulsi, pirolisis dan transesterifikasi. Dari keempat cara tersebut, cara yang terakhir yang memiliki peluang yang paling besar untuk dikembangkan dalam rangka menurunkan viskositas minyak nabati yang 10 kali lebih tinggi dibandingkan bahan bakar diesel. Reaksi transesterifikasi adalah reaksi untuk mengubah ester dari minyak atau lemak yang berupa trigliserida kompleks menjadi campuran ester yang lebih sederhana dan gliserol.

Berikut adalah faktor-faktor yang mempengaruhi kecepatan transesterifikasi:

### **1. Pengaruh air dan asam lemak bebas**

Minyak yang akan ditransesterifikasi harus memiliki angka asam yang lebih kecil dari 1. Banyak peneliti yang menyarankan agar kandungan asam lemak bebas lebih kecil dari 0.5% (<0.5%). Selain itu, semua bahan yang akan digunakan harus bebas dari air. Karena air akan bereaksi dengan katalis, sehingga jumlah katalis menjadi berkurang. Katalis harus terhindar dari kontak dengan udara agar tidak mengalami reaksi dengan uap air dan karbon dioksida.

### **2. Suhu**

Kecepatan reaksi secara kuat dipengaruhi oleh temperatur reaksi. Reaksi transesterifikasi dapat dilakukan pada temperature 30 – 65 °C, namun pada umumnya reaksi ini dijalankan pada suhu mendekati titik didih metanol (60 - 70°C) pada tekanan atmosfer. Kecepatan reaksi akan meningkat sejalan dengan kenaikan temperatur. Semakin tinggi temperatur, berarti semakin banyak energi yang dapat digunakan oleh reaktan untuk mencapai energy aktivasi. Ini akan menyebabkan tumbukan terjadi lebih sering diantara molekul-molekul reaktan untuk kemudian melakukan reaksi sehingga kecepatan reaksi meningkat (Rahayu, 2003).

Pengaruh suhu pada reaksi transesterifikasi terutama dalam kinetika reaksinya. Danoko dan Munir (2000) telah mengkaji kinetika reaksi transesterifikasi minyak sawit dalam suatu *reactor batch* dengan kondisi reaksi mol minyak dengan metanol 1:6 dan konsentrasi katalis KOH 1 %. Hasil penelitian menunjukkan bahwa laju reaksi terus bertambah seiring peningkatan suhu sampai mencapai 60°C. Suhu

yang lebih tinggi tidak mengurangi waktu retensi untuk menghasilkan konversi yang maksimal. Hal ini bisa dilihat dari konversi trigliserida menjadi metil ester pada temperature 50<sup>0</sup>C mencapai 73% dan terus meningkat menjadi 82% pada suhu 65<sup>0</sup>C. Semakin tinggi suhu, kecepatan reaksi semakin bertambah, namun suhu yang rendah dapat digunakan untuk lebih menyempurnakan reaksi (Ecky, 1954).

Setyawardhani (2003) menggunakan temperatur reaksi 60<sup>0</sup>C pada reaksi transesterifikasi untuk menghindari menguapnya metanol yang bertitik didih 65<sup>0</sup>C. Darnoko dan Cheryan (2000) juga menggunakan suhu 60<sup>0</sup>C untuk reaksi. Arhenius mengatakan bahwa hubungan antara konstanta kecepatan reaksi dengan temperatur mengikuti persamaan:

$$K = A \exp (-E/RT)$$

Keterangan: K = Konstanta kecepatan reaksi

R = Konstanta gas

A = Faktor frekuensi

T = Temperatur absolut

E = Energi aktivasi

Semakin tinggi temperatur, konversi yang diperoleh akan semakin tinggi untuk waktu yang lebih singkat.

### 3. Waktu reaksi

Semakin lama waktu reaksi, maka semakin banyak produk yang dihasilkan, karena ini akan memberikan kesempatan reaktan untuk bertumbukan satu sama lain. Namun jika kesetimbangan telah tercapai, tambahan waktu reaksi tidak akan

mempengaruhi reaksi. Semakin lama reaksi transesterifikasi dilakukan, konstanta laju reaksinya cenderung naik (Nainggolon, 1990).

Mye dan Southwell (1984) melakukan metanolisis minyak biji lobak dengan 1% berat NaOH pada rasio mol minyak dengan metanol 1:6 dan temperatur 24<sup>0</sup>C. Metil ester yang dihasilkan sangat memuaskan dalam 60 menit.

Sofiyah (1995) mereaksikan minyak biji kapuk dengan etanol selama 60 menit untuk mencapai produk yang optimum. Darnoko dan Cheryan (2000) mendapatkan waktu tinggal yang optimum selama 60 menit untuk reaksi transesterifikasi minyak sawit dalam reaktor alir tangki berpengaduk. Penelitian lain yang juga menggunakan waktu reaksi selama 60 menit diantaranya adalah Azis (2005), Widiono (1995), dan Prakoso dkk., (2003). Hazkil.B (2009) telah melakukan reaksi transesterifikasi pada minyak jelantah dengan variasi waktu 30 menit dan 60 menit.

#### **4. Pengadukan**

Pada reaksi transesterifikasi, reaktan-reaktan awalnya membentuk sistem cairan dua fasa. Reaksi dikendalikan oleh difusi diantara fase-fase yang berlangsung lambat. Seiring dengan terbentuknya metil ester, ia bertindak sebagai pelarut tunggal yang dipakai bersama oleh reaktan-reaktan dan sistem dengan fase tunggal pun terbentuk. Dampak pengadukan ini sangat signifikan selama reaksi. Sebagaimana sistem tunggal terbentuk, maka pengadukan menjadi tidak lagi mempunyai pengaruh yang signifikan. Pengadukan dilakukan dengan tujuan untuk mendapatkan campuran reaksi yang bagus. Pengadukan yang tepat akan

mengurangi hambatan antar massa. Untuk reaksi heterogen, ini akan menyebabkan lebih banyak reaktan mencapai tahap reaksi. Sofiyah (1995) menggunakan pengadukan 1425 rpm (*rotation per minutes*). May (2004) mempelajari pengaruh pengadukan pada metanolisis minyak kelapa sawit, reaksi berlangsung dengan pengaduk mekanik dengan variasi kecepatan 80, 100 dan 125 rpm. Waktu hingga reaksi selesai mengalami kenaikan dengan penurunan kecepatan pengadukan, 50 menit untuk 80 rpm, 21 menit untuk 100 rpm dan 14 menit untuk 125 rpm.

### **5. Jenis alkohol**

Jenis alkohol yang berperan sehingga pelarut dalam reaksi transesterifikasi adalah alkohol dengan reaksi pendek seperti metanol, etanol, propanol dan butanol. Pengaruh yang timbul adalah pada laju reaksi dan hasil akhir (produk). Pada umumnya, alkohol dengan reaksi pendek akan lebih cepat bereaksi jika dibandingkan dengan alkohol rantai panjang. Hal itu pula yang menyebabkan metanol dan butanol banyak dipilih sebagai pelarut dalam reaksi transesterifikasi selain dari segi harga relatif murah.

Suchhardt (1997) mengatakan alkohol digunakan berlebih didalam reaksi transesterifikasi tujuannya adalah untuk meningkatkan produk ester karena reaksi bersifat *reversible* sehingga kesetimbangan dapat digeser kearah pembuatan produk (Sulistyaningrum, 2004).

### **6. Perbandingan Reaktan (rasio mol)**

Variabel penting lain yang mempengaruhi hasil ester adalah rasio molar antara alkohol dan minyak nabati. Stoikiometri reaksi transesterifikasi memerlukan 3

mol alkohol untuk setiap mol trigliserida untuk menghasilkan 3 mol ester asam dan 1 mol gliserol. Untuk mendorong reaksi transestrifikasi ke arah kanan, perlu untuk menggunakan alkohol berlebihan atau dengan memindahkan salah satu produk dari campuran reaksi. Lebih banyak metanol yang digunakan, maka semakin memungkinkan reaktan untuk bereaksi lebih cepat. Secara umum, proses alkoholisis menggunakan alkohol berlebih sekitar 1,2-1,75 dari kebutuhan stoikiometrisnya. Penelitian kali ini akan menggunakan rasio mol minyak dengan metanol 1:12 dengan asumsi bahwa minyak jelantah didominasi oleh POO (1-palmitil-2,3-dioleil).

## **7. Katalis**

Katalis berfungsi untuk mempercepat reaksi dengan menurunkan energi aktivasi reaksi namun tidak menggeser letak kesetimbangan. Tanpa katalis, reaksi transesterifikasi baru dapat berjalan pada suhu sekitar 250<sup>0</sup>C. Penambahan katalis bertujuan untuk mempercepat reaksi dan menurunkan kondisi operasi. Katalis yang dapat digunakan adalah katalis asam, basa, ataupun penukar ion. Dengan katalis basa reaksi dapat berjalan pada suhu kamar, sedangkan katalis asam pada umumnya memerlukan suhu reaksi diatas 100<sup>0</sup>C (Kirk dan Othmer, 1992).

Katalis yang digunakan dapat berupa katalis homogen maupun heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang mempunyai fase yang sama dengan reaktan dan produk, sedangkan katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan reaktan dan produk. Katalis homogen yang banyak digunakan adalah alkoksida logam seperti KOH dan NaOH dalam alkohol. Selain itu, dapat pula digunakan katalis asam cair, misalnya asam sulfat, asam klorida, dan asam sulfonat (Kirk dan Othmer, 1992).

Penggunaan katalis homogen mempunyai kelemahan, yaitu: bersifat korosif, sulit dipisahkan dari produk, dan katalis tidak dapat digunakan kembali (Nijhuis, 2002).

**Tabel 1. Perbandingan elemen katalis homogen dan heterogen**

<b>Elemen Katalis</b>	<b>Homogen</b>	<b>Heterogen</b>
<b>Efektifitas</b>		
<b>Pusat aktif</b>	Semua atom yang memiliki reaktifitas	Hanya atom-atom pada permukaan partikel
<b>Konsentrasi yang dibutuhkan</b>	Rendah	Tinggi
<b>Selektifitas</b>	Tinggi	Lebih rendah
<b>Masalah difusi</b>	Secara praktis tak ada (kinetika mengendalikan jalannya reaksi)	Ada (perpindahan massa mempengaruhi jalannya reaksi)
<b>Kondisi reaksi</b>	Lembut (50 – 200 °C)	Parah (sering > 250 °C)
<b>Penggunaan</b>	Tertentu/spesifik	Luas
<b>Potensi kehilangan aktifitas</b>	Bereaksi kembali dengan produk (pembentukan klaster) dan keracunan	Kristal logam mengalami sintering, keracunan, coking, fouling, migrasi uap metal pada suhu tinggi
<b>Sifat katalis</b>		
<b>Struktur/stoikiometri</b>	Mudah ditentukan	Sulit ditentukan
<b>Kemungkinan modifikasi</b>	Tinggi	Rendah
<b>Daya tahan suhu</b>	Rendah	Tinggi
<b>Tehnik pemisahan katalis</b>	Seringkali rumit (distilasi, ekstraksi, dekomposisi kimiawi)	Suspensi, filtrasi (sistem slurry)  Tidak perlu pemisahan (sistem fixed-bed)
<b>Kemungkinan daur ulang katalis</b>	Bisa dilakukan	Tidak perlu (fixed-bed)  Mudah (suspensi atau slurry)
<b>Potensi kehilangan katalis</b>	Tinggi	Rendah

Lee (2002) membuat biodiesel dengan menggunakan lemak babi dan minyak sisa restoran yang telah difraksinasi. Biodiesel ini dibuat dengan menggunakan 2 katalis yaitu enzim lipase dan  $\text{BF}_3$  dalam metanol. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pembuatan biodiesel dengan katalis basa mempunyai waktu retensi lebih cepat dibandingkan dengan penggunaan katalis enzim lipase.

Saat ini banyak industri menggunakan katalis heterogen yang mempunyai banyak keuntungan dan sifatnya yang ramah lingkungan, yaitu tidak bersifat korosif, mudah dipisahkan dari produk dengan cara filtrasi, serta dapat digunakan berulang kali dalam jangka waktu yang lama (Yadav dan Thathagar, 2002). Selain itu katalis heterogen meningkatkan kemurnian hasil karena reaksi samping dapat dieliminasi (Altiokka dan Citak, 2003). Contoh-contoh dari katalis heterogen adalah zeolit, oksida logam, dan resin penukar ion (*ion exchange*). Transmetilasi terjadi kira-kira 4000 kali lebih cepat dengan adanya katalis basa dibanding katalis asam dengan jumlah yang sama. Untuk alasan ini dan dikarenakan katalis basa kurang korosif terhadap peralatan industri dibanding katalis asam, maka sebagian besar transesterifikasi untuk tujuan komersial dijalankan dengan katalis basa. Konsentrasi katalis basa divariasikan antara 0,5-1% dari massa minyak untuk menghasilkan 94-99% konversi minyak nabati menjadi ester. Lebih lanjut, peningkatan konsentrasi katalis tidak meningkatkan konversi dan sebaliknya menambah biaya karena perlunya pemisahan katalis dari produk.

Salah satu polimer yang berpotensi sebagai katalis heterogen adalah kitosan. Reaktivitas yang tinggi dari gugus amino bebas menjadikan kitosan



mempunyai potensi sebagai basa Lewis. Makin panjang rantai kitosan, makin banyak kandungan gugus amino bebasnya maka makin tinggi sifat kebasaannya. Sifat basa ini diharapkan dapat menggantikan katalis basa yang biasa digunakan pada proses transesterifikasi. Adanya pasangan elektron sunyi pada amina dari nitrogennya yang merupakan basa yang lebih lemah daripada ion hidroksida yang dapat membentuk ikatan dengan sebuah proton. Sebuah gugus pelepas elektron seperti gugus alkil pada N akan menaikkan kebasaan dengan cara menyebarkan muatan positif. Dengan penyebaran muatan positif, kation itu akan terstabilkan relatif terhadap amina bebas.

**Tabel 2. Tabel Penelitian Biodiesel dari Beberapa Minyak Nabati**

<b>Kondisi Operasi</b>	<b>Minyak Kacang</b>	<b>Minyak Kelapa</b>	<b>Minyak Kapuk</b>	<b>Minyak Sawit</b>	<b>Minyak Goreng Bekas</b>	<b>Minyak Goreng Bekas</b>
Proses	<i>batch</i>	<i>batch</i>	<i>batch</i>	sinambung	<i>batch</i>	sinambung
Tekanan	1 atm	1 atm	>1 atm	1 atm	4,5 atm	1 atm
Temperatur	333 K	353 K	403 K	348 K	393 K	333 K
Katalis	KOH	KOH	Zeolit	KOH	zeolit	KOH
[katalis]	0,75% massa	0,207 mgrek/g	0,0535 g/cm <sup>3</sup>	1% massa	2,31% massa	1% massa
Alkohol	etanol	etanol	metanol	etanol	etanol	metanol
Rasio minyak : Alkohol	1 : 2,5 mgrek	1 : 2,2 mgrek	1 : 6 mgrek	1 : 8,93 mgrek	1 : 6 mgrek	1 : 5,4 mgrek
Aditif	-	-	-	urea	-	-
Waktu (menit)	60	60	60	60	60	60
Konversi	0,7542	0,6266	0,6629	0,8205	0,6988	0,8289

Sumber : Azis (2005)

Suess (1999) melakukan transesterifikasi dengan mencampur minyak jelantah dengan metanol dengan menggunakan katalisator KOH. Proses transesterifikasi berlangsung selama  $\frac{1}{2}$  - 1 jam pada suhu sekitar  $40^{\circ}\text{C}$ . Campuran yang terjadi kemudian didiamkan sehingga terbentuk dua lapisan, yaitu lapisan bawah adalah gliserin dan lapisan atas metil ester (biodiesel). Agar reaksi berlangsung sempurna, maka biodiesel hasil dari tahap pertama kemudian direaksikan lagi dengan metanol (tahap kedua). Hal ini untuk mengantisipasi kandungan gliserin total (bebas dan terikat) dalam biodiesel, supaya tidak terjadi deposit pada kendaraan.

Yuniarsi (2008) melakukan penelitian pada proses pembuatan biodiesel dengan reaksi esterifikasi dan transesterifikasi dari minyak jelantah dengan menggunakan katalis zeolit aktivasi asam (ZAA) dan diketahui bahwa produk metil ester yang dihasilkan oleh katalis ZAA lebih banyak dibandingkan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  saja atau NaOH saja dan kandungan utama yang terdapat dari biodiesel tersebut adalah metil oleat dan metil palmitat.

Faizah (2009) melakukan pengujian untuk membandingkan kitosan dan N-metil kitosan sebagai katalis pada proses transesterifikasi dari minyak jelantah pada suhu  $65^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Pada penggunaan berat katalis yang sama yaitu 1 gram, maka hasil penelitian menunjukkan bahwa penggunaan katalis kitosan pada reaksi transesterifikasi diperoleh senyawa metil ester yaitu metil palmitat dan metil oleat. Sedangkan, pada penggunaan katalis N-metil kitosan tidak diperoleh metil ester.

Oktoreno (2010) telah menguji proses transesterifikasi dari minyak jelantah dengan bantuan katalis kitosan dengan variasi jumlah katalis selama 2 jam dengan

suhu  $65^{\circ}\text{C}$  dan hasilnya semakin besar jumlah katalis yang digunakan maka hasil metil ester dari transesterifikasi tersebut semakin sedikit. Sehingga dapat diartikan bahwa jumlah katalis yang sedikit mampu menjadikan kitosan sebagai katalis yang efisien.

Penelitian kali ini akan menguji pengaruh katalis kitosan dalam reaksi transesterifikasi pada proses dari minyak jelantah dengan menggunakan berat katalis kitosan lebih sedikit untuk mengetahui sejauh mana tingkat efisien dari katalis kitosan dan juga mevariasikan waktu reaksi yang lebih cepat untuk mengetahui tingkat efisien waktu yang dapat berlangsung pada proses transesterifikasi ini.

Reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah dengan katalis kitosan kali ini akan melewati tahap sebagai berikut:

1. Proses pemurnian minyak jelantah dari pengotor dan *water content*.
2. Trans-esterifikasi molekul trigliserida ke dalam bentuk metil ester dengan variasi jumlah katalis kitosan 0,4 gram, 0,6 gram dan 0,8 gram.
3. Trans-esterifikasi molekul trigliserida ke dalam bentuk metil ester dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit dan 120 menit.
4. Pemisahan dan pemurnian.
5. Analisis metil ester menggunakan GC-MS.

## **BAB III**

### **DASAR TEORI**

#### **3.1 Minyak Jelantah**

Minyak atau trigliserida adalah ester dari gliserol dan asam lemak rantai panjang (Fessenden dan Fessenden, 1997). Trigliserida dapat berwujud padat ataupun cair. Hal yang menentukannya adalah keberadaan asam lemak yang diikat. Reaktivitas kimia trigliserida dicerminkan oleh reaktivitas ikatan ester dan derajat ketidakjenuhan rantai karbon (Ketaren, 2008).

Reaksi yang dapat terjadi pada minyak dan lemak adalah reaksi hidrolisis, oksidasi dan hidrogenasi.

##### **a. Hidrolisis**

Hidrolisis adalah reaksi kimia antara air dan suatu zat lain yang menghasilkan satu zat baru atau lebih. Dalam reaksi hidrolisis, minyak diubah menjadi asam lemak bebas dan gliserol. Adanya air dalam minyak kelapa dapat menyebabkan reaksi hidrolisis. Proses ini dipercepat dengan adanya pemanasan (Kusrini, 2001). Reaksi ini mengakibatkan ketengikan hidrolisis yang mengakibatkan bau tengik pada minyak tersebut.

Ketengikan merupakan kerusakan atau perubahan bau dan rasa dalam lemak atau bahan pangan berlemak. Selain karena faktor hidrolisis, ketengikan dapat terjadi melalui:

1. Autooksidasi pada gliserida asam lemak tidak jenuh oleh oksigen atmosfer.

2. Oksidasi enzimatis (ketengikan lipoksidase pada gliserida asam lemak tidak jenuh dan ketengikan ketonik pada gliserida asam lemak jenuh).

#### **b. Oksidasi**

Oksidasi adalah proses untuk menaikkan elektron valensi. Proses oksidasi berlangsung bila terjadi kontak antara sejumlah oksigen dengan minyak. Bentuk utama kerusakan minyak nabati terjadi akibat oksidasi oksigen dari udara. Proses oksidasi dapat terjadi karena faktor-faktor selama proses penyimpanan maupun akibat pemanasan. Reaksi ini mendorong terbentuknya hidroperoksida yang terurai menjadi senyawa karbonil. Adanya senyawa karbonil menyebabkan penurunan rasa dan kualitas minyak. Berbagai penelitian dilakukan untuk memperpanjang umur minyak nabati. Umur minyak nabati dapat dinyatakan sebagai interval waktu sebelum terjadinya penurunan kualitas minyak. Penambahan antioksidan dapat memperpanjang umur minyak nabati. Antioksidan dapat mengorbankan dirinya untuk diserang oksigen dan mengalami oksidasi. Penambahan  $\alpha$ -tokoferol (Setyopratiwi (1997) dalam Ajie, 2004) dalam minyak goreng dapat memperpanjang umur minyak.

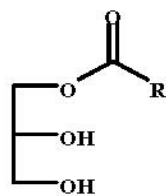
Pembentukan peroksida menyebabkan molekul menjadi tidak stabil sehingga akan mengalami dekomposisi (penguraian) menjadi asam-asam rantai pendek, alkohol, aldehid dan keton. Produk oksidasi inilah yang bertanggungjawab terhadap bau dan rasa minyak. Jadi ketengikan yang muncul dalam minyak terjadi karena adanya aldehid bukan peroksida. Kenaikan bilangan peroksida hanya merupakan indikator bahwa minyak tidak lama lagi akan tengik (Ketaren, 2008).

### c. Hidrogenasi

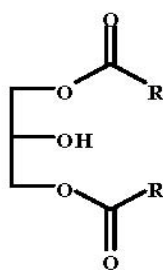
Hidrogenasi adalah proses penjumlahan atau pengerasa minyak nabati dengan menambahkan hidrogen pada ikatan rangkap dua disertai bantuan pemrosesan tekanan dan katalis. Proses hidrogenasi bertujuan menjenuhkan ikatan rangkap dari rantai karbon asam lemak pada minyak. Reaksi hidrogenasi ini menggunakan hidrogen murni dan ditambahkan serbuk nikel sebagai katalisator (Ketaren, 2008).

Komposisi yang terdapat dalam minyak nabati terdiri dari trigliserida-trigliserida asam lemak (mempunyai kandungan terbanyak dalam minyak nabati, mencapai sekitar 95%-b), asam lemak bebas (*Free Fatty Acid* atau biasa disingkat dengan FFA), mono- dan digliserida, serta beberapa komponen-komponen lain seperti *phosphoglycerides*, vitamin, mineral, atau sulfur.

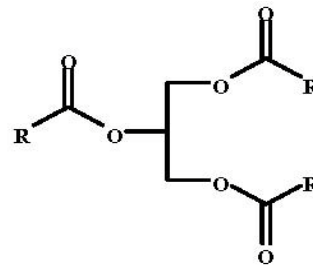
Trigliserida adalah triester dari gliserol dengan asam-asam lemak, yaitu asam-asam karboksilat beratom karbon 6 s/d 30. Trigliserida banyak dikandung dalam minyak dan lemak, merupakan komponen terbesar penyusun minyak nabati. Selain trigliserida, terdapat juga monogliserida dan digliserida.



Monogliserida



Digliserida



Trigliserida

Asam lemak bebas adalah asam lemak yang terpisahkan dari trigliserida, digliserida, monogliserida, dan gliserin bebas. Hal ini dapat disebabkan oleh pemanasan dan terdapatnya air sehingga terjadi proses hidrolisis. Oksidasi juga dapat meningkatkan kadar asam lemak bebas dalam minyak nabati.

Dalam proses konversi trigliserida menjadi alkil esternya melalui reaksi transesterifikasi dengan katalis basa, asam lemak bebas harus dipisahkan atau dikonversi menjadi alkil ester terlebih dahulu karena asam lemak bebas akan mengkonsumsi katalis. Kandungan asam lemak bebas dalam biodiesel akan mengakibatkan terbentuknya suasana asam yang dapat mengakibatkan korosi pada peralatan injeksi bahan bakar, membuat filter tersumbat dan terjadi sedimentasi pada injektor. Pemisahan atau konversi asam lemak bebas ini dinamakan tahap *preesterifikasi*.

Dengan memperhatikan struktur molekulnya minyak dapat dibedakan atas bermacam-macam jenis. Berdasarkan ada atau tidaknya ikatan ganda dalam struktur molekulnya, minyak dapat dibagi menjadi tiga kelompok, yakni:

(1) **minyak dengan asam lemak jenuh** (*saturated fatty acids*)

Asam lemak jenuh antara lain terdapat pada air susu ibu (asam laurat) dan minyak kelapa. Sifatnya stabil dan tidak mudah bereaksi/berubah menjadi asam lemak jenis lain.

(2) **minyak dengan asam lemak tak jenuh** tunggal (*mono-unsaturated fatty acids*) maupun majemuk (*poly-unsaturated fatty acids*)

Asam lemak tak jenuh memiliki ikatan atom karbon rangkap yang mudah terurai dan bereaksi dengan senyawa lain, sampai mendapatkan komposisi yang stabil berupa asam lemak jenuh. Semakin banyak jumlah ikatan rangkap itu (*poly-unsaturated*), semakin mudah bereaksi/berubah minyak tersebut.

Asam lemak tak jenuh (omega 3, omega 6, omega 9) sering dipromosikan memiliki banyak manfaat, antara lain menurunkan “kolesterol jahat” (LDL = low density lipoprotein) dan mencegah serangan jantung. Banyak terdapat pada minyak sayur seperti minyak kedelai, minyak canola, minyak bunga matahari, minyak kelapa sawit, dll. Sayangnya mereka tidak mencantumkan peringatan bahwa asam lemak tak jenuh hanya baik bila langsung dikonsumsi tanpa diolah/dipanaskan dulu; juga jumlahnya tak boleh lebih dari 4 gram sehari. Karena jika dipakai untuk menggoreng, asam lemak tak jenuh justru lebih mudah membentuk akrilamida, radikal bebas, dan lemak trans yang berbahaya.

(3) **minyak dengan asam lemak trans** (*trans fatty acid*)

Asam lemak trans banyak terdapat pada lemak hewan, margarin, mentega, minyak terhidrogenasi, dan terbentuk dari proses penggorengan. Selain karsinogenik, lemak trans meningkatkan kadar kolesterol jahat, menurunkan kadar kolesterol baik, dan menyebabkan bayi-bayi lahir prematur.

Minyak yang tinggi kandungan lemak tidak jenuhnya memiliki nilai tambah hanya pada gorengan pertama saja, sementara yang tinggi asam lemak jenuhnya bisa



lebih lama lagi, meski pada akhirnya akan rusak juga. Oleh proses penggorengan sebagian ikatan rangkap akan menjadi jenuh. Penggunaan yang lama dan berkali-kali dapat menyebabkan ikatan rangkap teroksidasi, membentuk gugus peroksida dan monomer siklik. Penelitian pada binatang menunjukkan gugus peroksida dalam dosis yang besar dapat merangsang terjadinya kanker kolon, tapi kerusakan tidak hanya terjadi karena dipakai menggoreng. Penyimpanan yang salah dalam jangka waktu tertentu dapat menyebabkannya pula karena pecahnya ikatan *trigliserida* menjadi gliserol dan asam lemak bebas (*free fatty acid/ FFA*). Selain menyebabkan tengik, FFA juga bisa menaikkan kolesterol darah. Minyak yang 'bagus' adalah minyak dengan kandungan fase padat (stearin) yang sedikit. Minyak ini lebih cocok dipakai menggoreng dengan api kecil dan sedang serta lebih tahan terhadap reaksi kimia (susah tengik). Sementara jika kita ingin menggoreng dengan suhu tinggi lebih baik kita pakai minyak padat (stearin atau lemak lainnya) karena sifat ikatannya. Kalau minyak sudah mulai menghitam maka struktur minyak tersebut telah rusak.

Asam lemak jenuh yang terdapat pada minyak nabati akan menentukan sifat biodiesel. Perbedaan antara asam lemak jenuh dan tak jenuh terdapat pada ikatan rangkap. Asam lemak tak jenuh mempunyai ikatan rangkap pada rantai karbon, sedangkan asam lemak jenuh tidak punya. Ikatan rangkap pada rantai karbon menyebabkan senyawa tidak mampu membentuk kerapatan atom-atom, namun ia akan membentuk rantai melingkar. Ini akan membuat ikatan Van der Waals melemah, sehingga titik cair dari asam lemak tak jenuh juga rendah. Biodiesel dari kelapa mempunyai viskositas yang lebih rendah karena mempunyai rantai pendek (laurat,

$C_{12}H_{24}O_2$ ), dibandingkan dengan biodiesel dari kedelai (mengandung linolenat,  $C_{18}H_{32}O_2$ ), dan biodiesel dari minyak sawit (mengandung palmitat,  $C_{16}H_{32}O_2$  dan stearat,  $C_{18}H_{34}O_2$ ) (Ardiyanti, 2003).

Reaksi minyak dengan kandungan asam lemak jenuh besar seperti minyak kelapa (asam laurat,  $C_{12}$ ) akan lebih cepat jika dibandingkan dengan reaksi minyak dengan kandungan asam lemak tidak jenuh yang besar seperti minyak kelapa sawit (asam oleat,  $C_{18}$ ). Hal tersebut disebabkan asam lemak jenuh berantai pendek memiliki atom C karbonil lebih terbentuk sehingga lebih mudah terserang nukleofil (Sulistyaningrum, 2004 dalam Satyani, 2007).

**Tabel 3. Komposisi Asam Lemak dalam Minyak Sawit**

<b>Nama Asam Lemak</b>	<b>Rumus Asam Lemak</b>	<b>Komposisi</b>
<b>Laurat</b>	C12:0	0,2 %
<b>Miristat</b>	C14:0	1,1 %
<b>Palmitat</b>	C16:0	44,0 %
<b>Stearat</b>	C18:0	4,5 %
<b>Oleat</b>	C18:1	39,2 %
<b>Linoleat</b>	C18:2	10,1 %
<b>Lainnya</b>	-	0,9 %

Sumber: Iyung Pahan (2008)

Yang perlu menjadi catatan, umumnya minyak goreng digunakan untuk menggoreng dengan suhu minyak mencapai 200-300<sup>0</sup>C. Pada suhu ini, ikatan rangkap pada asam lemak tidak jenuh rusak, sehingga tinggal asam lemak jenuh saja. Resiko terhadap meningkatnya kolesterol darah tentu menjadi semakin tinggi. Selain itu vitamin yang larut di dalamnya seperti vitamin A,D,E, dan K ikut rusak. Yang jelas, fungsi nutrisi dari minyak goreng menjadi jauh menurun, bahkan berpengaruh negatif terhadap tubuh.

Minyak jelantah adalah minyak yang sudah pernah dipakai, sehingga sudah mengandung akrilamida, radikal bebas, dan asam lemak trans. Akrilamida adalah sejenis senyawa kimia berbahaya yang diduga dapat memicu kanker. Secara umum sifat akrilamida adalah tidak berwarna, tidak berbau, dan memiliki berat molekul 71. Senyawa ini berupa kristal putih, meleleh pada suhu 84,5 derajat Celcius, dan mendidih pada suhu 125 derajat. Senyawa ini larut dalam air, aseton, dan etanol, pada proses pembakaran menghasilkan zat-zat yang berbahaya bagi kesehatan, seperti amonia, karbonmonoksida, dan nitrogen oksida. Radikal bebas adalah molekul yang kehilangan elektron, sehingga molekul tersebut menjadi tidak stabil dan selalu berusaha mengambil elektron dari molekul atau sel lain. Radikal bebas dapat dihasilkan dari hasil metabolisme tubuh dan faktor eksternal seperti asap rokok, hasil penyinaran ultra violet, zat kimiawi dalam makanan dan polutan lain. Penyakit yang disebabkan oleh radikal bebas bersifat kronis, yaitu dibutuhkan waktu bertahun-tahun untuk penyakit tersebut menjadi nyata. Contoh penyakit yang sering dihubungkan dengan radikal bebas adalah serangan jantung, kanker, katarak dan menurunnya fungsi ginjal. Asam lemak trans (ALT) dapat menaikkan kadar LDL & menurunkan kadar HDL darah. ALT juga dapat mengurangi kemampuan tubuh mengendalikan gula darah karena dapat mengurangi respons terhadap hormon insulin. Mengonsumsi ALT 5 gr per-hari saja, dapat meningkatkan risiko penyakit jantung hingga 25% hanya dalam bbrp tahun saja.

Terlebih kalau warnanya sudah kecoklatan, dan teksturnya kental, minyak jelantah jika dipanaskan lagi semakin tinggi kandungan senyawa-senyawa

karsinogenik tersebut di dalamnya. Di dalamnya terbentuk gugus benzena yang dapat mengeluarkan senyawa dioksin ketika kita pakai untuk menggoreng dengan temperatur di bawah  $800^{\circ}\text{C}$ . Nama kimia untuk dioxin adalah: 2,3,7,8 - tetrachlorodibenzo butir dioxin (TCDD). Senyawa dioksin sendiri adalah senyawa yang tersusun oleh atom karbon, hydrogen, oksigen dan klor. Dioksin sebenarnya istilah yang digunakan untuk menyebutkan sekelompok zat-zat kimia berbahaya yang termasuk kelompok atau golongan senyawa CDD (Chlorinated Dibenzo-p-Dioxin), CDF (Chlorinated Dibenzo Furan) atau PCB (Polychlorinated Biphenyl). Ketika senyawa dioksin ini masuk ke dalam tubuh seseorang, maka sistem reproduksi sel tubuh akan terganggu dan dapat menimbulkan penyakit kanker. Minyak jelantah memiliki kandungan asam lemak bebas tinggi 2-7 %.

Minyak goreng yang telah digunakan, akan mengalami beberapa reaksi yang menurunkan mutunya. Dalam Winarno (1986) disebutkan bahwa mutu minyak goreng tergantung dari titik asapnya, yaitu suhu pemanasan minyak sampai terbentuk akrolein. Akrolein adalah sejenis aldehid yang tidak didinginkan karena dapat menimbulkan rasa gatal pada tenggorokan. Minyak yang telah digunakan untuk menggoreng akan mengalami peruraian molekul-molekul, sehingga titik asapnya turun. Bila minyak digunakan berulang kali, maka semakin cepat terbentuk akrolein sehingga membuat batuk orang yang memakan hasil gorengannya. Minyak jelantah juga mudah mengalami reaksi oksidasi sehingga jika disimpan cepat berbau tengik. Selain itu minyak jelantah juga disukai jamur aflatoksi sebagai tempat

berkembangbiak. Jamur ini menghasilkan racun aflatoksin yang dapat menyebabkan berbagai penyakit, terutama hati/liver.

Minyak jelantah (*waste cooking oil*) merupakan limbah dari minyak goreng dan bila ditinjau dari komposisi kimianya, minyak jelantah mengandung senyawa-senyawa yang bersifat karsinogenik, yang terjadi selama proses penggorengan. Jadi jelas bahwa pemakaian minyak jelantah yang berkelanjutan dapat merusak kesehatan manusia, menimbulkan penyakit kanker, dan akibat selanjutnya dapat mengurangi kecerdasan generasi berikutnya. Untuk itu perlu penanganan yang tepat agar limbah minyak jelantah ini dapat bermanfaat dan tidak menimbulkan kerugian dari aspek kesehatan manusia dan lingkungan.



**Gambar 1. Minyak jelantah sebelum dibersihkan (kanan) dan minyak jelantah sesudah dibersihkan (kiri)**

Salah satu bentuk pemanfaatan minyak jelantah agar dapat bermanfaat dari berbagai macam aspek ialah dengan mengubahnya secara proses kimia menjadi biodiesel. Hal ini dapat dilakukan karena minyak jelantah juga merupakan minyak nabati, turunan dari CPO (crude palm oil). Adapun pembuatan biodiesel dari minyak jelantah ini menggunakan reaksi transesterifikasi seperti pembuatan biodiesel pada umumnya dengan pretreatment untuk menurunkan angka asam pada minyak jelantah. Minyak nabati yang lazim digunakan dalam produksi biodiesel merupakan trigliserida yang mengandung asam oleat dan asam linoleat. Lemak yang lazim digunakan sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel merupakan trigliserida yang mengandung asam palmitat, asam stearat dan asam oleat (Saefudin, 2005).

Perkembangan biodiesel dari minyak jelantah semakin pesat dengan dilarangnya pemakaian minyak jelantah untuk campuran pakan ternak, karena sifatnya yang karsinogenik. Sekarang biodiesel dari minyak jelantah telah di produksi di mana-mana di negara Eropa, Amerika dan Jepang. Biodiesel dari minyak jelantah di Austria dikenal dengan nama AME (Altfett Methyl Ester), sedang di Jerman selain dikenal dengan AME juga mendapat nama Frittendiesel atau Ecodiesel, sedang di Jepang dikenal dengan e-oil.

Sementara di Indonesia, pemanfaatan minyak jelantah masih dinilai kontroversial. Sampai saat ini sebagian minyak jelantah dari perusahaan besar dijual ke pedagang kaki lima dan kemudian digunakan untuk menggoreng makanan dagangannya dan sebagian lain hilang begitu saja ke saluran pembuangan, sehingga dapat menjadi salah satu sumber polusi pada perairan sungai. Untuk itu perlu adanya

dukungan dari pemerintah pusat maupun pemerintah daerah untuk penanganan limbah minyak jelantah ini. Oleh karena itu, pemanfaatan minyak jelantah sebagai bahan bakar motor diesel merupakan suatu cara pembuangan limbah (minyak jelantah) yang menghasilkan nilai ekonomis serta menciptakan bahan bakar alternatif pengganti bahan bakar solar yang bersifat etis, ekonomis, dan sekaligus ekologis. Minyak yang merupakan bentuk ester dari gliserol dan asam-asam lemak penyusunnya dapat diubah melalui reaksi transesterifikasi.

### **3.2 Transesterifikasi**

Esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol yang membentuk suatu ester. Dalam esterifikasi suatu asam, alkohol bertindak sebagai nukleofilik, sedangkan pada hidrolisis ester, alkohol diganti reagen nukleofilik. Dengan demikian ada kemungkinan bahwa senyawa ester itu dapat mengalami reaksi dengan alkohol lain untuk menggantikan alkohol yang ada dalam ester tersebut membentuk ester baru dan alkohol baru (Morison dan Boyd, 1981). Reaksi antara ester dengan alkohol menghasilkan ester baru dan alkohol baru ini disebut reaksi transesterifikasi.

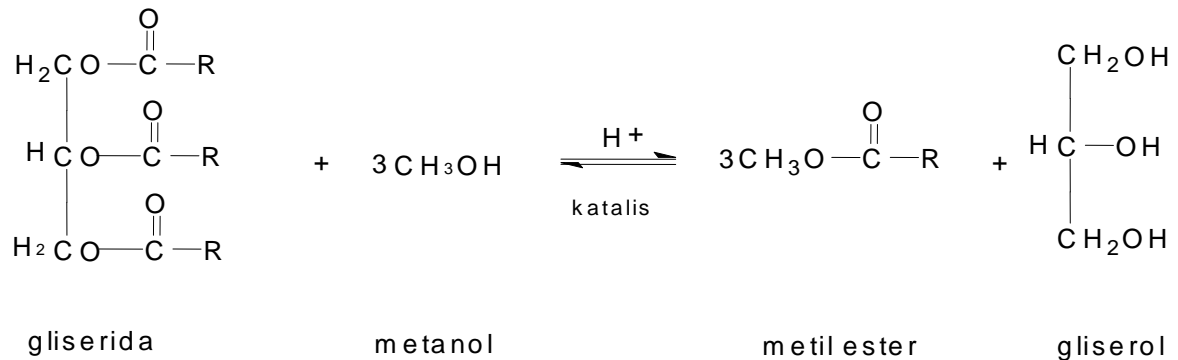
Transesterifikasi muncul sejak tahun 1846 ketika Rochider menggambarkan preparasi gliserol melalui etanolisis minyak castor (Formo, 1979). Sejak saat itu, alkoholisis mulai dipelajari di beberapa bagian dunia. Beberapa peneliti juga menyelidiki pentingnya kondisi reaksi dan parameter pada alkoholisis trigliserida, seperti minyak ikan, lemak, kedelai, biji kanola, bijin kapas, biji bunga matahari,

safflower, kacang tanah dan minyak biji rami, juga metal ester dapat dipreparasi dari minyak sawit dengan transesterifikasi menggunakan methanol dengan adanya katalis KOH dalam bak reactor. Minyak kedelai juga dapat ditransesterifikasi menjadi metal ester dan perbandingan kinerja keduanya dengan diesel juga telah dilakukan (Adams, 1983 ; Diascou, 1998).

Transesterifikasi adalah proses pergantian alkohol dan ester (trigliserida) dengan alkohol lain yang mana proses ini hampir sama dengan hidrolisis , bedanya tidak menggunakan air. Reaksi ini disebut juga alkoholisis karena pada reaksi tersebut terjadi penguraian atau pemaksa pisahan (*cleavage*) oleh alkohol. Di antara alkohol-alkohol monohidrik yang menjadi kandidat sumber/pemasok gugus alkil, metanol adalah yang paling umum digunakan, karena harganya murah dan reaktifitasnya paling tinggi (sehingga reaksi disebut metanolisis). Reaksi transesterifikasi lebih disukai daripada esterifikasi secara langsung pada asam lemak, karena kandungan gliserida lebih banyak dibandingkan asam lemak dalam suatu minyak atau lemak.

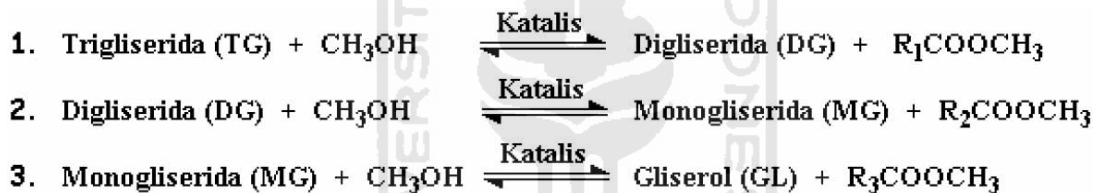
Tujuan utama reaksi transesterifikasi adalah untuk mengubah ester dari minyak atau lemak yang berupa trigliserida kompleks menjadi campuran ester yang lebih sederhana dan gliserol. Proses transesterifikasi sangat luas penggunaannya untuk menurunkan tingginya viskositas trigliserida. Faktor yang mempengaruhi reaksi transesterifikasi adalah molar ratio antara minyak-lemak dengan alkohol, jenis dan jumlah katalis yang digunakan, waktu reaksi, suhu reaksi, kandungan asam lemak dan air dalam minyak-lemak.





**Gambar 2. Reaksi Transesterifikasi**

Reaksi metanolisis terjadi dalam 3 tahap (Soerawidjaja, 2006) :



Produk yang diinginkan dari reaksi transesterifikasi adalah ester metil asam lemak. Terdapat beberapa cara agar kesetimbangan lebih ke arah produk, yaitu:

- a. Menambahkan metanol berlebih ke dalam reaksi
- b. Memisahkan gliserol
- c. Menurunkan temperatur reaksi (transesterifikasi merupakan reaksi eksoterm)

Minyak nabati yang lazim digunakan dalam produksi biodiesel merupakan trigliserida yang mengandung asam oleat dan linoleat. Lemak yang lazim digunakan sebagai bahan dasar pembuatan biodiesel merupakan trigliserida yang mengandung asam palmitat, asam stearat dan asam oleat. Minyak jelantah dan minyak kelapa sawit

mengandung asam palmitat, asam linoleat dan asam stearat (Zappi dkk, 2003). Transesterifikasi minyak jelantah menghasilkan biodiesel, sabun dan gliserol. Pemisahan alkil ester dari gliserol pada umumnya akan menghasilkan agaya berat pada semua reaksi kimia dan tahap pemisahan (Anderson dkk, 1981).

Angka asam mengidentifikasikan kandungan asam lemak bebas yang masih terdapat pada minyak atau lemak. Bila angka asam yang terlalu besar akan berpengaruh pada efektivitas katalis yang digunakan karena terjadi reaksi saponifikasi. Oleh karena itu, minyak atau lemak yang digunakan dalam proses transesterifikasi sebaiknya kandungan air dibuat seminimal mungkin (kurang dari 0,06 % w/w) dan asam lemak bebas (kurang dari 0,5 % w/w) (Hanna dan Ma, 1999). Berkurangnya asam lemak bebas menghindari reaksi saponifikasi yang terjadi jika asam lemak bebas bereaksi dengan katalis basa alkali saat reaksi transesterifikasi terkatalisis basa, selanjutnya alkil ester dan gliserol dihasilkan dalam reaksi transesterifikasi sisa trigliserida dengan katalis basa (Zappi dkk, 2003).

Seperti halnya reaksi esterifikasi, reaksi transesterifikasi bersifat *reversible* sehingga salah satu reaktan dapat dibuat berlebih agar diperoleh hasil yang maksimal. Untuk menggeser kesetimbangan kesisi kanan juga digunakan pereaksi alkohol berlebih. Secara stokhiometri reaksi transesterifikasi melibatkan 3 mol alkohol dan 1 mol trigliserida untuk menghasilkan 3 mol ester asam lemak dan 1 mol gliserol (Fessenden dan Fessenden, 1982) atau disebut rasio molar antara metanol dengan trigliserida adalah 3:1. Akan tetapi karena reaksi transesterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan sehingga untuk mendapatkan produk yang lebih banyak, konsentrasi

salah satu reaktan harus diperbesar. Biasanya rasio molar trigliserida dengan metanol yang paling sering digunakan adalah 6:1. Rasio molar yang lebih tinggi menghasilkan konversi ester yang lebih besar dalam waktu yang relative singkat. Rasio molar bersesuaian dengan jenis katalis yang akan digunakan. Freedman (1986) menggunakan rasio molar 1:30 untuk transesterifikasi minyak kedelai menggunakan butanol berkatalis asam, sedangkan reaksi berkatalis basa. Hanna (1999) memerlukan rasio 1:6 untuk memperoleh konversi ester pada hasil dan kondisi reaksi yang sama.

Katalis lebih tertarik kelapisan gliserin, sebaliknya dengan alkohol berlebih menyebabkan katalis terdistribusi merata dilapisan ester dan gliserin. Meskipun alcohol berlebih digunakan untuk meningkatkan pembentukan produk, namun disisi lain jika alcohol berlebih justru akan mempersulit pengambilan kembali gliserol. Oleh karena itu perlu ditentukan secara empiris rasio mol minyak dengan alkohol yang paling ideal. Dengan asumsi bahwa minyak jelantah didominasi oleh POO (1-palmitil-2,3-dioleil), maka lebih tepat jika transesterifikasi minyak jelantah menjadi metil ester menggunakan rasio mol minyak dengan metanol 1:12.

Pembentukan etil ester katalis basa lebih sulit dibandingkan dengan pembentukan metil ester. Permasalahannya adalah kestabilan emulsi yang terbentuk selama etanolisis. Metanol dan etanol tidak saling larut dengan trigliserida pada temperature kamar, dan campuran reaksi biasanya diaduk secara mekanik untuk menaikkan transfer massa. Selama reaksi berjalan, emulsi biasanya terbentuk. Dalam metanolisis, emulsi cepat dan mudah patah untuk membentuk lapisan bawah yang

kaya gliserol dan lapisan atas yang kaya metil ester. Dalam etanolisis, emulsi lebih stabil dan menyulitkan pemisahan ester (Zhou dkk, 2003).

Transesterifikasi dengan katalis basa menggunakan logam alkali alkoksida dari alkohol, dimana gugus alkoksida (:OR) berperan sebagai nukleofil. Reaksi pembuatan ester dalam kondisi basa suatu ester dengan ion alkoksida adalah reaksi substitusi nukleofilik melalui pembentukan intermediet tetrahedral. Reaksi transesterifikasi dengan katalis basa dalam media metanol merupakan reaksi bebas air. Adanya air akan dapat menyebabkan terjadinya reaksi saponifikasi yang dapat menurunkan konversi metil ester yang terbentuk. Air dalam sistem transesterifikasi dapat terkandung dalam minyak maupun metanol yang digunakan. Ion hidroksida bereaksi dengan trigliserida menghasilkan ion karboksilat dan metanol. Jadi terdapatnya ion hidroksida juga dapat menurunkan konversi ester dari minyak (Wijaya, 2006 dalam Satyani, 2007).

Penelitian dalam pembuatan biodiesel melalui reaksi transesterifikasi telah banyak dilakukan terutama dalam mengkaji penggunaan jenis katalis yang sesuai. Katalis yang efektif serta berharga murah lebih menguntungkan bila diterapkan dalam skala industri besar. Reaksi transesterifikasi dapat dikatalisis dengan katalis asam atau basa pada sistem katalitik homogen ataupun heterogen. Transesterifikasi berkatalis basa umum digunakan pada proses produksi biodiesel secara komersial. Metode ini dapat mencapai 90% konversi FAME (*Fatty Acids Metil Ester*) dengan 1-2 jam reaksi pada suhu ruang. Sedangkan metode transesterifikasi berkatalis asam berlangsung pada suhu di atas 100°C dengan 3-48 jam reaksi kecuali jika reaksi dilakukan pada

suhu dan tekanan tinggi. Basa bisa berfungsi sebagai katalis dalam reaksi dengan cara menarik elektron dari alkohol sehingga gugus ini menjadi reaktif.

Katalis basa yang sering digunakan pada pembuatan biodiesel adalah natrium alkoksida (NaOMe), natrium hidroksida (NaOH), kalium hidroksida (KOH), natrium karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) atau kalium karbonat (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>). Pemilihan jenis katalis yang akan digunakan tergantung pada kualitas dan efektivitas katalis tersebut serta dari segi harganya. Pada skala industri, katalis alkoksida jarang digunakan karena harganya lebih mahal dibandingkan katalis logam hidroksida. Akan tetapi katalis alkoksida tersebut dalam reaksi transesterifikasi tidak membentuk sabun melalui reaksi saponifikasi. Natrium hidroksida dan kalium hidroksida biasanya digunakan sebagai katalis dalam skala industri karena relatif lebih murah dan lebih reaktif.

Walaupun transesterifikasi menggunakan katalis alkali sistem homogen dapat memberikan konversi metil ester dalam waktu yang singkat dengan temperatur yang digunakan relatif rendah, namun penggunaan katalis alkali dalam sistem homogen pada proses transesterifikasi minyak nabati dimungkinkan dapat menghasilkan sabun melalui reaksi saponifikasi. Pembentukan sabun tidak bisa dihindari dengan adanya air dan asam lemak bebas pada sistem reaksi.

Pembentukan sabun merupakan hasil reaksi samping yang tidak diinginkan, karena dapat mengkonsumsi sebagian katalis sehingga efektivitasnya berkurang. Disamping itu, reaksi dengan katalis alkali juga memiliki beberapa kelemahan, seperti energi yang diperlukan lebih besar, serta kesulitan dalam penghilangan katalis pada tahap pemisahan dan pemurnian produk akhir, sehingga diperlukan biaya

tambahan pada tahap akhir pemurnian produk, serta katalis yang telah dipakai sebelumnya tidak dapat digunakan kembali (Pinto, 2005).

Bertolak dari masalah-masalah tersebut, berbagai usaha telah dilakukan untuk menggunakan sistem katalis heterogen dalam alkoholisis trigliserida. Penggunaan katalis ini dapat mempermudah pemisahan atau pemurnian katalis dari produk yang diperoleh serta katalisnya dapat dipakai kembali. Dengan demikian kinerjanya masih lebih menguntungkan dibandingkan katalis basa sistem homogen. Katalis heterogen yang telah dilaporkan selama ini antara lain enzim, zeolit, lempung, polimer organik, resin penukai ion, logam oksida dan lain-lain. (Pinto, 2005).

Meskipun berbagai jenis bahan kimia dianggap cukup berhasil digunakan sebagai katalisator dalam proses transesterifikasi, akan tetapi bahan-bahan tersebut dianggap cukup mahal untuk dipergunakan dalam suatu proses produksi berskala besar. Oleh sebab itu perlunya meneliti katalis yang cukup murah dan efisien untuk digunakan pada proses transesterifikasi.

### **3.3 Katalis**

Katalis adalah zat yang dapat meningkatkan laju reaksi tanpa dirinya mengalami perubahan kimia secara permanen. Katalis dapat bekerja dengan membentuk senyawa antara atau mengabsorpsi zat yang direaksikan. Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Katalis memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Efektivitas katalis

semakin baik bila luas permukaan per satuan masa katalis besar. Memperbesar luas permukaan persatuan masa katalis dapat dilakukan dengan memperkecil ukuran padatan katalis. Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Katalis mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi. Suatu reaksi yang menggunakan katalis disebut reaksi katalis dan prosesnya disebut katalisme.

Secara umum proses suatu reaksi kimia dengan penambahan katalis dapat dijelaskan sebagai berikut. Perhatikan zat A dan zat B yang direaksikan membentuk zat AB dengan zat C sebagai katalis.



Bila tanpa katalis diperlukan energi pengaktifan yang tinggi dan terbentuknya AB lambat. Namun, dengan adanya katalis C, maka terjadilah reaksi:

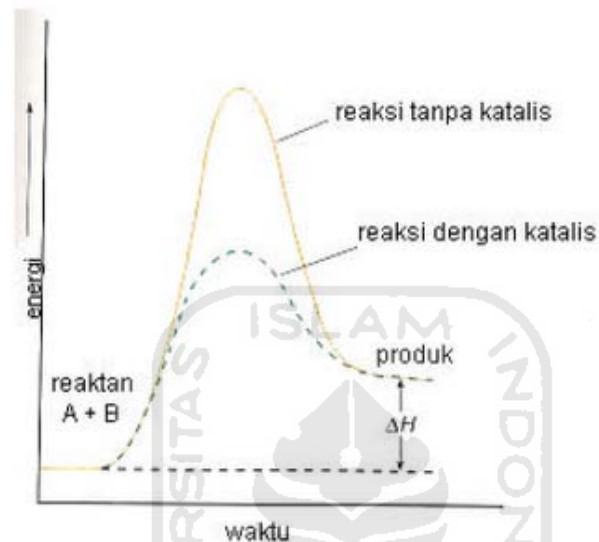


Energi pengaktifan diturunkan, AC terbentuk cepat dan seketika itu juga AC bereaksi dengan B membentuk senyawa ABC.



Energi pengaktifan reaksi ini rendah sehingga dengan cepat terbentuk ABC yang kemudian mengurai menjadi AB dan C.





**Gambar 3. Kurva Katalis menyebabkan energi pengaktifan reaksi lebih rendah**

Kualitas dari katalis ditentukan antara lain oleh seberapa cepat suatu katalis dapat mengkatalisis suatu reaksi kimia (activity), kemampuan katalis untuk mengarahkan suatu proses konversi menjadi suatu produk yang diinginkan (selectivity), seberapa cepat katalis kehilangan aktivitas atau selektivitasnya (stability) dan kemampuannya untuk diregenerasi (regenerability). Katalis yang baik adalah katalis dengan aktivitas, selektivitas, stabilitas dan regenerabilitas tinggi (Leonard, V.I,dkk,2002).

Ada dua macam katalis, yaitu katalis positif (**katalisator**) yang berfungsi mempercepat reaksi, dan katalis negatif (**inhibitor**) yang berfungsi memperlambat



laju reaksi. Katalis positif berperan menurunkan energi pengaktifan, dan membuat orientasi molekul sesuai untuk terjadinya tumbukan. Sedangkan katalisator dibedakan atas katalisator homogen dan katalisator heterogen menurut fase reaksi dan fase katalisnya.

### 3.3.1 Katalisator homogen

Katalisator homogen adalah katalisator yang mempunyai fasa sama dengan fase reaktan dan zat yang dikatalisis. Jenis asam yang digunakan sebagai katalis homogen untuk reaksi transesterifikasi meliputi, asam sulfat, asam fosfat, asam klorida, dan asam organik sulfonat.

**Tabel 4. Keuntungan dan kerugian penggunaan katalis asam homogen dalam reaksi transesterifikasi**

Keuntungan	Kerugian
1. Transesterifikasi tetap dapat berlangsung pada kondisi asam lemak dan kandungan air yang tinggi. 2. Katalis asam dapat digunakan bila minyak yang digunakan dikategorikan <i>low grade material</i> . 3. Proses ekstraksi dan transesterifikasi dapat berlangsung secara simultan.	Reaksi transesterifikasi berlangsung lebih lambat dibandingkan katalis basa.

Sumber: Viswanathan dan Ramaswamy (2008)

Jenis katalis basa homogen yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi meliputi NaOH, KOH, karbonat, dan alkoksida seperti natrium metoksida, etoksida, propoksida, dan butoksida.

**Tabel 5. Keuntungan dan kerugian penggunaan katalis basa homogen dalam reaksi transesterifikasi**

Keuntungan	Kerugian
1. Kurang lebih 4000 kali lebih cepat dibandingkan reaksi transesterifikasi berkatalis asam. 2. Kandungan FFA minyak harus sekecil mungkin. 3. Metoksida lebih efektif dibandingkan hidroksida.	1. Gliserida dan alkohol harus dalam keadaan anhidrat, supaya tidak terjadi saponifikasi yang dapat mengurangi efisiensi katalitik, pembentukan gel, dan menyebabkan sulitnya pemisahan gliserol. 2. Rasio molar metanol terhadap minyak harus 6:1 atau lebih.

Sumber: Viswanathan dan Ramaswamy (2008)

### 3.3.2 Katalisator heterogen

Katalisator heterogen adalah katalisator yang mempunyai fasa tidak sama dengan reaktan dan zat yang dikatalisis. Umumnya katalisator heterogen berupa zat padat dan mempromosikan reaksi dengan reaktan berwujud gas atau cair dalam

kontak dengan material padat. Reaksi katalis heterogen berhubungan erat dengan penggunaan prinsip adsorpsi (penyerapan) substansi pada permukaan adsorben.

Banyak proses industri yang menggunakan katalisator heterogen, sehingga proses dapat berlangsung lebih cepat dan biaya produksi dapat dikurangi. Banyak logam yang dapat mengikat cukup banyak molekul-molekul gas pada permukaannya, misalnya Ni, Pt, Pd dan V. Gaya tarik menarik antara atom logam dengan molekul gas dapat memperlemah ikatan kovalen pada molekul gas, dan bahkan dapat memutuskan ikatan itu. Akibatnya molekul gas yang teradsorpsi pada permukaan logam ini menjadi lebih reaktif daripada molekul gas yang tidak teradsorpsi. Prinsip ini adalah kerja dari katalis heterogen, yang banyak dimanfaatkan untuk mengkatalisis reaksi-reaksi gas.

**Tabel 6. Perbandingan Katalis heterogen memiliki beberapa kelebihan dibandingkan katalis homogen diantaranya**

<b>Faktor</b>	<b>Katalisis homogen</b>	<b>Katalisis heterogen</b>
Kecepatan reaksi	Cepat dan daya konversi tinggi	Daya konversi moderat
Pasca pengolahan	Katalis tidak dapat digunakan kembali, karena harus dinetralisasi dan dicuci	Dapat digunakan kembali (regenerasi)
Keberadaan air/asam lemak	Sensitif	Tidak sensitif
Biaya	Cukup mahal	Lebih murah

Sumber: Viswanathan dan Ramaswamy (2008)

Beberapa jenis katalis heterogen telah diuji untuk reaksi transesterifikasi dan beberapa material katalis lainnya masih dilakukan penelitian lanjutan.

**Tabel 7. Jenis katalis asam heterogen dan katalis basa heterogen yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi**

Katalis asam heterogen	Katalis basa heterogen
Resin penukar ion sulfonat, mberlyst-15, Nafion, Zeolit (H-Y) H-beta, H-ZSM-5, ETS-4,10, Keluarga MCM, asam heteropoly, H <sub>3</sub> PW-1 <sub>2</sub> O <sub>40</sub> , H <sub>4</sub> SiW <sub>12</sub> O <sub>40</sub> , Zn-asetat pada silika, Asam organosulfonat pada silika mesoporus.	Hydrotalcites (Mg-Al), Cs-exchanged sepiolite, Oksida seperti MgO, CaO, La <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZnO

Sumber: Viswanathan dan Ramaswamy (2008)

Saat ini banyak industri menggunakan katalis heterogen yang mempunyai banyak keuntungan dan sifatnya yang ramah lingkungan, yaitu tidak bersifat korosif, mudah dipisahkan dari produk dengan cara filtrasi, serta dapat digunakan berulang kali dalam jangka waktu yang lama (Yadav dan Thathagar, 2002). Selain itu katalis heterogen meningkatkan kemurnian hasil karena reaksi samping dapat dieliminasi (Altiokka dan Citak, 2003). Contoh-contoh dari katalis heterogen adalah zeolit, oksida logam, dan resin *ion exchange*. Transmetilasi terjadi kira-kira 4000 kali lebih cepat dengan adanya katalis basa dibanding katalis asam dengan jumlah yang sama karena reaksinya berjalan irreversibel. Untuk alasan ini dan dikarenakan katalis basa kurang korosif terhadap peralatan industri dibanding katalis asam, maka sebagian besar transesterifikasi untuk tujuan komersial dijalankan dengan katalis basa. Konsentrasi katalis basa divariasikan antara 0,5-1% dari massa minyak untuk menghasilkan 94-99% konversi minyak nabati menjadi ester. Lebih lanjut,

peningkatan konsentrasi katalis tidak meningkatkan konversi dan sebaliknya menambah biaya karena perlunya pemisahan katalis dari produk.

Encinar (2002) telah mempelajari pengaruh jenis dan konsentrasi katalis, dalam hal ini katalis basa terhadap konversi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi dalam media etanol. Semakin tinggi konsentrasi katalis maka semakin meningkat konversi produk transesterifikasi, tapi untuk konsentrasi yang telah tinggi akan dapat menyebabkan penurunan produk karena dapat merusak kandungan asam lemak. Yulianti (2002) menyatakan bahwa konversi dan konstanta laju reaksi meningkat sebanding dengan penambahan jumlah katalis. Tedjojuwono (1992) melaporkan bahwa perubahan berat katalis dengan minyak berpengaruh terhadap jumlah gliserol yang terbentuk.

Arrowsmith (1945) menyatakan bahwa katalis basa alkali harus seminimal mungkin, karena jumlah sabun akan meningkat dengan semakin banyaknya jumlah katalis basa alkali. Dengan meningkatnya jumlah alkohol berlebih dapat meminimalkan jumlah katalis yang dibutuhkan. Namun masalah yang ditimbulkan akibat alkohol yang berlebihan adalah saat pemisahan ester dan gliserol terutama untuk etanol dan molekul alkohol yang lebih besar. Agar reaksi transesterifikasi terkatalisis basa berhasil, kandungan asam lemak bebas harus lebih kecil dari 0,5 % dan alkohol rantai pendek harus murni (Saefudin, 2005).

### 3.4 Kitosan

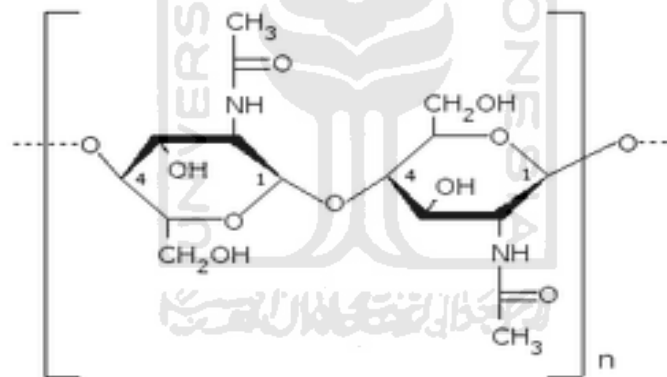
Kitosan adalah turunan kitin yang diisolasi dari kulit udang, rajungan, kepiting, dan kulit serangga lainnya. Kitosan merupakan kopolimer alam berbentuk lembaran tipis, tidak berbau, berwarna putih, dan terdiri dari dua jenis polimer yaitu gabungan dari kitin dan kitan, yaitu poli (2-deoksi-2-asetilamin-2-glukosa) dan poli (2-deoksi-2-aminoglukosa) yang berikatan secara beta (1,4) (Rismana, 2003).



**Gambar 4. Limbah laut (cangkang dan kulit udang)**

Kitin adalah polisakarida structural yang digunakan untuk menyusun eksoskeleton dari artropoda (serangga, laba-laba, krustase, dan hewan-hewan lain

sejenis). Kitin tergolong homopolisakarida linear yang tersusun atas residu N-asetilglukosamin pada rantai beta dan memiliki monomer berupa molekul glukosa dengan cabang yang mengandung nitrogen. Kitin murni mirip dengan kulit, namun akan mengeras ketika dilapisi dengan garam kalsium karbonat. Kitin membentuk serat mirip selulosa yang tidak dapat dicerna oleh vertebrata. Kitin adalah polimer yang paling melimpah dilaut. Sedangkan pada kelimpahan di muka bumi, kitin menempati posisi kedua setelah selulosa. Hal ini karena kitin dapat ditemukan diberbagai organism eukarioti termasuk serangga, moluska, krustace, fungi, alga, dan protista.



**Gambar 5. Struktur Kitin**

Kitosan merupakan produk *deasetilasi* (penghilangan gugus asetil) kitin melalui proses reaksi kimia menggunakan basa natrium hidroksida atau reaksi enzimatis menggunakan enzim *chitin deacetylase*. Serat ini bersifat tidak dicerna dan tidak diserap tubuh. Sifat menonjol kitosan adalah kemampuan mengabsorpsi lemak hingga 4-5 kali beratnya.

Kitosan terbentuk pada saat pemanasan yang terlalu lama dengan menggunakan NaOH pada proses *deproteinasi*, karena untuk mengubah kitin menjadi kitosan digunakan NaOH dengan pemanasan yang lebih lama. Kitosan mengandung nitrogen, dihasilkan dalam bentuk serbuk tetapi biasanya dimanfaatkan dalam bentuk larutan yang dibuat dengan melarutkan kitosan serbuk kedalam asam asetat (asam cuka).

Berikut adalah detail pembuatan kitin dan kitosan (Agus Widodo, dkk) :

1. Limbah laut seperti kulit udang dan cangkang dikeringkan kemudian dihaluskan.
2. Setelah halus dan menjadi bubuk, maka dimasukkan kedalam larutan NaOH 3,5 % b/v yang kemudian dipanaskan pada suhu  $65^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam, selanjutnya didinginkan dan disaring.
3. Kemudian residu dicuci dengan air sampai netral dan dibilas dengan aquadest dan kemudian dikeringkan di dalam oven  $65^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam.
4. Setelah itu, residu yang telah netral dimasukkan kedalam larutan HCl 1 M dengan perbandingan 1:15 selama 1 jam, kemudian disaring dan dicuci sampai netral.
5. Kemudian dibilas dengan aquadest dan dikeringkan di dalam oven  $65^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam sehingga didapatlah kitin.
6. Untuk mendapatkan kitosan, kitin dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi larutan NaOH 50 % dengan perbandingan 1:10 b/v, kemudian disaring dan dicuci



dengan air dan dibilas dengan aquadest, setelah itu dikeringkan di dalam oven  $65^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam sehingga didapatkan kitosan.

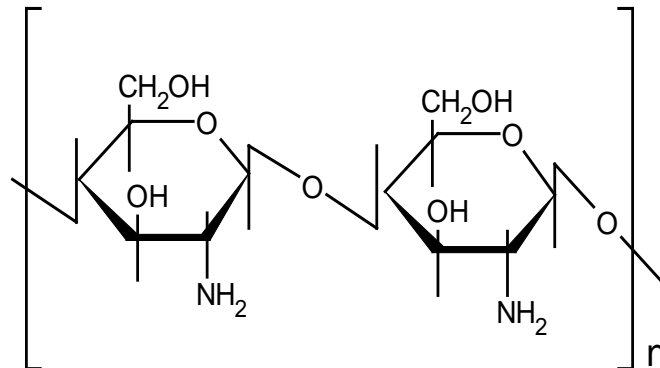
Sejarah penemuan kitin dimulai tahun 1811 oleh Henri Braconnot sebagai hasil isolasi dari jamur, sedangkan kitin dari kulit serangga diisolasi pertama kali 1820-an. Produksi alamiah kitin di dunia diperkirakan mencapai  $10^9$  metrik ton per tahun. Senyawa ini dijumpai sebagai komponen eksoskeleton kelompok crustaceae, dinding sel insekta, kapang dan kamir (Patil, 2000). Wilayah perairan Indonesia merupakan sumber cangkang hewan invertebrate laut berkulit keras (*crustacea*) yang mengandung kitin secara berlimpah. Kitin yang terkandung dalam crustacean berada dalam kadar yang cukup tinggi berkisar 20-60 % tergantung spesies. Limbah berkitin di Indonesia yang dihasilkan saat ini sekitar 56.200 ton per tahun (Departemen Kelautan dan Perikanan, 2000).

Kitosan ditemukan C.Roughet tahun 1859 dengan memasak kitin dan basa seperti pembuatan sabun yang diperoleh dengan merefluks kitin dengan larutan KOH pekat. Perkembangan penggunaan bahan alami, akhir 1970-an, meningkatkan konsumsi kitosan, terlebih dengan beberapa penemuan baru untuk aplikasi kitosan di bidang farmasi dan kesehatan di akhir 1990-an hingga sekarang.

Kitosan adalah serat polimer alami yang mampu menghambat penyerapan lemak dan kolesterol oleh tubuh. Karena itu, sekarang kitosan amat diminati dan banyak produk kapsul kesehatan yang mengandung kitosan dengan klaim dapat menyerap lemak, kolesterol, dan menurunkan berat badan.

Pada tahun 1988, kitosan mulai masuk dalam industri. Di Taiwan, kitosan digunakan sebagai anti bakteri, biasanya digunakan untuk anti bakteri pada textile, makanan sehat, dan bahan tambahan dalam makanan, kosmetik, dan dalam proses pertumbuhan pertanian. Setelah 8 tahun, di negara bagian AS menyelediki produksi tehnik dan sampai saat ini digunakan sistem distribusi untuk pasar lebih dari 20 produk yang meliputi seluruh dunia. Kitosan terbentuk dari 100% material alami sehingga material ini stabil dan aman untuk lingkungan serta tidak berbahaya untuk manusia.

Kitosan mempunyai sifat polikation, mempunyai kombinasi sifat-sifat khas seperti bioaktifitas, biodegrabilitas dan sifat liat sehingga kitosan merupakan jenis polimer yang banyak dimanfaatkan diberbagai bidang. Adanya gugus reaktif amino pada atom C-2 dan gugus hidroksil pada atom C-3 dan C-6 pada kitosan bermanfaat dalam aplikasinya yang luas yaitu sebagai pengawet hasil perikanan, alat ukur ketebalan, serat film, agen anti bakteri, agen menyembuhkan luka, agen anti mikroba, penstabil warna produk pangan, sebagai flokulan dan membantu proses reverse osmosis dalam penjernihan air, aditif untuk produk agrokimia dan pengawet benih (Muzzarelli, 1997 ; Shahidi, 1999).



**Gambar 6. Struktur Kitosan**

### Sifat-sifat Kitosan

Kitosan mempunyai nama ilmiah β-1, 4-poli-D-glukosamin dan mempunyai rumus molekul ( C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>4</sub> )<sub>n</sub>. Kitosan terdiri dari unit N-asetil glikosamin dan N glukosamin. Sifat fisika dari kitosan yaitu berwarna putih jernih, berbentuk bubuk seperti Kristal dan dapat larut dalam air dan larutan alkali. Kitosan merupakan senyawa tidak larut dalam HCl dan HNO<sub>3</sub>, 0,5 % H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Kitosan juga tidak larut dalam beberapa pelarut organik seperti alkohol, aseton, dimetil formamida dan dimetil sulfoksida tetapi kitosan larut baik dalam asam format berkonsentrasi 0,2 – 100 % dalam air.



**Gambar 7. Bubuk Kitosan**

Kitosan (poli- $\beta$ -1, 4-glukosamin) disiapkan secara komersial dengan deasetilase basa kitin yang didapat dari eksoskeleton crustacean laut, kitosan mempunyai nilai pKa kira-kira 6,3 pada nilai pH lebih rendah, molekulnya bersifat kation karena protonasi dari grup amino. Laporan selanjutnya terindikasi bahwa ketika kitosan dilarutkan dalam garam, air suling atau media laboratorium menunjukkan aktifitas anti microbial melawan sertain-sertain berfilamen dari funi, yeast, bakteri (Rhoades dan Roller, 2000). Menurut Hardjito (2001) bahwa karena memiliki gugus aktif yang akan berikatan dengan mikroba, maka kitosan juga mampu menghambat pertumbuhan mikroba. Menurut Rismana (2001) multiguna kitosan tidak terlepas dari sifat alaminya. Sifat alami tersebut dapat dibagi menjadi 2 sifat besar, yaitu sifat kimia dan sifat biologi. Sifat kimia kitosan sama dengan kitin tetapi yang khas antara lain :

1. Merupakan polimer poliamin berbentuk linier
2. Mempunyai gugus amino aktif
3. Mempunyai kemampuan mengikat beberapa logam

Sifat biologi kitosan antara lain :

1. Bersifat biokompatibel, artinya sebagai polimer alami sifatnya tidak mempunyai akibat samping, tidak beracun, tidak dapat dicerna, mudah diuraikan oleh mikroba (*biodegradable*)
2. Dapat berikatan dengan sel mamalia dan sel mikroba secara agresif
3. Mampu meningkatkan pembentukan tulang

4. Bersifat hemostatik, fungistatik, spermisidal, anti tumor, dan anti kolesterol

Berdasarkan kedua sifat tersebut maka kitosan mempunyai sifat fisik khas, yaitu mudah dibentuk menjadi spons, larutan gel, pasta, membrane dan serat yang sangat bermanfaat dalam aplikasinya.

**Tabel 8. Sifat-sifat kitosan**

<b>SIFAT</b>	<b>KANDUNGAN JUMLAH</b>
Derajat Deasetilasi	>85 %, 90 %, 95 %
Viskositas	< 200 mpa.s
Kadar Uap	<10 %
Kadar Abu	< 1 %
Pb	< 5 ppm
As	< 2 ppm
Jumlah bakteri keseluruhan	< 1000 cfu/g
Escherichia Colli	< 30 cfu/g
Jamur dan ragi	< 100 cfu/g

Sifat kitosan hanya dapat larut dalam asam encer seperti asam asetat, asam format dan asam sitrat kecuali kitosan yang telah disubstitusi dapat larut dalam air. Adanya gugus karboksil dalam asam asetat akan memudahkan pelarutan kitosan karena terjadinya interaksi hydrogen antara gugus karboksil dengan gugus amina dari kitosan (Dunn, 1997). Dalam larutan asam, gugus amina bebas sangat cocok sebagai polikationik untuk mengkelat logam atau membentuk dispersi karena dalam larutan asam kitosan akan menjadi polimer dengan struktur lurus sehingga sangat berguna untuk flokulasi, pembentuk film atau imobilisasi enzim (Ornum, 1992). Hal tersebut didukung oleh Sandford (1989) dalam suasana asam, gugus amina bebas dari kitosan

akan terprotonasi membentuk gugus amino kationik ( $\text{NH}_3^+$ ). Kation dalam kitosan tersebut jika bereaksi dengan polimer anionik akan membentuk kompleks elektrolit.

Kitosan merupakan pecahan struktur tertentu, sehingga kitosan dapat larut dalam asam organik cair. Pemecahan dan pergantian struktur tersebut dinamai derajat deasetilasi (DD). Misalnya kitosan dengan derajat deasetilasi 0,85 bermakna bahwa ini mengandung 85 % unit amino dan 15 % lagi unit asetamido. Derajat deasetilasi merupakan factor yang menjadi asas aplikasi kitin dan kitosan dalam industri. Derajat deasetilasi didapat dari perhitungan dengan menggunakan rumus Baseline (b) yang merupakan rumus yang dikemukakan Baxter (1992) yang dimodifikasi dari Domszy dan Robert (Peh, 2002). Menurut Shofiyani (2001) nilai derat deasetilasi lebih kecil 60 % menunjukkan bahwa yang paling dominan adalah kitin dan lebih besar 60 % menunjukkan bahwa yang paling dominan adalah kitosan.

Reaktivitas yang tinggi dari gugus amino bebas menjadikan kitosan mempunyai potensi sebagai basa Lewis. Makin panjang rantai kitosan, makin banyak kandungan gugus amino bebasnya, makin tinggi sifat kebasaaan. Sifat basa ini dapat diharapkan dapat menggantikan katalis basa homogen yang biasa digunakan dalam proses transestrifikasi seperti NaOH dan KOH. Selain itu kebasaaan gugus amina kitosan dapat ditingkatkan dengan memasukkan gugus pendorong elektron ke gugus aminanya. Salah satu gugus pendorong elektron adalah gugus alkil (R). Gugus pendorong elektron akan meningkatkan kestabilan kation terhadap amina bebasnya sehingga kebasaaannyapun meningkat (Tatang S.J, 2009).

Adanya gugus reaktif amino mengandung nitrogen yang terikat kepada satu sampai tiga atom karbon dan sejumlah atom H yang berarti amina yang merupakan basa lemah, bahkan jauh lebih lemah daripada ion hidroksida. Amina dapat memberikan sepasang electron sunyi dari nitrogennya dan membentuk ikatan dengan sebuah proton. Amina yang larut dalam air mengalami reaksi reversible dengan air yang membebaskan ion hidroksida. Suatu reaksi asam basa adalah suatu kesetimbangan yang dapat digeser kesalah satu pihak dari persamaan reaksi oleh stabilitas pereaksi atau hasil reaksi. Setiap struktur atau lingkungan yang menstabilkan amina terprotonasi relative terhadap yang bebas atau amina tidak terprotonasi akan menambah kekuatan basa dari amina. Sifat struktural yang mempengaruhi kuat asam relative dari kuat basa amina :

1. Jika amina bebas terstabilkan relative terhadap kationnya, maka amina itu merupakan basa yang lebih lemah.
2. Jika kation itu terstabilkan relative terhadap amina bebasnya, maka amina itu adalah basa yang lebih kuat.

Amina bersifat basa lemah dan menerima sebuah proton dari air dalam suatu reaksi asam basa yang *reversible*. Jika kation yang terstabilkan relatif terhadap amina bebasnya, maka amina itu adalah basa yang lebih kuat. Suatu gugus pendorong elektron seperti gugus alkil pada nitrogen akan menaikkan kebasaan dengan cara menyebarkan muatan positif. Dengan penyebaran muatan positif, kation itu akan terstabilkan relatif terhadap amina bebas. Oleh karena itu, kuat basa bertambah dalam deret  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{NH}_2$ , dan  $(\text{CH}_3)_2\text{NH}$ .

Faktor lain yang mempengaruhi kekuatan basa ialah adanya pasangan electron sunyi untuk membentuk ikatan dengan sebuah proton. Sebuah gugus pelepas electron seperti gugus alkil pada N akan menaikkan kebasaan dengan cara menyebarkan muatan positif. Dengan penyebaran muatan positif, kation itu akan terstabilkan relative terhadap amina bebas (Faizah, 2009).

### **3.5 Kromatografi Gas (*Gas Chromatography*)**

Kromatografi gas merupakan metode pemisahan campuran senyawa / komponen menggunakan gas sebagai fasa gerak (*carrier/pembawa*) yang mendorong campuran senyawa melewati fasa diam (*kolom*) untuk dipisahkan dan diidentifikasi oleh suatu detektor yang kemudian ditampilkan sebagai suatu kromatogram oleh pencatat (*recorder*). Prinsip pemisahan dengan GC, menggunakan fasa gerak gas, fasa diam cairan yang ditempatkan pada suatu padatan pendukung (*solid support*) dan berinteraksi (bagaimana suatu senyawa terpisah) dengan interaksi partisi dimana lapisan cairan sebagai fasa diam yang diimbangkan pada suatu padatan akan mendistribusi senyawa yang akan dipisahkan dan membentuk keseimbangan dengan fasa gerak.

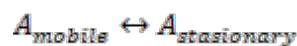
Beberapa metode dalam analisis kimia umumnya bersifat spesifik terhadap analit tertentu. Kromatografi umumnya sebagaimana yang telah kita ketahui melibatkan sampel yang terlarut dalam fasa gerak yang didorong agar melewati fasa diam dengan berbagai cara. Dalam prosesnya komponen-komponen dalam sampel memiliki kelarutan yang berbeda terhadap masing-masing fasa. Komponen didalam



sampel yang mudah larut dalam fasa diam akan berjalan lebih lambat daripada komponen yang tidak mudah larut dalam fasa diam dan cenderung terbawa oleh fasa gerak. Hal ini mengakibatkan perbedaan mobilitas dari masing-masing komponen dan hasilnya, komponen tersebut akan terpisah satu sama lainnya sepanjang perjalanannya melewati fasa diam. Dalam kromatografi gas fase Bergeraknya adalah gas dan zat terlarut terpisah sebagai uap. Pemisahan tercapai dengan partisi sampel antara fasa gas bergerak dan fasa diam berupa cairan dengan titik didih yang tinggi (tidak mudah menguap) yang terikat pada zat penunjangnya (Rubiyanto, 2006).

Dalam teknik GC dan HPLC digunakan kolom yaitu suatu tabung kecil dan sempit untuk meletakkan fasa diam dimana fasa gerak akan didorong untuk melewatinya. Dalam kromatografi gas pemisahan terjadi di dalam kolom. Sampel akan didistribusikan melalui kolom oleh penambahan secara terus menerus fasa gerak. Cara inilah yang kita kenal sebagai elusi. Laju rata-rata dimana analit bergerak didalam kolom ditentukan dengan mengukur waktu tempuhnya selama terbawa oleh fasa gerak.

Distribusi komponen atau analit A dalam fasa diam dan fasa gerak dapat digambarkan secara sederhana dalam kesetimbangan sebagai berikut:



Konstanta kesetimbangan, K, dinyatakan sebagai koefisien partisi (*partition coefficient*) yaitu konstanta molar komponen A dalam fasa diam dibagi dengan konsentrasi molar A dalam fasa gerak atau dirumuskan sebagai:

$$K = C_{stationary}^A / C_{mobile}^A$$

Dalam kromatografi gas ada beberapa istilah berkaitan dengan proses pemisahan:

1. Waktu antara injeksi sampel hingga komponen mencapai detektor pada ujung akhir dari kolom sehingga muncul puncak dalam kromatogram disebut waktu retensi ( $t_R$ ). Masing-masing komponen dalam sampel akan memiliki waktu retensi yang berbeda-beda.
2. Waktu yang diperlukan oleh fasa bergerak untuk melewati kolom disebut ( $t_M$ ).
3. Faktor retensi (*retention factor*) disimbolkan dengan  $k'$ , yang digunakan untuk menggambarkan laju migrasi komponen dalam kolom. Faktor retensi dari komponen A dirumuskan:

$$k'_A = \frac{t_R - t_M}{t_M}$$

$t_R$  dan  $t_M$  dapat diketahui dengan mudah dengan kromatogram. Ketika faktor retensi komponen kurang dari satu berarti elusi berjalan dengan sangat baik dan cepat sehingga penentuan waktu retensi secara akurat sulit dilakukan. Sedangkan faktor retensi yang tinggi ( $>20$ ) berarti elusi berlangsung sangat lambat. Idealnya menurut penyelidikan, faktor retensi berkisar antara 1-5.

4. Faktor kapasitas (*capacity factor*) yang merupakan rasio massa analit dalam fasa diam terhadap massa analit dalam fasa gerak, tetapi parameter ini jarang digunakan dalam kromatografi gas.

5. Besaran selektivitas pemisahan dua spesies A dan B dalam kolom dinyatakan dengan faktor selektivitas (*selectivity factor*) dilambangkan dengan  $\alpha$ , yang dirumuskan sebagai:

$$\alpha = k'_B/k'_A$$

Jika kita menghitung faktor selektivitas A dan B, dimana A terelusi lebih cepat daripada B maka faktor selektivitasnya akan selalu lebih besar dari satu.

Pengertian konstanta kesetimbangan partisi merupakan penjabaran lain dari hukum Nernst pada kesetimbangan interaksi sampel dalam dua pelarut berbeda. Dari konsep tersebut seharusnya pita respon kromatogram berbentuk garis lurus, tidak berbentuk puncak (Gaussian) akan tetapi yang kita jumpai adalah adanya pita-pita melebar dan tidak diskret. Peristiwa inilah yang disebut *band broadening* atau pelebaran pita. Profil dari kromatogram yang terbentuk mengkarakan kondisi kolom yang ada apakah efisien atau tidak. Pengertian efisien berarti luas dalam kromatogram karena menyangkut beragam parameter yang berkaitan dengan kerja kolom. Untuk memperoleh pemisahan yang jelas dan tajam puncak kromatogram yang simetris harus kita dapatkan artinya pelebaran puncak harus seminimal mungkin dan hal ini bermanfaat untuk mengukur efisiensi dari kolom.

### **Instrumentasi Kromatografi Gas :**

#### **1. Gas Pembawa**

Syarat mutlak gas pembawa/ fase mobil pada kromatografi gas adalah lembam dari segi kimia. Terbanyak dipakai sebagai gas pembawa pada kromatografi

gas adalah Helium, Argon, Nitrogen atau campuran Argon dan Metana. Persyaratan lain dari gas pembawa adalah kemurniannya yang tinggi, sebagai contoh helium dengan kemurnian 99,995 %. Masalah kemurnian gas yang sangat tinggi tiap detektor memberikan tuntutan kemurnian yang berbeda. Aliran gas pembawa ini harus tetap selama operasional dan laju aliran gas sebelum masuk ke dalam kolom bersama uap sampel diatur oleh sebuah pengatur tekanan yang dilengkapi meter penunjuk tekanan. Di samping itu aliran gas pembawa dikontrol dengan meter penunjuk kecepatan aliran gas pembawa. Adakalanya sebelum aliran gas pembawa masuk kolom terlebih dahulu dilewatkan pada sebuah penyaring (*traps*) untuk mencegah masuknya uap air atau sesepora impuritis lain ke dalam kolom. “*Flow splitter*” berfungsi untuk memecah aliran gas pembawa menuju kolom dan detektor. Tekanan aliran gas pembawa bervariasi disesuaikan dengan kondisi kebutuhan analisis, biasanya 10-50 psi (di atas tekanan kamar) dengan laju aliran 25-150 mL/menit.

**Tabel 9. Beberapa sifat fisik dan aplikasi gas dalam GC terlihat pada tabel dibawah**

<b>GAS</b>	<b>KONDUKTIVITAS TERMAL (108 W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)</b>	<b>VISKOSITAS (10<sup>-3</sup> Pa.s)</b>	<b>DENSITAS (kg m<sup>-3</sup>)</b>	<b>APLIKASI GAS</b>
Helium	14,7	186	0,1785	Pembawa
Nitrogen	2,39	166	1,2505	Pembawa
Argon	1,67	212	1,7839	Pembawa
Neon	4,56	298	0,8999	Pembawa
Hidrogen	16,75	84	0,0899	Pembawa + Pembakar
Oksigen	2,43	192	1,4289	Pembakar
Udara	2,39	171	1,2928	Pembakar

Persyaratan ideal gas pembawa :

- Harus bersifat inert, tidak bereaksi dengan cuplikan
- Murni, murah dan mudah didapat
- Pemilihan gas pembawa sangat bergantung pada jenis detektor yang digunakan
- Sistem pendukung gas pembawa harus menyediakan molekular sieves sebagai bahan untuk menghilangkan air dan impuritas yang lain
- Harus memenuhi difusi gas

Selain berfungsi sebagai carrier, gas ada juga yang difungsikan sebagai penghasil nyala untuk GC dengan detektor ionisasi nyala (flame ionization detector).

## 2. Tempat injeksi sampel (gerbang suntik)

Tempat injeksi (*injection port*) adalah tempat dimana suatu cuplikan dimasukkan. Fungsi dasar injektor adalah mengubah fasa sampel menjadi gas atau uap. Volume injeksi bervariasi tergantung fasa sampel. Untuk gas berkisar antara 0,5 – 50  $\mu\text{l}$  dan untuk cairan berkisar antara 0,2 – 20  $\mu\text{l}$ . Sampel yang dimasukkan ke dalam gerbang suntik merupakan suatu larutan yang mudah diatsirikan. Sampel dalam bentuk cair diinjeksikan ke dalam gerbang suntik dengan perantara sebuah jarum mikro. Volume larutan sampel yang disuntikkan bervariasi 0,01  $\mu\text{l}$  untuk kolom kapiler atau 1-20  $\mu\text{l}$  untuk kolom terpacking. Jangkauan kadar komponen yang dianalisis sampai batas ppb (*parts per billion*). Pada gerbang suntik yang terpenting

adalah program temperatur pada gerbang suntik. Umumnya temperatur diatur sampai 50 °C di atas titik didih komponen yang dianalisis.

### 3. Kolom

Kolom merupakan istilah lazim untuk bagian alat kromatografi gas dimana fasa diam diletakkan. Kolom bagi sebuah kromatografi gas sangat penting artinya, kolom dapat diibaratkan jantung kromatografi gas, sebab proses pemisahan komponen-komponen sampel terjadi di dalam kolom. Tampak dari luar suatu kolom adalah tabung berbentuk kumparan atau spiral akan tetapi terdapat juga kolom yang berbentuk lurus atau bengkok seperti huruf V atau W. Bentuk kolom yang banyak digunakan adalah berbentuk spiral. Tabung ini terbuat dari bermacam-macam bahan seperti tembaga, teflon, stainless stel, alumunium dan gelas. Tabung tembaga tidak digunakan untuk senyawa-senyawa seperti amina, asetilena, terpena dan steroid karena akan terjadi reaksi kimia. Panjang kolom bervariasi menurut standar pabrik pembuatnya. Panjang kolom dapat berkisar dari 1-3 meter. Diameter kolom mempunyai berbagai ukuran biasanya antara 0,3 mm – 5 mm. Isi kolom :

#### a. Padatan pendukung

Padatan pendukung berfungsi mengikat fase diam. Kebanyakan saat ini berupa tanah diatome yang telah dipanaskan/dikeringkan. Padatan pendukung yang biasa digunakan adalah Kiesel Guhr.

#### b. Fase diam

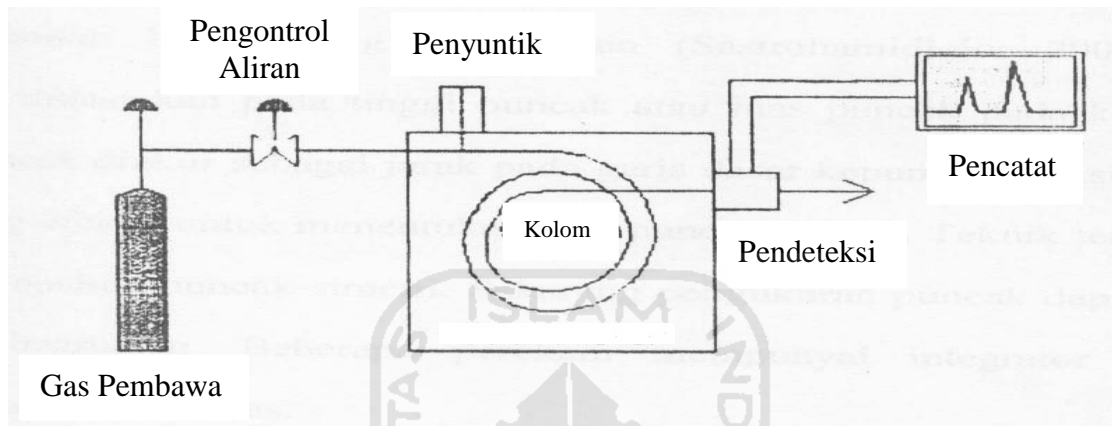
Dalam GLC fase diam berupa cairan pada fase cairan inilah pemisahan komponen-komponen dari cuplikan terjadi. Persyaratan untuk fase cair yang baik adalah sebagai berikut :

- Cuplikan-cuplikan harus menunjukkan koefisien distribusi yang berbeda
- Cuplikan-cuplikan harus mempunyai kelarutan yang tertentu dalam pelarut (fase cair)
- Fase cair harus mempunyai tekanan uap yang sangat rendah pada suhu-suhu yang tinggi : 0,01 – 0,1 mmHg
- Harus stabil dan inert
- Harus mempunyai kekentalan yang rendah, sehingga tidak mengikat gas
- Harus dengan baik tersebar dan mengikat pada padatan pendukung
- Harus larut dengan baik pada pelarut organik yang mempunyai titik didih rendah

#### 4. Detektor

Detektor pada kromatografi adalah suatu sensor elektronik yang berfungsi mengubah sinyal gas pembawa dan komponen-komponen di dalamnya menjadi sinyal elektronik untuk kemudian diteruskan ke rekorder atau pencatat menjadi gambar atau kromatogram. Sinyal elektronik detektor kromatograf akan sangat berguna untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif terhadap komponen-komponen yang terpisah diantara fase diam dan fase gerak. Terdapat banyak detektor yang dapat digunakan dalam kromatografi gas. Jenis detektor yang berbeda akan memberikan selektivitas yang berlainan. Detektor yang non selektif akan memberikan respon pada

semua senyawa kecuali senyawa gas pembawa, detektor yang selektif hanya akan memberikan respon pada satu senyawa saja.



**Gambar 8. Skema alat Kromatografi Gas**

#### **Analisis kualitatif menggunakan Kromatografi Gas**

Tujuan analisis kualitatif pada kromatografi gas adalah untuk mengidentifikasi jenis komponen suatu cuplikan (Sastrohamidjojo, 2001). Secara klasik analisis kualitatif dilakukan dengan membandingkan dua retensi komponen sampel yang dianalisis dengan komponen yang sudah diketahui. Selanjutnya dengan membandingkan data ini dengan data dan instrumen lain dan data analisis kimia, komponen sampel dapat diketahui atau diidentifikasi. Analisis kualitatif dapat juga dilakukan dengan menggunakan metode spiking yaitu suatu metode analisis pada kromatografi gas cair dengan cara menambahkan cuplikan yang telah diketahui (standar).

#### **Analisis kuantitatif menggunakan Kromatografi Gas**



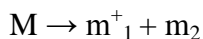
Analisis kuantitatif kromatografi gas bertujuan untuk menentukan jumlah relatif (%) dari komponen-komponen yang terpisah. Hal ini didasarkan pada kenyataan bahwa pencatat menghasilkan sinyal atau puncak yang sebanding dengan jumlah bahan yang disuntikkan (Sastrohamidjojo, 2001). Analisis kuantitatif didasarkan pada tinggi puncak atau luas puncak pada kromatogram. Tinggi puncak diukur sebagai jarak pada garis dasar ke puncak maksimum. Suatu teknik yang efektif untuk menentukan luas puncak ( $W_{1/2}$ ). Teknik tersebut hanya digunakan apabila puncak simetri. Sekarang pengukuran puncak dapat dilakukan memakai instrumen. Beberapa perekam mempunyai integrator yang akan menghasilkan ukuran luas.

### **3.6 Spektrometer Massa (MS)**

Spektrometer massa adalah suatu instrumen yang dapat menyeleksi molekul-molekul gas bermuatan berdasarkan massa atau beratnya yang berfungsi untuk mencacah fragmen massa dari setiap senyawa sehingga dapat diketahui identitas senyawa tersebut. Teknik ini tidak dapat dilakukan dengan spektroskopi, akan tetapi nama spektroskopi dipilih disebabkan persamaannya dengan pencatat fotografi dan spektrum garis optik. Menurut Mulja (1995) spektrometri massa adalah suatu metode analisis instrumental yang dipakai untuk identifikasi dan penentuan struktur dari komponen sampel dengan cara menunjukkan massa relatif dari molekul komponen dan massa relatif hasil pecahannya. Umumnya spektrum massa diperoleh dengan mengubah senyawa suatu sampel menjadi ion-ion yang bergerak cepat yang dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan ( $m/e$ ). Proses ionisasi

menghasilkan partikel-partikel bermuatan positif, dimana massa yang terdistribusi adalah spesifik terhadap senyawa induk. Selain itu penentuan struktur molekul, spektrum massa digunakan untuk penentuan analisis kuantitatif. Biasanya sampel ditembaki dengan berkas elektron yang menghasilkan suatu ion molekul atau fragmen ionik. Fragmen-fragmen dapat dipisahkan menurut massanya (Khopkar, 2003).

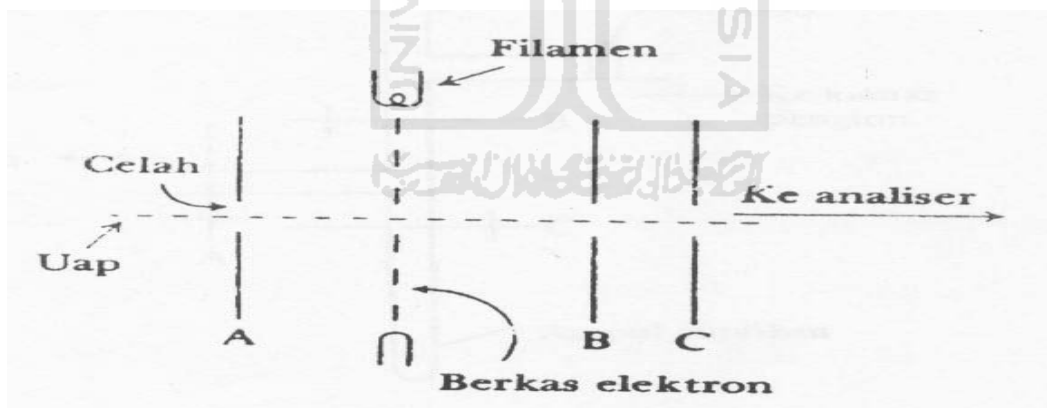
Dalam spektrometri massa, molekul-molekul organik ditembaki dengan berkas elektron dan diubah menjadi ion-ion bermuatan positif yang bertenaga tinggi (ion-ion molekular) yang dapat dipecah menjadi ion-ion yang lebih kecil (ion-ion pecahan atau ion-ion anak). Lepasnya elektron dari molekul menghasilkan radikal kation dan proses ini dinyatakan sebagai  $M \rightarrow M^+$ . Ion molekular  $M^+$  biasanya terurai menjadi sepasang pecahan atau fragmen, yang dapat berupa radikal dan ion, atau molekul yang kecil dan radikal kation.



Ion-ion molekular, ion-ion pecahan dan ion-ion radikal pecahan dipisahkan oleh pembelokan dalam medan magnet yang dapat berubah sesuai dengan massa dan muatan mereka, dan menimbulkan arus listrik (arus ion) pada kolektor yang sebanding dengan limpahan relatif mereka. Spektrum massa adalah merupakan gambar antara limpahan relatif lawan perbandingan massa/muatan ( $m/z$ ). Partikel-partikel netral yang dihasilkan dalam pemecahan atau fragmentasi, yaitu molekul tak bermuatan ( $m_2$ ) atau radikal ( $m_2'$ ) tidak dapat dideteksi dalam spektrometer massa.

### **Instrumentasi Spektrometer Massa**

Dalam membicarakan dasar-dasar dari spektrometri massa, kita pertama-tama mempunyai persoalan cara memasukkan beberapa microgram uap cuplikan kedalam sistem pengurangan tekanan tinggi (kira-kira  $10^{-6}$  mm Hg) dari spektrometer. Uap kemudian dialirkan melalui celah kedalam kamar ion dimana ia ditembak dengan seberkas elektron yang dipercepat dari suatu filamen, biasanya dengan tenaga sekitar 70 Ev (Sastrohamidjojo, 2001). Energi sebesar 70 Ev dapat memutus setiap ikatan yang terdapat pada senyawa, namun demikian dalam analisis menggunakan aturan tertentu. Proses yang terjadi adalah berkas elektron menumbuk suatu molekul hingga melepaskan sebuah elektron untuk membentuk ion molekul (parent ion), kemudian akan terjadi pemecahan/fragmentasi (cleavage).

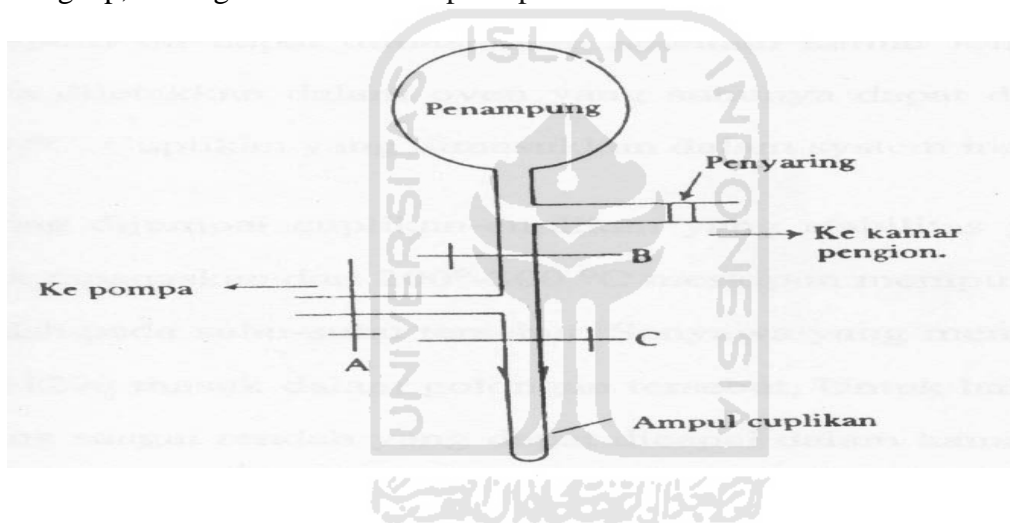


**Gambar 9. Skema kerja Spektrometer Massa**

Berbagai ion positif dihasilkan oleh elektron yang menumbuk molekul, kemudian dipercepat melalui celah kedua dengan potensial penolakan yang diberikan diantara A dan B. Akhirnya suatu potensial pemercepat yang besar (kira-kira 8 kv)

ditempatkan antara B dan C memungkinkan ion-ion positif berjalan dengan kecepatan yang tinggi masuk kedalam bagian penganalisa dari spektrometer massa, dimana mereka akan dipisahkan sesuai dengan perbedaan-perbedaan  $m/e$  mereka.

Berikut ini akan diuraikan secara singkat beberapa bagian dari alat yang berhubungan bagaimana memasukkan uap dari senyawa organik kedalam kamar ion spektrometer. Jika senyawa yang akan dipelajari berupa gas atau cairan yang mudah menguap, maka gambar berikut dapat dipakai secara sistematis.



**Gambar 10. Skema alat Spektrometer Massa**

Jika spektrometer tak digunakan untuk menentukan cuplikan maka katup C harus ditutup dan bila katup-katup A dan B dibuka, maka semua bagian dari sistem diatas C berada dalam keadaan vakum. Zat cair yang mudah ditempatkan dalam ampul dapat tetap berada dalam ampul dengan pendingin  $N_2$  cair sedang udara dihampakan dengan A dan C dibuka dan B ditutup. Sekali lagi keseluruhan dari sistem masuk berada dalam keadaan vakum, A ditutup, B dibuka dan  $N_2$  cair yang mendinginkan ampul diambil, kemudian cuplikan menguap masuk kedalam

penampung dari sini ia dapat ditekan pada kecepatan yang cukup melalui suatu penyaring ke kamar ion.

Sejumlah besar dari senyawa-senyawa organik adalah zat padat yang relatif stabil terhadap panas dengan berat molekul antara 100-400. Sebagian besar dari cuplikan seperti ini dapat dimasukkan kedalam kamar ion, tetapi dalam hal ini kesemuanya diletakkan dalam oven yang suhunya dapat diatur dari suhu kamar hingga 300 °C. Cuplikan yang dimasukkan dalam sistem masuk sekitar 1 mg.

Sering dijumpai cuplikan-cuplikan yang stabilitas panasnya tak cukup untuk dipanaskan dari 200 °C – 300 °C meskipun mempunyai tekanan uap yang sangat rendah pada suhu-suhu tersebut. Senyawa yang mempunyai berat molekul antara 400-1200 masuk dalam golongan tersebut. Untuk hal itu, maka diperlukan tekanan yang sangat rendah yang dapat dicapai dalam kamar ion. Cuplikan dimasukkan secara langsung dalam kamar ion pada ujung dari rangkaian dan ujung ini dapat dipanaskan dengan pemanas listrik. Tekanan uap kira-kira  $10^{-6}$  mm Hg memungkinkan diperoleh suatu spektrum dengan menggunakan cara pemasukkan langsung cuplikan kira-kira 30  $\mu$  gm. Ada beberapa cara untuk mengionkan senyawa-senyawa organik, tetapi secara rutin yang digunakan adalah dengan penembakan elektron. Molekul-molekul organik dalam tumbukannya dengan elektron mengalami dua kemungkinan: yaitu elektron ditangkap oleh molekul menghasilkan radikal anion atau elektron dilepaskan dari molekul memberikan radikal kation.



Yang terakhir adalah yang paling mungkin. Kebanyakan molekul-molekul organik membentuk ion molekuler ( $M^+$ ) bila tenaga berkas elektron mencapai 10-15 eV ( $\approx 10^3$  kJ mol<sup>-1</sup>). Pemecahan atau fragmentasi ion molekuler hanya terjadi bila tenaga yang digunakan untuk menumbuk lebih besar, dan biasanya tenaga yang digunakan adalah 70 eV ( $\approx 6 \times 10^3$  kJ mol<sup>-1</sup>).

#### 1. Sistem penanganan sampel

Bagian ini berfungsi mengubah sampel agar mempunyai bentuk gas pada tekanan rendah dan reproduksibel. Untuk sampel yang tidak menguap, diperlukan pemanas jika senyawa tersebut stabil secara termal. Senyawa-senyawa yang tidak mudah menguap dan tidak stabil secara termal dimasukkan kedalam kamar pengion dengan bantuan probe sampel yang dilengkapi pemanas yang dapat menguapkan sampel tekanan rendah.

#### 2. Sumber ion

Pada bagian ini, molekul-molekul diubah menjadi ion dalam bentuk gas. Cara yang umum untuk menghasilkan ion-ion menghasilkan meliputi penembakan sampel dengan berkas elektron berenergi tinggi. Tumbukan dengan elektron menyebabkan fragmentasi molekul-molekul yang membentuk sejumlah ion-ion positif dari berbagai massa. Proses ionisasi pada MS antara lain : elektron impact ionization (EI), chemical ionization (CI), fast atom bombardement ionization (FAB), field ionization (FI) dan field desorption (FD).

### 3. Penganalisis Massa

Ini adalah susunan alat-alat yang berguna untuk memisahkan ion-ion dengan perbandingan massa terhadap muatan yang berbeda-beda. Penganalisis massa harus dapat membedakan selisih massa yang kecil serta dapat menghasilkan arus ion yang tinggi. Ada beberapa jenis penganalisis antara lain :

- a.penganalisis berfokus tunggal dengan pembelokan magnet
- b.penganalisis berfokus ganda
- c.penganalisis lintasan waktu
- d.penganalisis kuadropol

### 4. Detektor

Bagian ini berfungsi untuk mendeteksi kualitatif dan kuantitatif fragmen ion dari analit. Ada beberapa macam detektor yang dikenal dan telah banyak dipakai pada MS yaitu detektor cawan faraday, detektor penggandaan elektron dan detektor sistem fotografi.

Spektrometer massa hanya mencatat fragmen yang bermuatan positif. Fragmen (hasil pemecahan) yang netral dan yang bermuatan negatif tidak dicatat oleh MS. Hasil fragmentasi digambarkan dalam suatu bentuk puncak-puncak diagram, sedangkan ketinggian puncak menyatakan intensitas limpahan dan sekaligus memberikan keterangan stabilitas hasil fragmentasi. Puncak yang paling besar limpahannya dalam spektrum disebut puncak dasar (base peak), diberi tanda harga 100%. Sedangkan puncak-puncak lain termasuk ion molekul. Ion molekul yang

memberikan energi yaitu puncak yang mempunyai bilangan massa yang paling besar (kecuali untuk puncak isotop).

### **Analisis kualitatif**

Spektroskopi massa memungkinkan kita untuk mengidentifikasi suatu senyawa yang tidak diketahui dengan mengkalibrasi terhadap senyawa yang telah dikenal, jadi spektrum massa digunakan untuk menentukan berat molekul atau rumus molekul atau mengidentifikasi senyawa dari pola fragmentasinya.

Nilai berat molekul yang ditentukan dengan spektrometer massa bisa saja tidak sama dengan berat molekul hasil perhitungan apabila senyawa asal mengandung unsur-unsur tertentu dengan kelimpahan isotop yang tinggi.

Rumus molekul suatu senyawa dapat ditentukan jika puncak ion molekul sudah dikenal, tetapi untuk hal-hal semacam ini diperlukan spektrometri beresolusi tinggi. Aturan nitrogen dapat digunakan untuk membantu penentuan rumus ini. Lazimnya semua senyawa organik dengan berat molekul genap tidak mengandung nitrogen atau mengandung sejumlah atom nitrogen yang genap, sedang semua senyawa organik dengan berat molekul ganjil mengandung jumlah atom nitrogen ganjil. Aturan ini berlaku untuk senyawa-senyawa kovalen yang mengandung C, H, O, S dan halogen. Pola fragmentasi dipergunakan untuk mengidentifikasi senyawa, juga memungkinkan terhadap pengenalan gugus fungsi dengan melihat puncak-puncak fragmentasi spesifik.



Alkohol-alkohol mempunyai puncak-puncak yang kuat dan melepaskan molekul air dengan  $m/e = 18$ . Pemutusan ikatan C-C yang berdekatan dengan atom oksigen sangat umum terjadi. Alkohol primer mempunyai puncak yang kuat pada massa  $m/e = 31$  berasal dari ion  $\text{CH}_2\text{-OH}$ .

### **Analisis kuantitatif**

Spektrometer massa dapat dipakai untuk analisis kuantitatif suatu campuran senyawa-senyawa yang dekat hubungannya. Analisis ini dapat dipergunakan untuk analisis campuran, baik senyawa organik maupun anorganik yang bertekanan uap rendah. Karena pola fragmentasi senyawa campuran adalah aditif sifatnya, suatu campuran dapat dianalisis jika berada dalam kondisi yang sama.

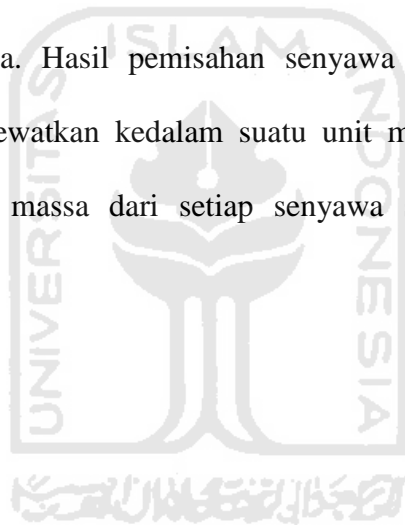
Spektrometer massa akan memberikan hasil yang lebih baik jika dikombinasikan dengan GC. Biasanya GC digabungkan dengan spektrometer *quadrupole*. Persyaratan dasar analisisnya adalah setiap senyawa harus mempunyai paling tidak satu puncak yang spesifik, kontribusi puncak harus aditif dan sensitifitas harus reproduksibel serta adanya senyawa referensi yang sesuai. Dengan spektrometer massa beresolusi tinggi, senyawa-senyawa polimer dengan berat molekul besar dapat dianalisis juga serta dapat digunakan untuk menganalisis produk-produk petroleum.

Spektrometer massa dapat dipergunakan untuk analisis runutan anorganik terutama dengan menggunakan sumber bunga api listrik dan juga dapat menganalisis unsur-unsur runutan dalam paduan atau super konduktor. Tipe bunga api listrik mempunyai sensitifitas yang tinggi dan dapat menentukan sampai tingkat ppb.

Kekurangan dari spektrometer massa bunga api listrik adalah ketidakberaturan dari sumber dan kurang reproduksibel, tetapi kekurangan ini dapat diatasi dengan memakai sistem deteksi fotografi. Analisis kuantitatif instrumen semacam ini didasarkan pada garis-garis fotografi dengan standar yang sesuai.

### **3.7 Gas Chromatography – Mass Spectrometer (GC-MS)**

GC-MS merupakan suatu metode kombinasi antara kromatografi gas cair dengan spektrometri massa. Hasil pemisahan senyawa yang keluar dari kolom kromatografi gas akan dilewatkan kedalam suatu unit mass spect yang berfungsi untuk mencacah fragmen massa dari setiap senyawa sehingga dapat diketahui identitas senyawa tersebut.



## **HIPOTESIS PENELITIAN**

Selama ini penelitian yang ada, reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah dengan katalis kitosan menggunakan jumlah katalis kitosan yang lebih besar dan waktu reaksi yang lama. Untuk menekan harga dan efisiensi waktu, penelitian kali ini bertujuan untuk melakukan proses pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dengan katalis kitosan dengan variasi jumlah katalis kitosan yang lebih sedikit dan variasi waktu prosesnya yang lebih cepat dengan harapan bahwa katalis kitosan mampu menjadi katalis yang benar-benar efisien dalam reaksi transesterifikasi dari minyak jelantah.



## B A B IV

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 4.1 Alat dan Bahan

##### 4.1.1 Alat-alat yang digunakan

1. Pengukur waktu
2. Pengaduk magnetik + *hot plate*
3. Seperangkat alat refluks
4. Timbangan analitik
5. Kertas saring
6. Termometer
7. Penangas air
8. Alat-alat gelas laboratorium
9. *Gas Chromatography* merk Agilent Technologies 6890 N yang dirangkai dengan *Mass Spectrometer* merk Agilent Technologies 5975 B

##### 4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Minyak jelantah (limbah rumah tangga)
2. Bubuk Kitosan
3. Metanol p.a (Merck)
4. Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhidrat p.a (Merck)
5. Aquades

6. KOH (Merck)
7. Indikator phenolphthalein

## **4.2 Cara Kerja**

### **4.2.1 Pembersihan minyak jelantah**

Minyak jelantah yang didapat dari limbah rumah tangga yang telah dipakai beberapa kali untuk menggoreng krupuk, peyek, ikan asin dan tempe, dicampurkan dengan air (1:1) sebanyak 100 ml kedalam gelas beker dan kemudian dipanaskan pada suhu 120 °C selama 30 menit menggunakan *hot plate*. Setelah itu, minyak dipisahkan menggunakan corong pemisah. Selanjutnya minyak dipanaskan kembali untuk menghilangkan air yang tersisa dan kemudian minyak disaring dengan kertas saring untuk memisahkan pengotor padat yang berukuran besar.

### **4.2.2 Penentuan Angka Asam**

Untuk mengetahui kadar asam lemak bebas yaitu dengan menimbang sampel (minyak) sebanyak 1 gram dimasukkan kedalam erlenmeyer. Kemudian ditambah 25 mL alkohol 95 % dan dilarutkan (aduk sampai homogen). Larutan yang terjadi dipanaskan dalam penangas air selama 10 menit sampai minyak terlarut semua, alkohol berfungsi untuk melarutkan asam lemak. Selanjutnya didinginkan, setelah dingin kemudian ditambahkan 2 tetes indikator *phenolphthalein* dan dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai larutan berubah menjadi warna merah jambu yang tetap.

#### **4.2.3 Transesterifikasi Minyak Jelantah Variasi Berat Katalis Kitosan**

Reaksi transesterifikasi dilakukan dalam labu bulat leher dua kapasitas 250 mL yang telah dilengkapi dengan pemanas listrik, termometer, pengaduk magnet dan sistem pendingin. Terlebih dahulu minyak ditimbang sebanyak 20 gram, kemudian dimasukkan kedalam labu alas bulat leher dua, kemudian dirangkai dengan sistem pendingin, setelah itu ditambahkan dengan metanol (rasio mol minyak dengan metanol adalah 1:12) dan katalis kitosan dengan variasi berat 0,4 gram ; 0,6 gram ; dan 0,8 gram kedalam labu alas bulat leher dua tersebut.

Selanjutnya larutan direfluks pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Setelah itu, refluks dihentikan dan campuran yang terbentuk dituang ke dalam corong pemisah, dibiarkan terjadi pemisahan selama 12 jam pada temperatur kamar agar proses pemisahan terbentuk sempurna. Maka akan terbentuk dua lapisan, yaitu berturut-turut dari atas ke bawah adalah metil ester (biodiesel) dan gliserol. Kemudian metil ester diambil dan ditimbang. Langkah terakhir adalah dengan penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat sebanyak 0,5 gram untuk mengikat sisa-sisa air, kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh ester murni.

#### **4.2.4 Transesterifikasi Minyak Jelantah Variasi Waktu Reaksi**

Sama halnya dengan proses transesterifikasi sebelumnya, reaksi transesterifikasi dilakukan dalam labu bulat leher dua kapasitas 250 mL yang telah dilengkapi dengan pemanas listrik, termometer, pengaduk magnet dan sistem pendingin. Terlebih dahulu minyak dimasukkan sebanyak 20 gram kedalam labu alas bulat leher dua, kemudian dirangkai dengan sistem pendingin, kemudian

ditambahkan dengan metanol (rasio mol minyak dengan metanol adalah 1:12) dan katalis kitosan dengan berat terbaik pada transesterifikasi sebelumnya.

Selanjutnya larutan direfluks pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  dengan variasi waktu 30 menit, 60 menit dan 120 menit. Setelah itu, refluks dihentikan dan campuran yang terbentuk dituang ke dalam corong pemisah, dibiarkan terjadi pemisahan selama 12 jam pada temperatur kamar agar proses pemisahan terbentuk sempurna. Maka akan terbentuk dua lapisan, yaitu berturut-turut dari atas ke bawah adalah metil ester (biodiesel) dan gliserol. Kemudian metil ester diambil dan ditimbang. Langkah terakhir adalah dengan penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat sebanyak 0,5 gram untuk mengikat sisa-sisa air, kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh ester murni.

#### **4.2.5 Identifikasi komponen biodiesel menggunakan GC-MS**

Biodiesel yang diperoleh dianalisis dengan GC-MS dengan kondisi alat sebagai berikut :

1. Jenis kolom : HP-5MS
2. Panjang kolom : 30 meter
3. Diameter dalam kolom :  $250\ \mu\text{m}$
4. Gas pembawa : Helium
5. Tekanan : 7,06 Psi
6. Jenis injektor : Splitless
7. temperatur injektor :  $275\ ^{\circ}\text{C}$

## **BAB V**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada penelitian berjudul “Studi Pengaruh Berat Katalis Kitosan Dan Waktu Reaksi Pada Proses Transesterifikasi Dari Minyak Jelantah” terdapat beberapa tahapan. Pertama, sebelum dilakukan penelitian minyak jelantah terlebih dahulu dibersihkan. Kedua, dilakukan penentuan angka asam untuk mengetahui kadar asam lemak bebas. Ketiga, melakukan proses transesterifikasi dari minyak jelantah dengan variasi berat katalis kitosan 0,8 gram ; 0,6 gram ; 0,4 gram yang kemudian dianalisis menggunakan GC-MS. Selanjutnya, melakukan proses transesterifikasi dari minyak jelantah dengan variasi waktu reaksi transesterifikasi waktu 120 menit ; 60 menit ; 30 menit yang kemudian dianalisis dengan GC-MS. Untuk mengetahui penjelasan lebih lanjut dari tahapan-tahapan diatas adalah sebagai berikut.

#### **V.1 Pembersihan Minyak Jelantah**

Minyak jelantah dicampurkan dengan air (1:1) sebanyak 100 ml kedalam gelas beker dan kemudian dipanaskan pada suhu 120 °C selama 30 menit menggunakan hot plate. Pemanasan ini dilakukan untuk memisahkan zat-zat yang terkandung dalam minyak jelantah seperti sisa-sisa garam atau bumbu dapur yang tercampur didalam minyak jelantah dengan asumsi zat-zat tersebut akan bercampur dengan air. Setelah itu, minyak dipisahkan dengan air menggunakan corong pemisah. Selanjutnya minyak dipanaskan kembali untuk menghilangkan air yang tersisa dan kemudian minyak disaring dengan kertas saring untuk memisahkan pengotor padat



yang berukuran besar.

## **V.2 Penentuan Angka Asam**

Penentuan angka asam dilakukan untuk mengetahui kadar asam lemak bebas yaitu dengan menimbang sampel (minyak jelantah) sebanyak 1 gram yang kemudian dimasukkan kedalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan 25 alkohol 95 % sebagai pelarut untuk mekarutkan asam lemak dan diaduk hingga homogen. Larutan tersebut kemudian dipanaskan dalam penangas air selama 10 menit sampai minyak terlarut semua. Setelah itu didinginkan, dan ditambahkan 2 tetes indikator phenolphthalein dan dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N sampai larutan berubah menjadi warna merah jambu yang tetap.

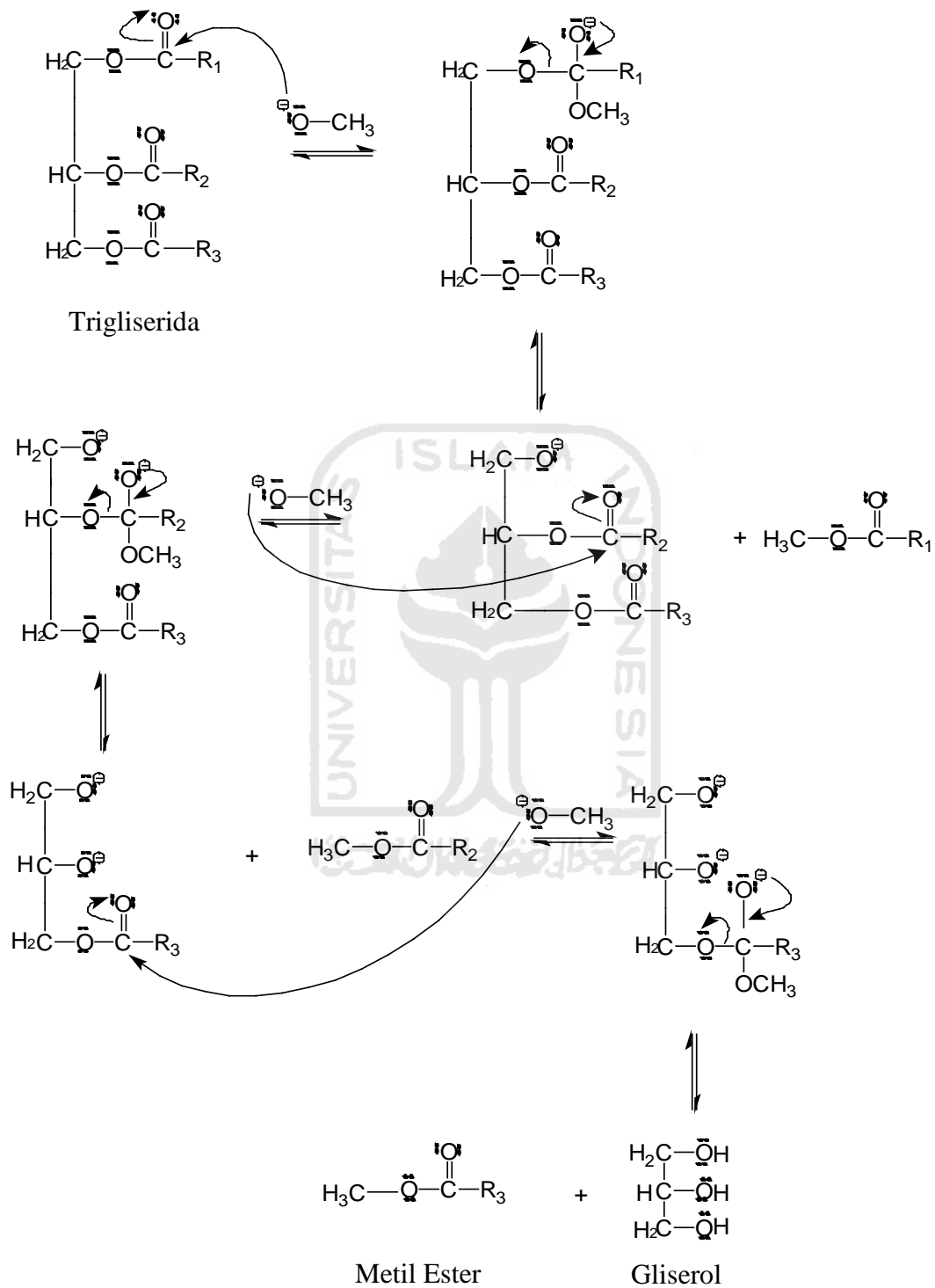
Proses ini dilakukan sebanyak 3 kali sehingga mendapatkan angka asam rata-rata 4,488 mg KOH / gram sampel. Hasil angka asam tersebut membuktikan kalau sampel (minyak jelantah) tersebut mempunyai angka asam yang cukup tinggi sebagaimana diketahui bahwa angka asam pada minyak jelantah berkisar antara 3-7. Tingginya angka asam tersebut disebabkan karena minyak jelantah telah mengalami proses pemanasan yang cukup tinggi dan menunjukkan bahwa jika bereaksi pada proses transesterifikasi mempunyai kemungkinan besar untuk menghasilkan produk samping dari metil ester (biodiesel) yaitu gliserol yang mana dapat digunakan menjadi bahan pembuatan sabun.

## **V.3 Transesterifikasi Minyak Jelantah**

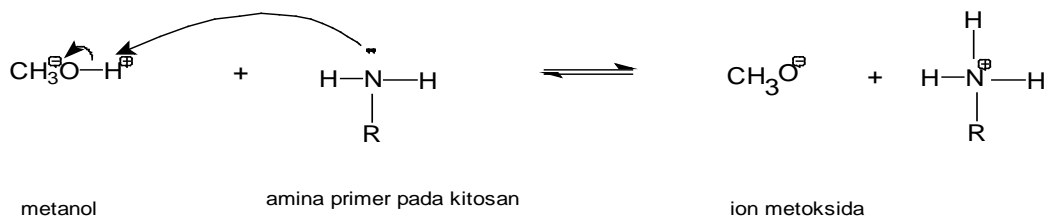
Reaksi transesterifikasi dilakukan dalam labu bulat leher dua kapasitas 250 mL yang telah dilengkapi dengan pemanas listrik, termometer, pengaduk magnet dan

sistem pendingin. Terlebih dahulu minyak dimasukkan sebanyak 20 gram kedalam labu alas bulat leher dua, kemudian dirangkai dengan sistem pendingin, kemudian ditambahkan dengan metanol (rasio mol minyak dengan metanol adalah 1:12 dengan asumsi trigliserida minyak jelantah kelapa sawit didominasi oleh POO dengan berat molekul 856 g/mol (Yoeswono, 2008) sedangkan BM metanol adalah 32,04 g/mol. Untuk rasio mol ini digunakan 20 gram minyak jelantah dengan metanol 11 mL) dan katalis kitosan dengan variasi berat 0,8 gram ; 0,6 gram ; dan 0,4 gram kedalam labu alas bulat leher dua tersebut.

Selanjutnya larutan direfluks pada suhu  $60^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam. Proses ini dinyatakan sebagai reaksi transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi bertujuan untuk mengubah ester dari minyak jelantah yang berupa trigliserida kompleks menjadi campuran ester yang lebih sederhana dan gliserol. Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisis basa dimulai dengan serangan ion metoksida pada atom karbon karbonil trigliserida menghasilkan intermediet tetrahedral kemudian mengalami eliminasi yang diikuti terbentuknya metil ester (biodiesel) dan ion gliserida yang terlihat pada mekanisme reaksi transesterifikasi. Katalis akan bereaksi dengan metanol terlebih dahulu membentuk ion metoksida yang selanjutnya menjadi pereaksi nukleofil. Reaksi pembentukan ester dalam kondisi basa dengan ion metoksida disebut reaksi nukleofilik. Seperti ammonia, amina adalah basa lemah, jauh lebih lemah daripada ion hidroksida. Amina dapat memberikan sepasang elektron sunyi dari nitrogennya dan membentuk ikatan dengan sebuah proton. Amina yang larut dalam metanol mengalami reaksi reversibel dengan metanol, yang membebaskan ion metoksida.



**Gambar 11. Mekanisme reaksi transesterifikasi**



**Gambar 12. Reaksi pembentukan ion metoksida dengan katalis kitosan**

Setelah itu, refluks dihentikan dan campuran yang terbentuk dituang ke dalam corong pemisah, dibiarkan terjadi pemisahan selama 12 jam pada temperatur kamar agar proses pemisahan terbentuk sempurna. Maka akan terbentuk dua lapisan, yaitu berturut-turut dari atas ke bawah adalah metil ester (biodiesel) dan gliserol.



**Gambar 13. Hasil transesterifikasi (kiri: terlihat dari jauh, kanan: terlihat dari dekat) membentuk 2 lapisan, terdiri dari lapisan atas adalah metil ester dan lapisan bawah adalah gliserol**

Kemudian metil ester diambil dan ditimbang. Langkah terakhir adalah dengan penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat sebanyak 0,5 gram untuk mengikat sisa-sisa air, kemudian disaring menggunakan kertas saring sehingga diperoleh ester murni.

Kemudian dilakukan kembali transesterifikasi dengan langkah seperti di atas menggunakan katalis kitosan dengan jumlah terbaik pada transesterifikasi sebelumnya dengan variasi waktu 120 menit ; 60 menit ; 30 menit.



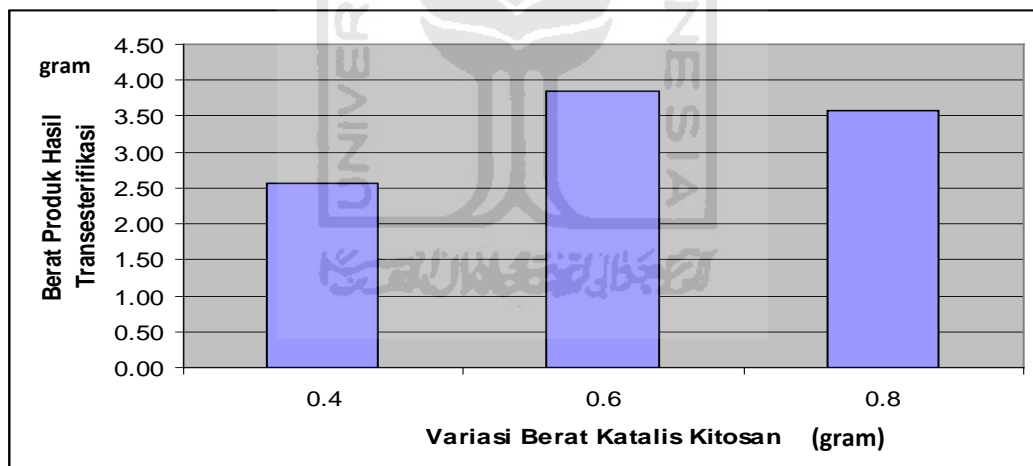
**Gambar 14. Metil ester yang sudah dipisahkan dan ditimbang**

Adapun hasil dari proses transesterifikasi setelah dipisahkan dan ditimbang memperlihatkan bahwa pada variasi berat katalis, transesterifikasi yang menggunakan berat katalis 0,6 gram lebih banyak menghasilkan produk yaitu 3,84 gram dibandingkan menggunakan berat katalis 0,8 gram dan 0,4 gram. Dapat juga dilihat, pada transesterifikasi variasi waktu, bahwa reaksi yang berlangsung 30 menit menghasilkan produk yang lebih banyak. Berikut tabel hasil reaksi dari reaksi transesterifikasi.

**Tabel 10. Hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan**

No	Berat minyak jelantah (gram)	Berat katalis kitosan (gram)	Rasio mol minyak:metanol	Temperatur ( $^{\circ}$ C)	Waktu reaksi (menit)	Berat produk (gram)
1.	20	0,8	1:12	60	120	3,58
2.	20	0,6	1:12	60	120	3,84
3.	20	0,4	1:12	60	120	2,56

Data dari tabel diatas menunjukkan bahwa produk hasil transesterifikasi dengan variasi berat katalis kitosan 0,8 gram adalah 3,58 gram, katalis kitosan 0,6 gram adalah 3,84 gram dan katalis kitosan 0,4 gram adalah 2,56 gram.

**Gambar 15. Grafik hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi berat katalis kitosan**

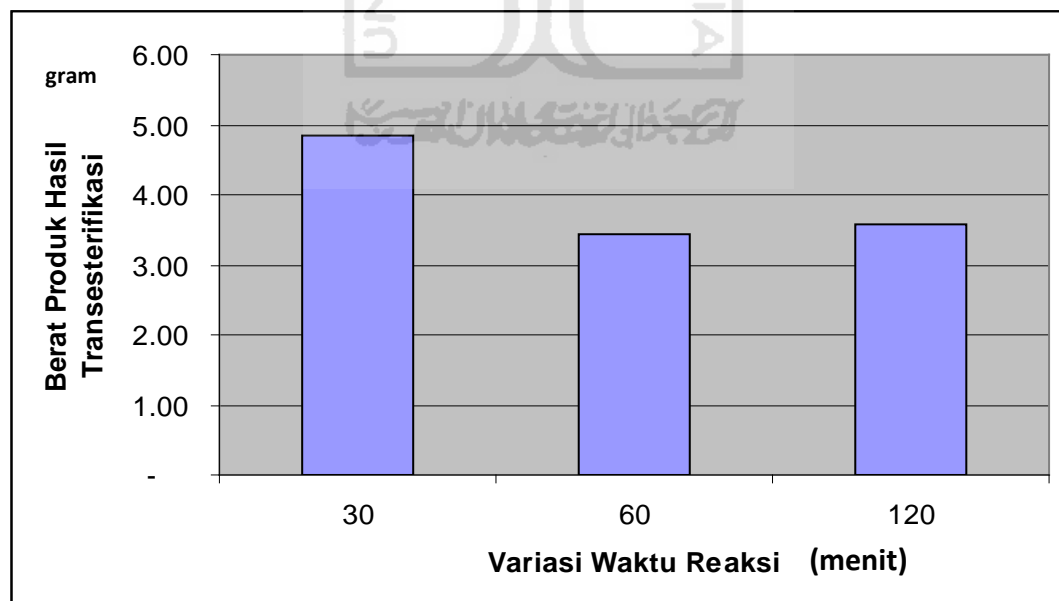
Grafik diatas menunjukkan bahwa produk dari reaksi transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis 0,6 gram lebih menghasilkan produk yang banyak daripada berat katalis kitosan 0,8 gram dan 0,6 gram. Selanjutnya adalah hasil

transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu yang dijelaskan pada tabel dibawah.

**Tabel 11. Hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi**

No	Berat minyak jelantah (gram)	Berat katalis kitosan (gram)	Rasio mol minyak:metanol	Temperatur ( $^{\circ}$ C)	Waktu reaksi (menit)	Berat produk (gram)
1.	20	0,8	1:12	60	120	3,58
2.	20	0,8	1:12	60	60	3,43
3.	20	0,8	1:12	60	30	4,84

Tabel diatas menunjukkan bahwa produk hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu reaksi 120 menit adalah 3,58 gram, waktu reaksi 60 menit adalah 3,43 gram dan waktu reaksi 30 menit adalah 4,84 gram.



**Gambar 16. Grafik hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu reaksi**

Grafik diatas menunjukkan bahwa produk dari reaksi transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi 30 menit lebih banyak menghasilkan produk daripada waktu reaksi 120 menit dan 60 menit.

#### **V.4 Identifikasi metil ester dengan GC-MS**

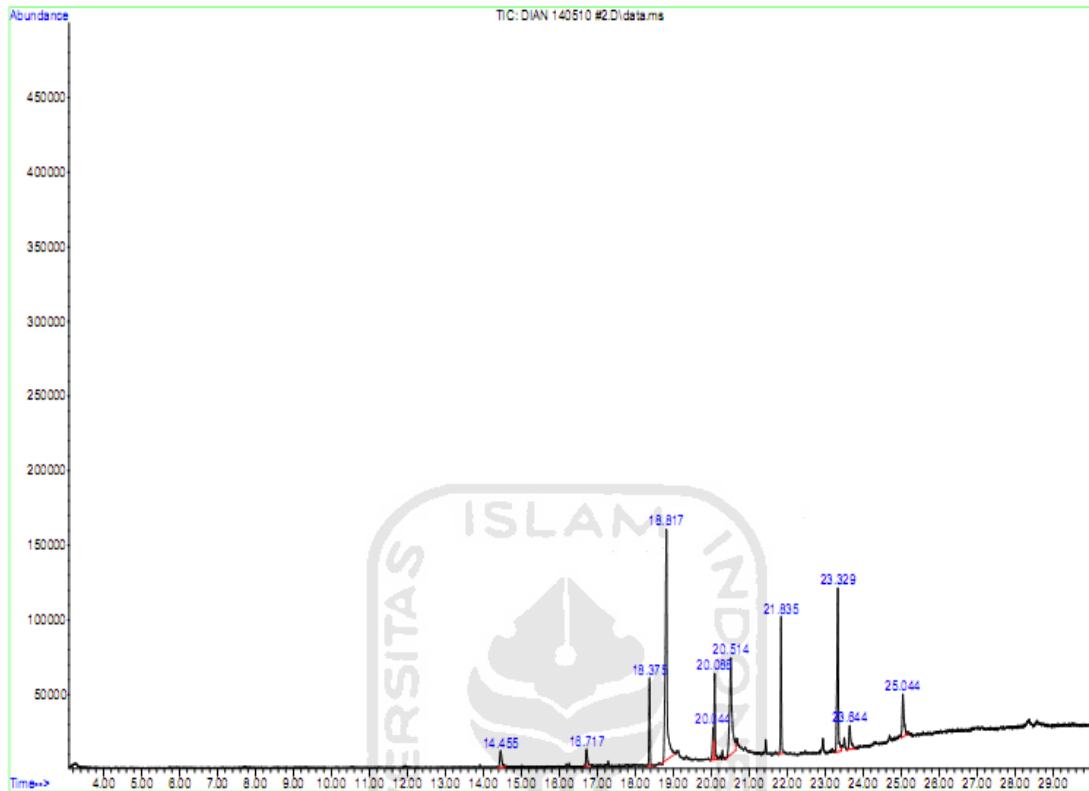
Pada transesterifikasi dari minyak jelantah variasi berat katalis kitosan 0,8 gram ; 0,6 gram ; dan 0,4 gram dan variasi waktu 120 menit ; 60 menit ; 30 menit.menggunakan alat *Gas Chromatography* merk Agilent Technologies 6890 N yang dirangkai dengan *Mass Spectrometer* merk Agilent Technologies 5975 B.

##### **V.4.1 Identifikasi metil ester hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan**

Dalam menganalisis metil ester hasil proses transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan 0,4 gram ; 0,6 gram ; dan 0,8 gram terdapat beberapa metil ester dan beberapa asam lemak atau jenis ester lainnya.

Dapat dilihat pada kromatogram campuran metil ester dengan katalis kitosan 0,8 gram muncul 11 puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda dari beberapa senyawa, puncak yang terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek.

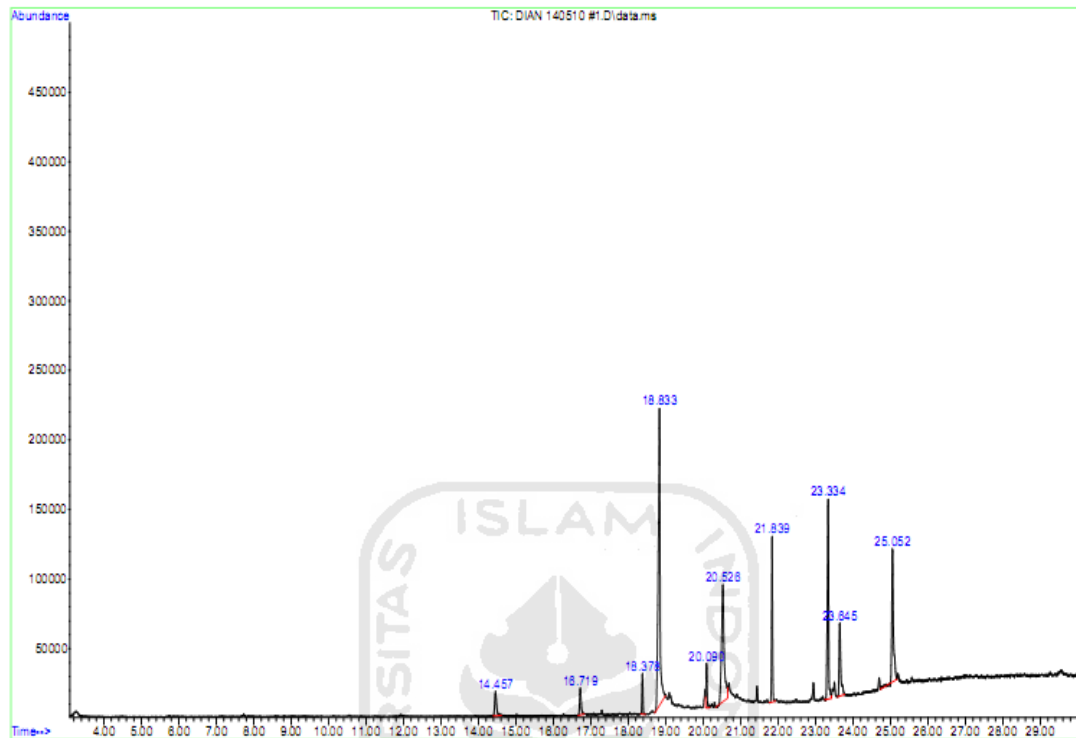




**Gambar 17. Kromatogram Metil Ester dengan katalis kitosan 0,8 gram**

Dari gambar 17 di atas dapat diidentifikasi beberapa senyawa, akan tetapi hanya terdapat 3 puncak jenis metil ester, sedangkan puncak yang lainnya masih berupa alkohol, asam lemak dan jenis ester lainnya.

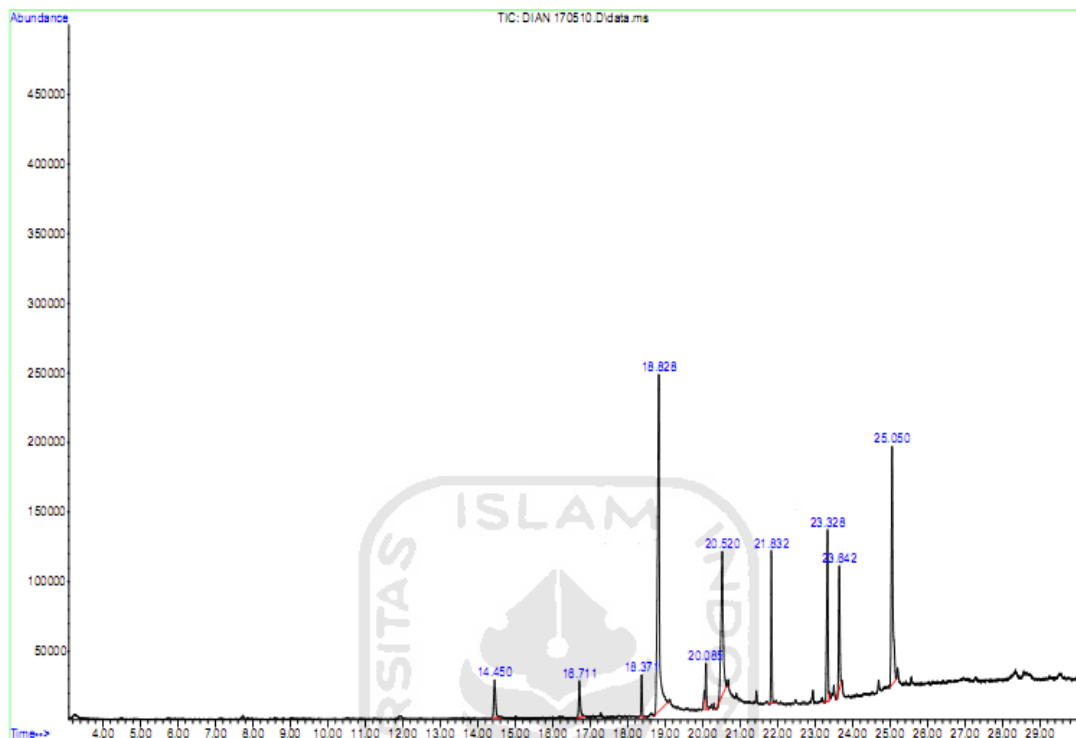
Pada kromatogram campuran metil ester dengan katalis kitosan 0,6 gram muncul 10 puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda dari beberapa senyawa, puncak yang terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek.



**Gambar 18. Kromatogram Metil Ester dengan katalis kitosan 0,6 gram**

Dari gambar 18 di atas dapat diidentifikasi beberapa senyawa, akan tetapi hanya terdapat 2 puncak jenis metil ester, sedangkan puncak yang lainnya masih berupa alkohol, asam lemak dan jenis ester lainnya.

Pada kromatogram campuran metil ester dengan katalis kitosan 0,4 gram berikut muncul 10 puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda dari beberapa senyawa, puncak yang terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek.



**Gambar 19. Kromatogram Metil Ester dengan katalis kitosan 0,4 gram**

Dari gambar 19 di atas dapat diidentifikasi beberapa senyawa, akan tetapi hanya terdapat 2 puncak jenis metil ester, sedangkan puncak yang lainnya masih berupa alkohol, asam lemak dan jenis ester lainnya.

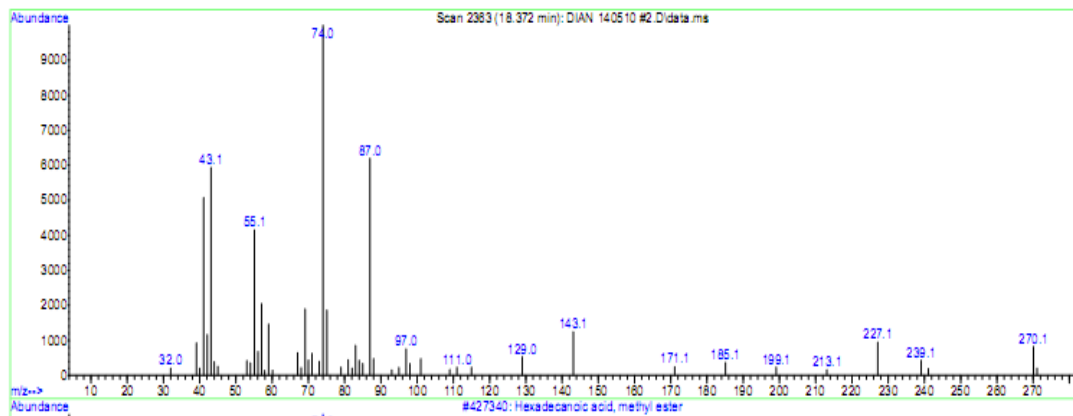
Selanjutnya setiap puncak pada kromatogram-kromatogram diatas dianalisis dengan menggunakan *Mass Spectrometer* untuk mengidentifikasi senyawa jenis metil ester dan alkil ester lainnya yang terdapat pada minyak jelantah.

Berikut ini adalah tabel yang menerangkan senyawa apa saja yang terkandung dari hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi berat katalis kitosan.

**Tabel 12. Analisis data GC-MS hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi berat katalis kitosan**

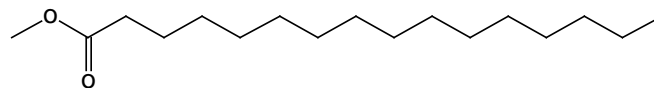
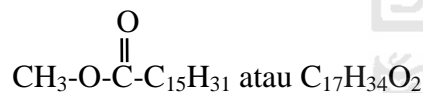
No	Waktu Retensi	Nama Senyawa	Area (%)		
			0,8 gram	0,6 gram	0,4 gram
1	14,45	Asam Laurat	2,374	2,461	3,231
2	16,71	Asam Myristat	1,902	2,308	2,758
3	18,37	Metil Palmitat	6,051	2,116	1,924
4	18,82	Asam Palmitat	30,876	30,957	32,605
5	20,04	Metil Linoleat	2,364	-	-
6	20,08	Metil Oleat	6,466	2,510	2,326
7	20,52	Asam Oleat	16,791	16,870	14,724
8	21,83	Asam Tridekanedioat	9,564	9,347	7,068
9	23,32	Cyclooctene	15,222	14,497	10,178
10	23,64	Asam Heksadekanoat	3,172	6,513	7,128
11	25,05	Asam Oleat	5,218	12,421	18,056

Dari tabel diatas dapat dilihat bahwa hasil GC-MS pada reaksi transesterifikasi minyak jelantah dengan katalis kitosan seberat 0,8 gram terdapat senyawa metil palmitat, metil linoleat dan metil oleat, sedangkan yang menggunakan berat katalis kitosan 0,6 gram dan 0,4 gram hanya terdapat metil palmitat dan metil oleat.



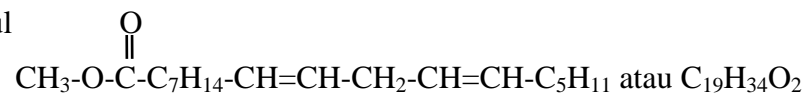
**Gambar 20. Puncak 3 data spektra massa metil ester dengan waktu retensi 18,372**

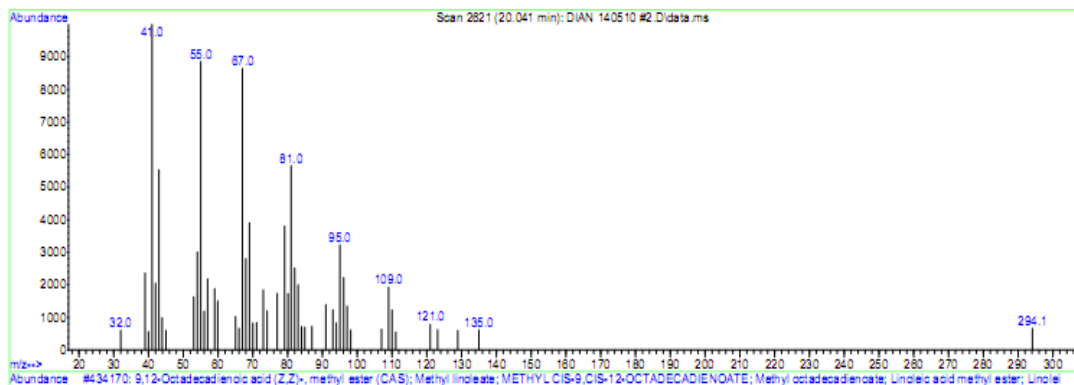
Dari data spektra massa hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan katalis kitosan 0,8 gram menunjukkan bahwa pada puncak 3 dengan waktu retensi 18,372 serta kelimpahan relatif 6,051% diperkirakan berasal dari metil palmitat yang memiliki berat molekul 270 g/mol dengan rumus molekul



**Gambar 21 . Rumus struktur metil palmitat**

Pada puncak 5 dengan waktu retensi 20,044 serta kelimpahan relatif 2,364% diperkirakan berasal dari metil linoleat yang memiliki berat molekul 294 g/mol dengan rumus molekul



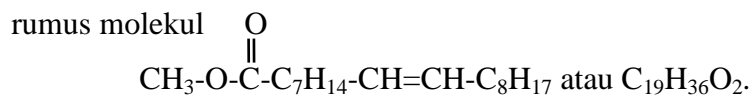


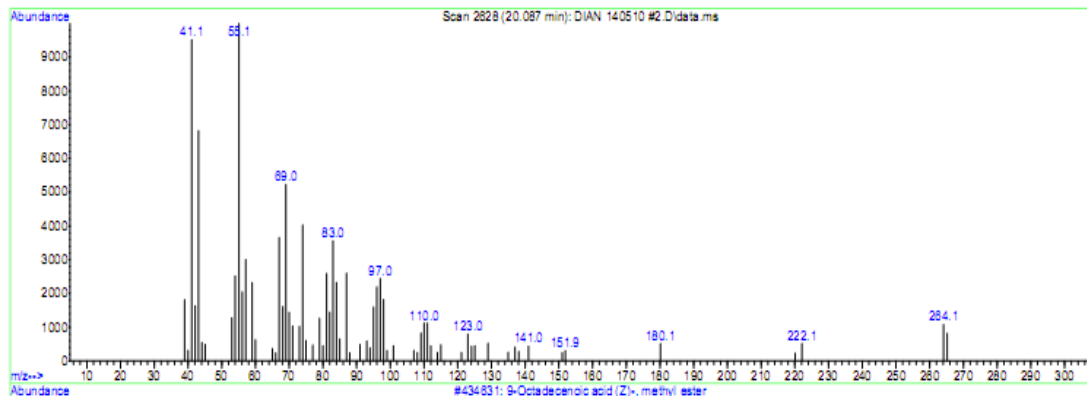
**Gambar 22. Puncak 5 data spektra massa metil ester dengan waktu retensi 20,044**



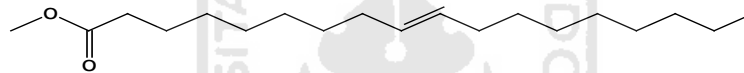
**Gambar 23. Rumus struktur metil linoleat**

Pada puncak 6 dengan waktu retensi 20,087 serta kelimpahan relatif 6,466 % diperkirakan berasal dari metil oleat yang memiliki berat molekul 296 g/mol dengan





**Gambar 24. Puncak 6 data spektra massa metil ester dengan waktu retensi 20,087**



**Gambar 25. Rumus struktur metil oleat**

Pada variasi berat katalis kitosan 0,6 gram dan 0,4 gram dapat dilihat 2 puncak yang menunjukkan metil palmitat dan metil oleat pada puncak dengan waktu retensi 18,37 dan 20,08 (Lampiran).

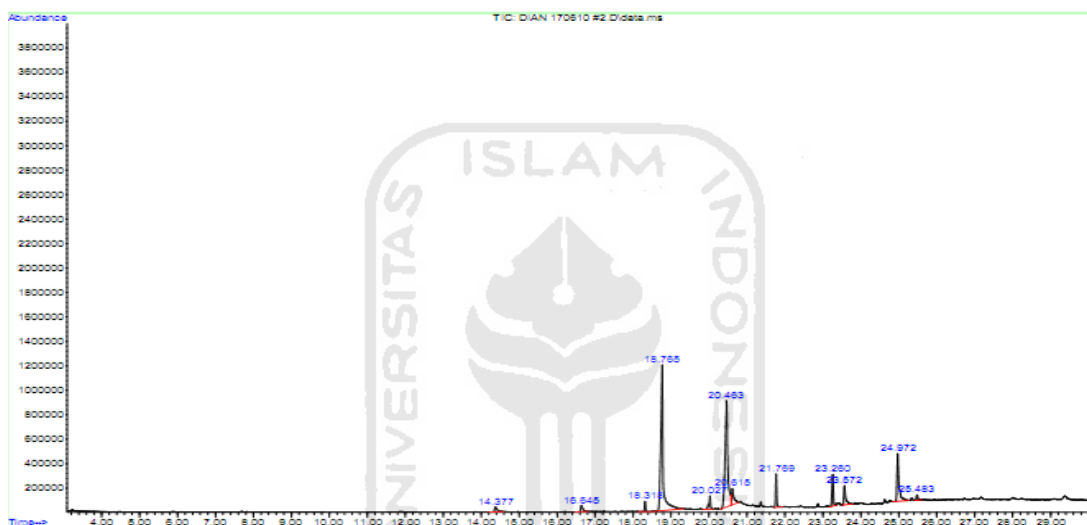
#### **V.4.2 Identifikasi metil ester hasil transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi**

Dalam menganalisis metil ester hasil proses transesterifikasi minyak jelantah variasi waktu reaksi 120 menit, 60 menit dan 30 menit terdapat beberapa metil ester dan beberapa asam lemak atau jenis ester lainnya.

Dapat dilihat pada kromatogram campuran metil ester hasil GC-MS pada transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu 120 menit muncul 11 puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda dari beberapa senyawa, puncak yang

terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek (Lihat gambar 17).

Pada kromatogram campuran metil ester dengan waktu reaksi 60 menit muncul 12 puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda dari beberapa senyawa, puncak yang terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek.

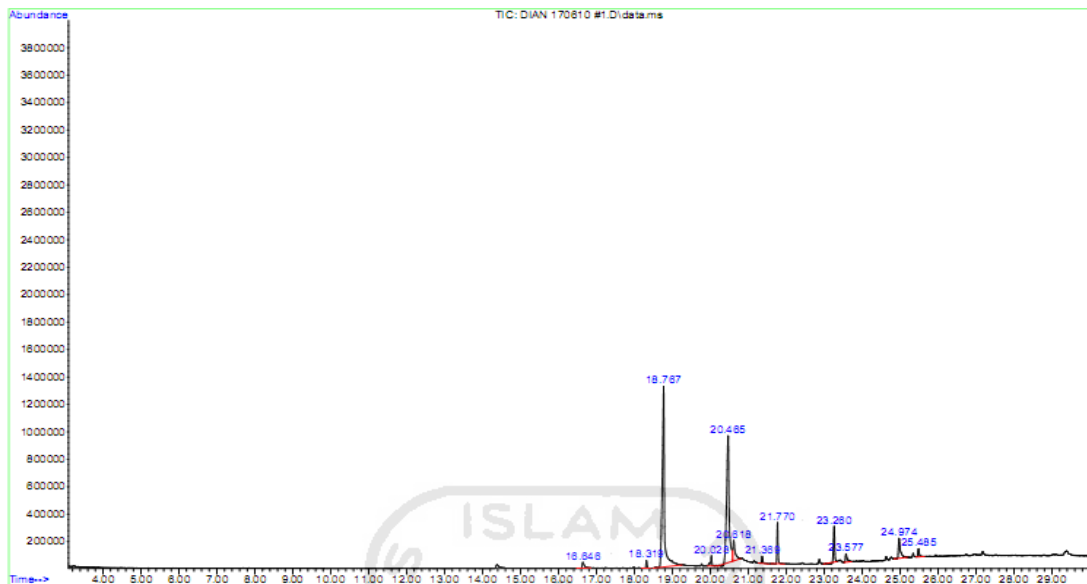


**Gambar 26. Kromatogram Metil Ester dengan waktu reaksi 60 menit**

Dari gambar 26 di atas dapat diidentifikasi beberapa senyawa, akan tetapi hanya terdapat 2 puncak jenis metil ester, sedangkan puncak yang lainnya masih berupa alkohol, asam lemak dan jenis ester lainnya.

Pada kromatogram campuran metil ester dengan waktu reaksi 30 menit diatas muncul 12 puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda dari beberapa senyawa, puncak yang terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek.





**Gambar 27. Kromatogram Metil Ester dengan waktu reaksi 30 menit**

Dari gambar 27 di atas dapat diidentifikasi beberapa senyawa, akan tetapi hanya terdapat 2 puncak jenis metil ester, sedangkan puncak yang lainnya masih berupa alkohol, asam lemak dan jenis ester lainnya.

Selanjutnya masing-masing puncak diatas dianalisis dengan menggunakan *Mass Spectrometer* untuk mengidentifikasi senyawa jenis metil ester dan alkil ester lainnya yang terdapat pada minyak jelantah.

Berikut ini adalah tabel yang menerangkan senyawa apa saja yang terkandung dari hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu reaksi.

**Tabel 13. Analisis data GC-MS hasil transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu reaksi**

No	Waktu Retensi	Nama Senyawa	Area (%)		
			120 menit	60 menit	30 menit
1	14,37	Asam Laurat	2,374	1,372	-
2	16,64	Asam Myristat	1,902	1,441	1,346
3	18,31	Metil Palmitat	6,051	1,124	0,876
4	18,76	Asam Palmitat	30,876	37,748	41,728
5	20,02	Metil Linoleat	2,364	2,055	1,800*
6	20,08	Metil Oleat	6,466	-	-
7	20,46	Asam Oleat	16,791	29,445	32,869
8	20,61	Asam Stearat	-	4,159	4,803
9	21,36	Asam Pentadekanoat	-	-	10,178
10	21,77	Asam Tridekanedioat	9,564	3,778	4,496
11	23,26	Asam 9-oktadekenoat	15,222	4,438	4,104
12	23,57	Asam Heksadekanoat	3,172	3,674	1,575
13	24,97	Asam 9-oktadekenoat	5,218	9,927	4,157
14	25,48	2,4-dimetoksi-3-isopropilbenzoat klorida	-	0,837	1,243

Dari tabel diatas dapat dilihat bahwa hasil GC-MS pada reaksi transesterifikasi minyak jelantah dengan variasi waktu reaksi 120 menit terdapat senyawa metil palmitat, metil linoleat dan metil oleat, sedangkan yang menggunakan waktu reaksi 60 menit dan 30 menit hanya terdapat metil palmitat dan metil linoleat. Untuk melihat lebih jelas spektra massa yang menunjukkan hasil metil ester dari variasi waktu reaksi dapat dilihat pada gambar 20, gambar 22 dan gambar 24.

Sementara untuk melihat lebih jelas spektra massa yang menunjukkan hasil metil ester berupa metil palmitat dan metil linoleat dari variasi waktu 60 menit dapat dilihat di Lampiran.

**Tabel 14. Senyawa metil ester hasil transesterifikasi dari spektrum GC-MS**

Metil ester (%)	Kitosan 0,4 gram	Kitosan 0,6 gram	Kitosan 0,8 gram			$\Sigma$ ester
	120 menit	120 menit	120 menit	60 menit	30 menit	
Metil Palmitat	1,924	2,116	6,051	1,124	0,876	<b>12,091</b>
Metil Linoleat	-	-	2,364	2,055	1,800	<b>6,219</b>
Metil Oleat	2,326	2,510	6,466	-	-	<b>11,302</b>
<b>Jumlah (%)</b>	<b>4,250</b>	<b>4,626</b>	<b>14,881</b>	<b>3,179</b>	<b>2,676</b>	

Dari hasil metil ester yang didapat bahwa transesterifikasi minyak tanah dengan variasi berat katalis kitosan 0,4 gram, 0,6 gram dan 0,8 gram menunjukkan reaksi transesterifikasi minyak jelantah dengan berat katalis kitosan 0,8 gram lebih

baik dibandingkan dengan pemakaian katalis kitosan dengan berat 0,6 gram dan 0,4 gram. Dan didapat pula bahwa transesterifikasi minyak tanah dengan variasi waktu 120 menit, 60 menit dan 30 menit menunjukkan reaksi transesterifikasi minyak jelantah yang dilakukan selama 120 menit lebih banyak dibandingkan dengan waktu reaksi 60 menit dan 30 menit.



## BAB VI

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### VI.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan “Studi Pengaruh Berat Katalis Kitosan Dan Waktu Reaksi Pada Proses Transesterifikasi Dari Minyak Jelantah” dapat dikemukakan suatu kesimpulan, yaitu dengan penggunaan jumlah minyak jelantah dan metanol yang sama, penggunaan berat katalis kitosan sebanyak 0,8 gram lebih baik daripada penggunaan katalis sebanyak 0,6 gram dan 0,4 gram, serta waktu reaksi transesterifikasi lebih baik berlangsung selama 120 menit daripada 60 menit dan 30 menit.

#### VI.2 Saran

Untuk penelitian lebih lanjut perlu dilakukan variasi perbandingan mol dengan minyak yang digunakan agar diperoleh konversi komponen metil ester yang maksimal. Karena bila dilihat dari hasil metil ester dari penelitian ini, jumlah palmitat lebih banyak dibandingkan dengan metil ester. Padahal penggunaan rasio mol 1:12 karena diasumsikan bahwa minyak jelantah didominasi POO (1-palmitil-2,3-dioleil) yang mana jumlah asam oleat berbanding 2 dengan asam palmitat.

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustin, Novembri, 2009, *Mendongkrak Penyalahgunaan Limbah Minyak Jelantah Dengan Teknologi Transesterifikasi*, Penelitian, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
- Alawiyah, T., 2009, *Pemanfaatan Abu Kayu Jati (Tectona grandis L.F) Sebagai Sumber Katalis Pada Proses Transesterifikasi Minyak Jarak Pagar (Jatropha curcas)*, Skripsi, FMIPA UII, Jogjakarta
- Altiokka, M, R, and Citak, A, 2003, *Kinetics Study of Esterification of Acetic Acid with Isobutanol in the Presence of Amberlite Catalyst*, Applied Catalyst A.General, 239, 141-148
- Anderson, J.R, and Boudart, M, 1981, *Catalyst Science and Technology*, Vol.2, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, New York
- Andriani, Lingga K, 2007, *Lapis Tipis Kitosan Pada Substrat Kain Sebagai Produk Anti Bakteri Staphylococcus Aureus*, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
- Ardiyanti, A.R, Utomo, J, Chandra, G, Koharudin, 2003, *Pengaruh Kejenuhan Minyak Jenis dan Jumlah Katalis Basa NaOH, K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, serta Jenis dan Jumlah Alkohol (Metanol dan Etanol) pada Produksi Biodiesel*, Modul Seminar Nasional Teknik Kimia, Jogjakarta
- Atkins, P.W, 1990, *Kimia Fisika*, Jilid II, Penerjeah Irma, T.K, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Aziz, I, 2005, *Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah dalam Reaktor Alir Tangki Berpengaduk dan Uji Performance Biodiesel pada Mesin Diesel*, Tesis, Universitas Gajah Mada, Jogjakarta
- Budiarso, Iwan, T, *Minyak Kelapa, Minyak Goreng Yang Paling Aman dan Paling Sehat*, Fakultas Kedokteran, Universitas Tarumanegara, Jakarta
- Canakei, M, dan Van Gerpen, J, 2003, *A Pilot Plant to Produce Biodiesel from High Free Fatty Acids Feedstocks*, Am.Soc.of Agric.Eng, 46, 945-954
- Darnoko, D dan Cheryan M. 2000. *Continous Production of Palm Methyl Ester*. J. Am. Oil Chem. Soc, 77, 1269-1272

- Darnoko, D dan Cheryan, M, 2000, *Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor*, University of Illinois, Departemen of Food Science and Human Nutrition, USA
- Departemen Kelautan dan Perikanan, 2000, *Statistik Data Perikanan*, Departemen Kelautan dan Perikanan, Jakarta
- Destianna, Mescha, dkk, 2007, *Intensifikasi Proses Produksi Biodiesel*, Karya Ilmiah, ITB, Bandung
- Dewanto, Raka dan Rahmawati, Aulia Dewi, *Studi Pembentukan Metil Ester dengan Transesterifikasi Sebagai Emulsifier Berbahan Baku Minyak Kelapa Sawit*, Jurusan Teknik Kimia, FTI, Institut Teknologi Sepuluh November, Surabaya
- Dunn, E.T, E.W.Grandmaison dan MFA. Goosen, 1997, *Application and Properties of Chitosan*, Technomic Pub, Basel, p.3-30
- Encinar, dkk, 2002, *Biodiesel Fuels frm Vegetable Oils Transesterification of Cynara Cardunlus L.Oils with Ethanol*, Energy and Fuels. J.A.C.S, 16, 443-450
- Faizah, 2009, *Sintesis dan Karakterisasi N-Metil Kitosan sebagai Katalis Basa Heterogen Pada Proses Transesterifikasi Minyak Jelantah*, Skripsi, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
- Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S., 1982, *Kimia Organik*, Diterjemahkan oleh S. Maun, Penerbit Erlangga, Jakarta
- Fessenden, R.J., dan Fessenden, J.S., 1997, *Dasar-dasar Kimia Organik*, Diterjemahkan oleh S. Maun, Binarupa Aksara, Jakarta
- Freedman, B, Pryde, E.H dan Mounts, T.L, 1984, *Variables Affecting The Yield of Fatty Esters from Transesterified Vegetables Oils*, Journal of American Oil Chemist.61, 1638-1643
- Hanna, A.M., and Ma, F., 1999, Biodiesel Production: A Review, *J.Agric and Natural*, 70, 1-15
- Hart, H, 1983, *Organic Chemistry*, 6<sup>th</sup> edition, Michigan : Houghton Mifflin Co

- Hazkil, B, 2009, *Pengaruh Suhu dan Waktu Esterifikasi-Transesterifikasi Pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah*, Skripsi, Jurusan Teknologi Industri Pertanian Fakultas Agribisnis Dan Teknologi Pangan, Universitas Djuanda, Bogor
- Jayanto, Anang Tri, 2009, *All About Chitin and Chitosan*, Karya Ilmiah
- Julianto, Tatang S, 2009, *Potensi Chitosan sebagai Katalis pada Produksi Biodiesel Berbahan Baku Minyak Jelantah*, Penelitian, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
- Ketaren, S., 2008, *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*, UI Press, Jakarta
- Khopkar, S.M., 2003, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, UI Press, Jakarta
- Kirk, R,E, and Othmer, D, F, 1992, *Encyclopedia of Chemical Technology*, The Interscience Encyclopedia Inc, New York
- Manurung Juaksa, 2010, *Analisis Sifat-Sifat Fisika-Kimia dan Emisi Gas Buang Dari Biodiesel B-10, B-20 Turunan Minyak Kacang Tanah Melalui Proses Tranesterifikasi Dengan Katalis KOH*, Tesis, Pascasarjana FMIPA Universitas Sumatera Utara, Medan
- May, Chooyuen, 2002, *Transesterification of Palm Oils Effect of Reaction Parameters*, Journal of Oil Palm Research, 16(2)
- Morrison, R.T, 1981, *Organic Chemistry*, 4<sup>th</sup> edition, New York : Allyn and Bacon Co
- Nijhuis, T, A, Berris, A.E, W, Kapteijn, F, and Moulijn, J.A, 2002, *Water Removal by Reactive Stripping for Solid Acid Catalyzed Esterification in A Monolithic Reactor*, Chem Eng Sci, 57, 1627-1632
- Ornum, J.V, 1992, *Shrim Waste Must it be Wasted ?*, Infofish, 6, 92
- Palgunadi, Jelliarko, 2009, *Ringkasan Katalis dan Katalisis*, Matha Ingin Bicara Blog, 29 Juni 2009
- Patil, R.S, V. Chormade, and M.V, Desphande, 2000, *Chitilytic Enzyme And Exploration*, Enz. Microb. Technol.26, 473-483



- Patzer, R dan Norris, M, 2002, *Evaluated Biodiesel Made from Waste Fats and Oils*, Final Report, Agriculture Utilization Research Institute, University of Minnesota, Minnesota
- Pinto, A.M., Guarieiro, L.L.N., Rezende, M.J.C., Ribeiro, N.M., Torres, E.A., Lopes, W.A., de P Pereira, P.A., and de Andrade, J.B., 2005, Biodiesel: An Overview, *J.Braz. Chem. Soc.*, 16, 6B, 1313-1330
- Pinnavaia, T.J, 1983, *Intercalated Clay Catalysts*, Science, 220, 365-371
- Prakoso, T, Indra, B, K, Nugroho, R, H, 2003, *Esterifikasi Asam Lemak Bebas Dalam CPO Untuk Produksi Metil Ester*, Modul Seminar Teknik Kimia, Jogjakarta
- Pranowo, D, 1998, *Pengaruh Waktu Terhadap Hasil Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa, Minyak Sawit dan Minyak Kedelai*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta
- Rahayu, S.S dan Rarasmedi, I, 2003, *Biodiesel Dari Minyak Sawit dan Fraksi Ringan Minyak Fusel*, Modul Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, Jogjakarta
- Rahayu, Titah, *Minyak Goreng Yang Aman Untuk Kesehatan*, Artikel Ilmiah, Rumah Kanker, 15 Maret 2010
- Rhoades, J and S. Roller, 2000, *Antimicrobial Action of Degraded and Native Chitosan Against Spoilage Organism in Laboratory Media and Food*. Journal Application Environment Microbiology Vol 66 (1) : 80-86. American Society Microbiology
- Rismana, E, 2001, *Langsing dan Sehat Lewat Limbah Perikanan*, [www.sinarharapan.co.id.iptek/index.html](http://www.sinarharapan.co.id.iptek/index.html)
- Rubiyanto, D., 2006, *Diktat Kuliah Kromatografi (Teori Kromatografi Gas Padat, Kromatografi Gas Cair, dan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi)*, FMIPA UII, Jogjakarta
- Rubiyanto, D, dkk, 2004, *Modul Pelatihan Instrumentasi*, Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII, Jogjakarta
- Rusdy, Ekmal, 2001, *Awas, Bahaya Jelantah*, Karya Tulis Ilmiah, Dinas Kesehatan Kota Pekanbaru

- Saefudin, Aep, 2005, *Sintesis Biodiesel Melalui Reaksi Transesterifikasi Minyak Jelantah Dengan Katalis Montmorillonit Teraktivasi Asam Sulfat Yang Dilanjutkan Dengan Reaksi Transesterifikasi Terkatalisis NaOH*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Jogjakarta
- Sandford, P, 1989, *Chitosan : Comercial Uses and Potential Aplication*, in G.Skjak-Brraek, T. Anthonsen, P. Sandford, *Chitin and Chitosan : Sources, Chemistry, Biochemistry, Physical Properties and Aplication*, Elsevier, London
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Liberty, Jogjakarta
- Satyani, Rahajeng G, 2007, *Optimasi Katalis Basa Dalam Pembuatan Biodiesel Dari Lemak Sapi*, Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia, Jogjakarta
- Schoonheydt, R.A, 1996, *The Essencial Guide to Enviromental chemistry*, John Wiley and Sons, Inc, Claustha-Zellerferd
- Schuchardt, U, Secheli, R, dan Vargas, R.M, *Transesterification of Vegetables Oils : A Review*, J, Braz, Chem, Soc, 9, hal 199-210
- Setyawardhani, A,S 2003, *Metanolisis Asam Lemak Dari Minyak Kacang Tanah Untuk Pembuatan Biodiesel*, Tesis, Universitas Gajah Mada, Jogjakarta
- Shahidi, F, Arachchi J.V.K, dan Jeon Y.J, 1999, *Food Application of Chitin and Chitosan, Trends in Food Science and Technology*, Springer Verlag, New York
- Shofiyani, A., 2001, *Study Adsorpsi Cr (III) dan Cr (VI) Pada Kitosan dan Kitosan Sulfat dari Cangkang Udang Windu (Penaus monodon)*, Thesis, Program Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Jogjakarta
- Sibuea, P, 2003, *Proses Pembuatan Biodiesel*, Artikel Ilmiah, Kompas, 18 Juni 2003, Bapedalda Kota Makassar
- Soerawidjaja, Tatang, H, 2006, *Fondasi-fondasi Ilmiah Dan Keteknikan Dari Teknologi Pembuatan Biodiesel*, Handout Seminar Nasional "Biodiesel Sebagai Energi Alternatif Masa Depan", UGM, Jogjakarta
- Sofiyah, 1995, *Kinetika Reaksi Etanolisis Minyak Biji Kapuk Dengan Katalisator Natrium Hidroksida Dan Penambahan Garam Anorganik*, Tesis, UGM, Jogjakarta

- Suess, Ananta Andy Anggraini, 1999, *Biodiesel Dari Minyak Jelantah*, Jurusan Teknik Pertanian, Fakultas Teknik Pertanian, UGM, Jogjakarta
- Sulistyaningrum, D, 2004, *Kajian Pengaruh Rasio Mol Metanol Minyak Kelapa Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Kelapa Dengan Katalis KOH*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta
- Triasmoyo, Sandi, 2006, *Pengaruh Konsentrasi Katalis  $Nb_2O_5$  ( 3% )- $\gamma-Al_2O_3$  terhadap Konversi Biodiesel Total pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas*, Skripsi, FMIPA UGM, Jogjakarta
- Utami, Tania Surya, dkk, 2007, *Kinetika Reaksi Transesterifikasi CPO terhadap Produk Metil Palmitat dalam Reaktor Tumpak*, Penelitian, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia, Depok
- Van, Gerpen, J, Shanks, B dan Pruszko, R, 2004, *Biodiesel Production Technology*, National Renewable Energy Laboratory, Collorado
- Viswanathan, B. dan Ramaswamy, A.V., *National Centre for Catalysis Research*, Indian Institute of Technology, Madras, Chennai, 36, 600
- Widya, A., 2008, *Pemanfaatan Abu Sekam Padi Sebagai Katalis Dalam Proses Transesterifikasi Minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas*)*, Skripsi, FMIPA UII, Jogjakarta
- Widyastuti, Lusiana, 2007, *Reaksi Metanolisis Minyak Biji Jarak Pagar Menjadi Metil Ester Sebagai Bahan Bakar Pengganti Minyak Diesel Dengan Menggunakan Katalis KOH*, Skripsi, FMIPA UNNES, Semarang
- Winarno, 2002, *Pangan Gizi*, Gramedia, Jakarta
- Winarno, F.G, Srikandi Fardiaz, Dedi Fardiaz, 1986, *Pengantar Teknologi Pangan*, Gramedia, Jakarta
- Yadav, G.D, and Thatagar, M, B, 2002, *Esterification of Maleic Acid with Ethanol Over Cation-Exchangen Resin Catalyst*, React, Funct, Polym, 52, 99-110
- Yoeswono, Triyono dan Tahir, I., 2008, *Kinetika Transesterifikasi Minyak Sawit Dengan Metanol Menggunakan Katalis Kalium Hidroksida*, *Indo. J. Chem.*, 8(2), 219-225.
- Yulianti, N., 2002, *Pembuatan Biodiesel-Oil dari Minyak Kelapa*, Laporan Penelitian, Fakultas Teknik, UGM, Jogjakarta.

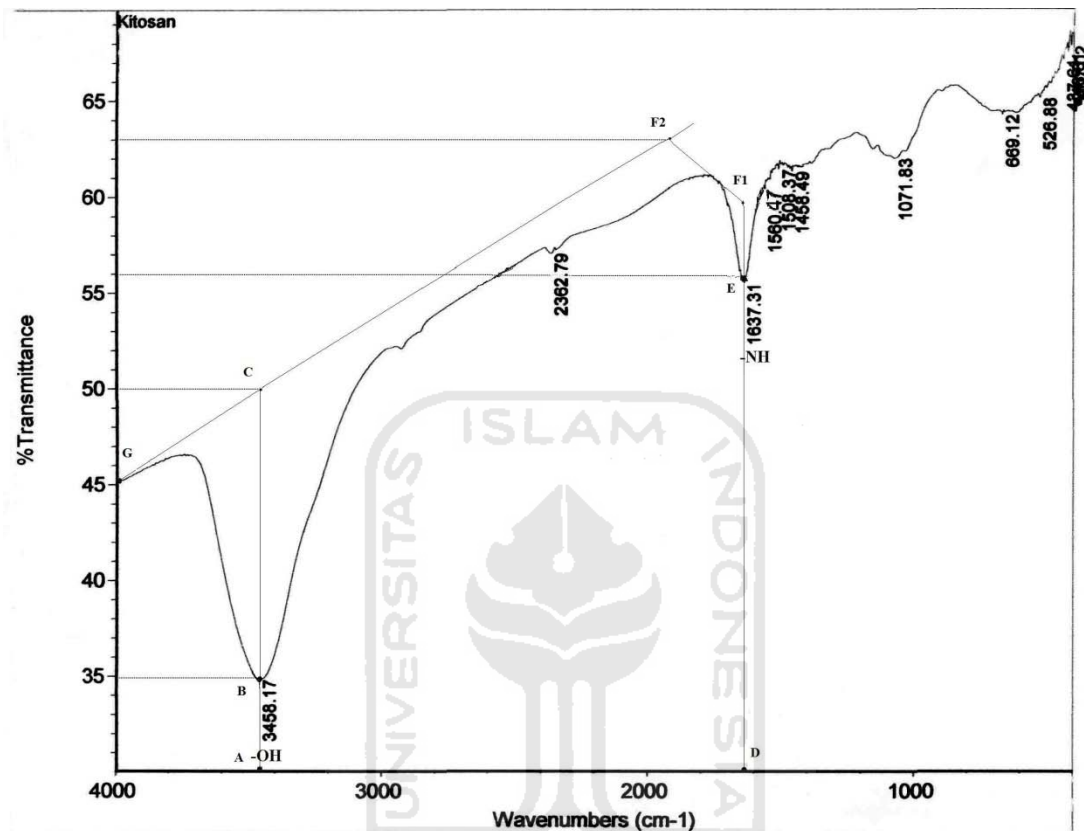
Zappi, M., Hernandez, M., Spaik, D., Horne, J., Brough, M., 2003, *A Review of The Engineering Aspect of The Biodiesel Industry*, MSU Environmental Technology Research and Applications Laboratory Dave C. Swalm School of Chemical Engineering Mississippi State University, Mississippi



# LAMPIRAN



## Lampiran 1. Perhitungan derajat deasetilasi



$$A_{1637} \text{ Amida} = \log_{10} (DF_2/DE)$$

$$= \log_{10} (66 \text{ cm} / 5,2 \text{ cm})$$

$$= \log_{10} (1,2692)$$

$$= 0,1035$$

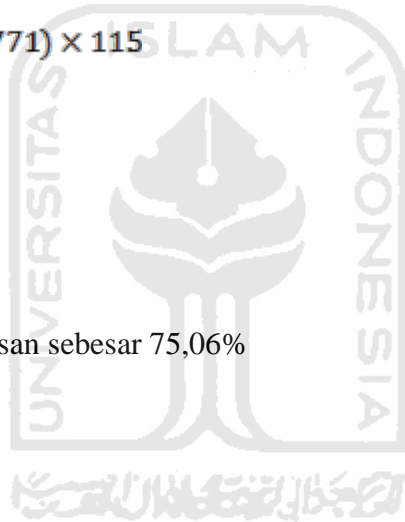
$$H = AC - GC$$

$$H = 4 \text{ cm} - 1 \text{ cm} = 3 \text{ cm}$$

$$\begin{aligned}A_{3458} \text{ Hidroksil} &= \log_{10}(H/AB) \\ &= \log_{10}(3 \text{ cm}/1 \text{ cm}) \\ &= \log_{10}(3) \\ &= 0,4771\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}DD &= 100 - [(A_{1637} / A_{3458}) \times 115] \\ &= 100 - (0,1035/0,4771) \times 115 \\ &= 100 - 24,94 \\ &= 75,06\end{aligned}$$

Jadi, derajat deasetilasi kitosan sebesar 75,06%



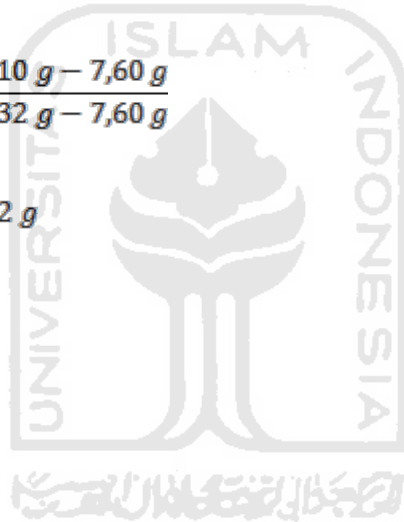
## Lampiran 2. Perhitungan berat jenis minyak jelantah

Berat piknometer kosong = 7,60 g

Berat piknometer + minyak = 10,10 g

Berat piknometer + air = 10,32 g

$$\begin{aligned} \text{Berat jenis minyak} &= \frac{\text{berat piknometer dan minyak} - \text{berat piknometer kosong}}{\text{berat piknometer dan air} - \text{berat piknometer kosong}} \\ &= \frac{10,10 \text{ g} - 7,60 \text{ g}}{10,32 \text{ g} - 7,60 \text{ g}} \\ &= 0,92 \text{ g} \end{aligned}$$





## Lampiran 3. Perhitungan angka asam minyak jelantah

Volume titrasi ( $V_{\text{KOH}}$ ) = 0,8 ml

$$\begin{aligned} \text{Angka asam} &= \frac{V_{\text{KOH}} \times M_{\text{KOH}} \times BM_{\text{KOH}}}{\text{berat sampel}} \\ &= \frac{0,8 \text{ ml} \times 0,1 \text{ N} \times 56,1 \text{ mg/mol}}{1 \text{ g}} \\ &= 4,488 \text{ mg} \frac{\text{KOH}}{\text{gram}} \text{ sampel} \end{aligned}$$



## Lampiran 4. Perhitungan pada proses transesterifikasi

Minyak jelantah ~ POO

$$\text{BM POO} = 856 \text{ g/mol}$$

$$\text{BM metanol} = 32,04 \text{ g/mol}$$

$$\text{Rasio mol} = \text{minyak} : \text{metanol} (1:12)$$

$$Mo \text{ minyak} = \frac{g}{BM}$$

$$= \frac{20 \text{ g}}{856 \text{ g/mol}} = 0,023 \text{ mol}$$

$$\text{Mol metanol} = 12 \times 0,023 \text{ mol} = 0,276 \text{ mol}$$

$$g \text{ metanol} = \text{mol} \times \text{BM}$$

$$= 0,276 \text{ mol} \times 32,04 \text{ g/mol}$$

$$= 8,84 \text{ g}$$

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

$$0,8 \text{ g/mL} = \frac{8,84 \text{ g}}{v}$$

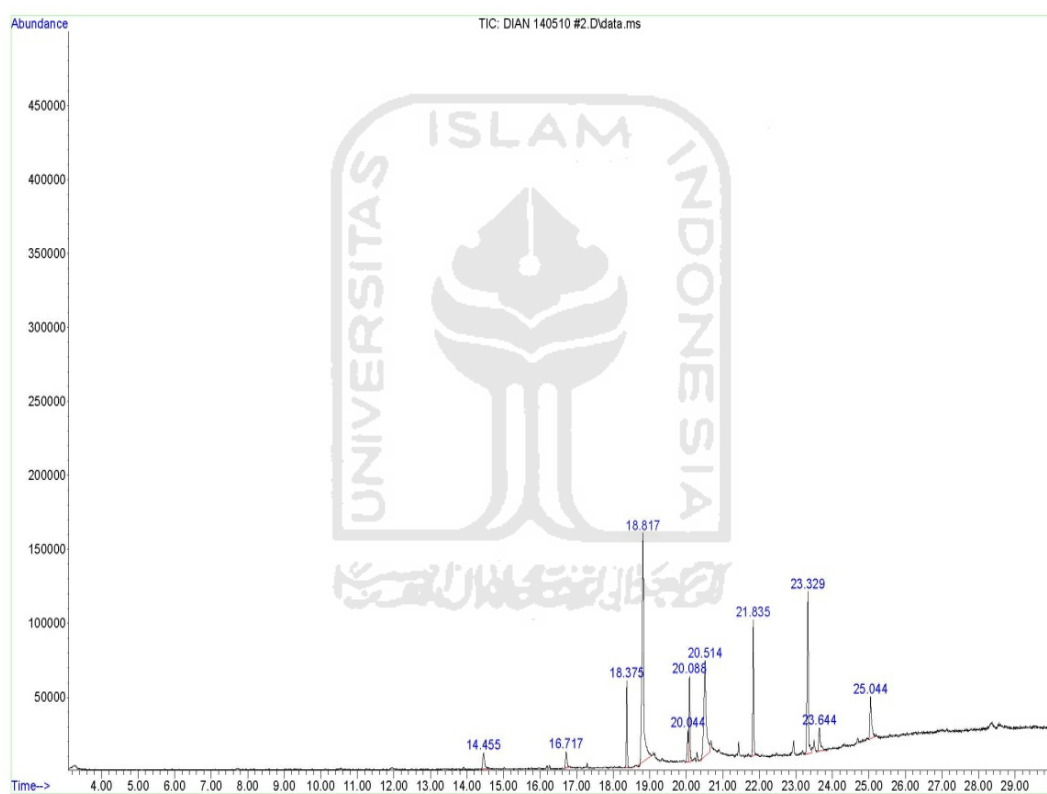
$$v = \frac{8,84 \text{ g}}{0,8 \text{ g/mL}}$$

$$= 11 \text{ mL}$$

## Lampiran 5.

Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan berat katalis 0,8 gram selama 120 menit

File :D:\Data\_MSD\2010\DIAN 140510 #2.D  
Operator : WIJAYANTO  
Acquired : 14 May 2010 16:12 using AcqMethod UJI BIODIESEL 1.M  
Instrument : Instrument #1  
Sample Name: BIODIESEL  
Misc Info : 0,8 gram kitosan  
Vial Number: 1



## Area Percent Report

Data Path : D:\Data\_MSD\2010\  
 Data File : DIAN 140510 #2.D  
 Acq On : 14 May 2010 16:12  
 Operator : WIJAYANTO  
 Sample : BIODIESEL  
 Misc : 0,8 gram kitosan  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\msdchem\1\METHODS\test.M  
 Title :

Signal : TIC: DIAN 140510 #2.D\data.ms

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	14.455	1745	1757	1778	BV 4	10860	410740	7.69%	2.374%
2	16.717	2099	2107	2122	BB 4	11072	329140	6.16%	1.902%
3	18.375	2355	2363	2375	BB	57465	1046910	19.60%	6.051%
4	18.817	2407	2432	2467	BV	154867	5342208	100.00%	30.876%
5	20.044	2610	2621	2624	PV 3	20992	409069	7.66%	2.364%
6	20.088	2624	2628	2642	VV	56799	1118775	20.94%	6.466%
7	20.514	2670	2694	2714	BV 2	64135	2905107	54.38%	16.791%
8	21.835	2887	2898	2906	PV	89700	1654731	30.97%	9.564%
9	23.329	3117	3129	3144	PV 2	107550	2633641	49.30%	15.222%
10	23.644	3165	3178	3200	VV 5	15718	548762	10.27%	3.172%
11	25.044	3387	3394	3415	PV 3	27625	902777	16.90%	5.218%

Sum of corrected areas: 17301860

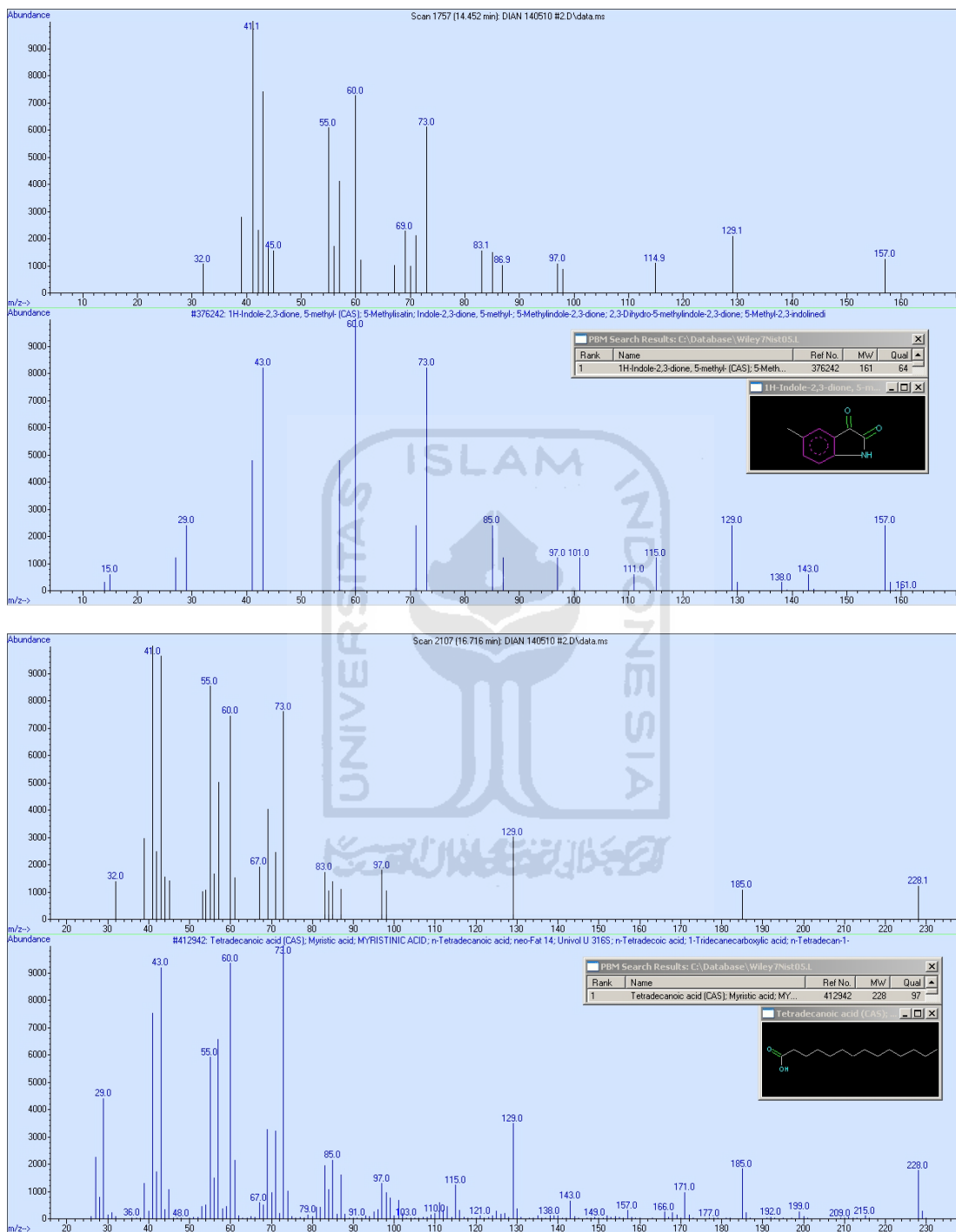
test.M Tue May 18 15:45:15 2010

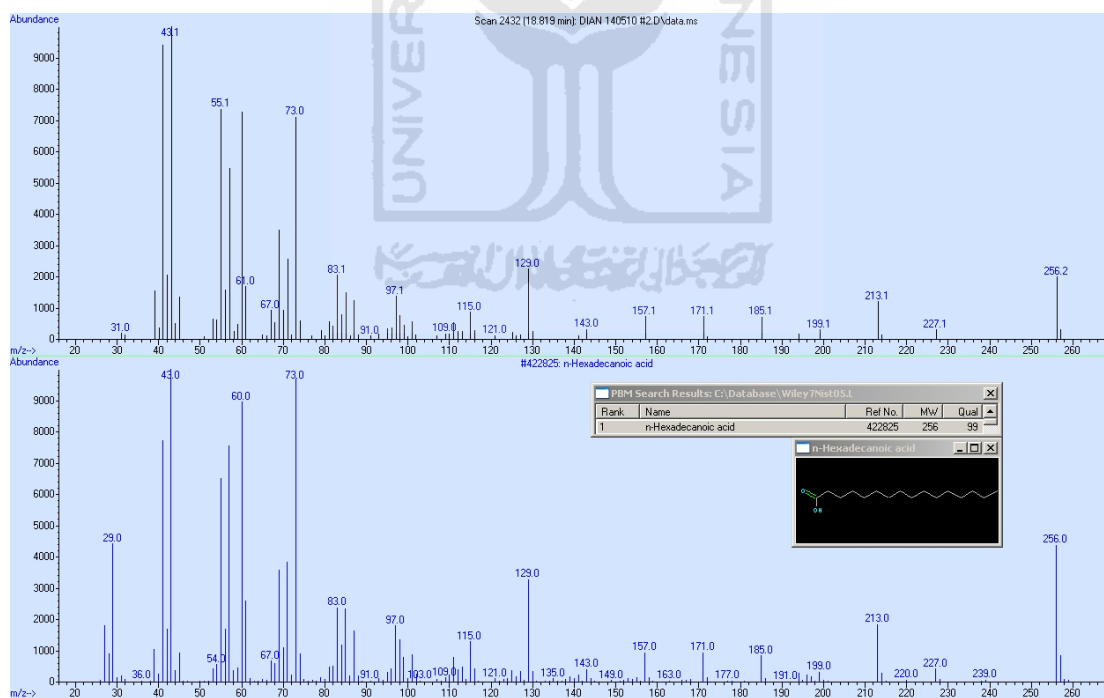
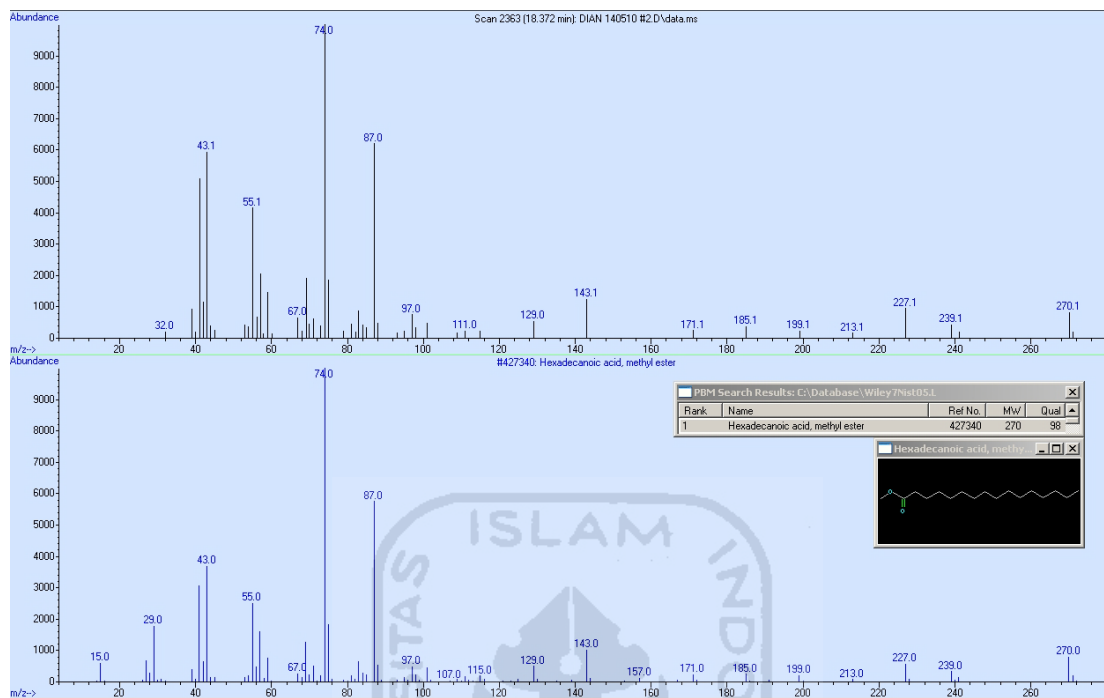
Laboratorium Terpadu UIN Yogyakarta		Library Search Report				
Data Path : D:\Data MSD\2010\ Data File : DIAN 140510 #2.D Acq On : 14 May 2010 16:12 Operator : WIJAYANTO Sample : ETODISEL Misc : 0,8 gram kitosan ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1						
Search Libraries:		C:\Database\Wiley\Nist05.L	Minimum Quality: 0			
		C:\Database\demo.1	Minimum Quality: 0			
Unknown Spectrum: Apex						
Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e						
PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	14.452	2.37	C:\Database\Wiley\Nist05.L 1H-Indole-2,3-dione, 5-methyl- (CAS 376242 000608-05-9 64 S); 5-Methylisatin; Indole-2,3-dione, 5-methyl-; 5-Methylindole-2,3-dione; 2,3-Dihydro-5-methylindole-2,3-dione; 5-Methyl-2,3-indolinedione; 5-Methyl-1H-indole-2,3-dione #; 5-Methyl-1H-indole-2,3-dione (computer-generated)	427592	000037-78-9 59	
			Glycine, N-methyl-N-[1-oxododecyl]-; Sarcosine, N-lauroyl-; Mamposyl 1; Lauroyl sarcosine; Lauroylsarcosine; Meproxy 1; N-Lauroyl sarcosinate; N-Lauroyl-N-methylaminoacetic acid; N-Lauroylsarcosine; N-Lauroylsarcosine; Sarcosyl 1; Sarkosyl 1; Sarkosyl; Cr	383491	000334-48-5 58	
			Decanoic acid (CAS); Capric acid; Decolic acid; Decylic acid; Caprynic acid; Caprinic acid; n-Decolic acid; n-Capric acid; n-Decylic acid; n-Decanoic acid; 1-Nonanecarboxylic acid; Emery 65; Prifrac 296; Nonane-1-carboxylic acid; neo-Fat 10; Hexacid 1095;			
2	16.716	1.90	C:\Database\Wiley\Nist05.L Tetradecanoic acid (CAS); Myristic acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradecanoic acid; neo-Fat 14; Univol U 3 16S; n-Tetradecolic acid; 1-Tridecanecarboxylic acid; n-Tetradecanoic acid; methyl tridecanoate; Coconut oil fatty acids; Croscoid; Emery 65; Hydrofol	412342	000544-63-8 97	
			Tetradecanoic acid	412332	000544-63-8 97	
			Tetradecanoic acid (CAS); Myristic acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradecanoic acid; neo-Fat 14; Univol U 3 16S; n-Tetradecolic acid; 1-Tridecanecarboxylic acid; n-Tetradecanoic acid	412330	000544-63-8 91	
3	18.372	6.05	C:\Database\Wiley\Nist05.L Hexadecanoic acid, methyl ester Pentadecanoic acid, 14-methyl-, methyl ester Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS); Methyl palmitate; Methyl hexadecanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphac A60; Metholene 2216; Palmitic acid methyl ester; Palmitic acid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-METHYL ESTER; METH	427340	000112-39-0 98	
			Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS); Methyl palmitate; Methyl hexadecanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphac A60; Metholene 2216; Palmitic acid methyl ester; Palmitic acid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-METHYL ESTER; METH	427351	000112-39-0 96	
4	18.819	30.88	C:\Database\Wiley\Nist05.L n-Hexadecanoic acid Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitinic acid; n-Hexadecanoic acid; n-Hexadecanoic acid; Pentadecanecarboxylic acid; 1-Pentadecanecarboxylic acid; Prifrac 2960; Coconut oil fatty acids; Cetyllic acid; Emersol 140; Emersol 143; Hexadecylic acid; Hyd	422825	000057-10-3 95	
			Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitinic acid; n-Hexadecanoic acid; n-Hexadecanoic acid; Pentadecanecarboxylic acid; 1-Pentadecanecarboxylic acid; Prifrac 2960; Coconut oil fatty acids; Cetyllic acid; Emersol 140; Emersol 143; Hexadecylic acid; Hyd	422834	000057-10-3 95	
			Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitinic acid; n-Hexadecanoic acid; n-Hexadecanoic acid; Pentadecanecarboxylic acid; 1-Pentadecanecarboxylic acid; Prifrac 2960; Coconut oil fatty acids; Cetyllic acid; Emersol 140; Emersol 143; Hexadecylic acid; Hyd	422835	000057-10-3 99	
5	20.041	2.36	C:\Database\Wiley\Nist05.L 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (CAS); Methyl linoleate; METHYL CIS-9,CIS-12-OCTADECADIENOATE; Methyl octadecadienoate; Linoleic acid methyl ester; Linoleic acid, methyl ester; Methyl cis,cis-9,12-octadecadienoate; Methyl 9-cis, 12-cis-octa	434170	000112-63-0 99	
			9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)-, methyl ester (CAS); Methyl linoleate; METHYL CIS-9,CIS-12-OCTADECADIENOATE; Methyl octadecadienoate; Linoleic acid methyl ester; Linoleic acid, methyl ester; Methyl cis,cis-9,12-octadecadienoate; Methyl 9-cis, 12-cis-octa	434174	000112-63-0 94	
			9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, (E,E)-; Linolelaic acid, methyl ester; Methyl linolealdate; Methyl trans,trans-9,12-octadecadienoate; Methyl 9-trans-12-trans-octadecadienoate; Methyl (9Z,12Z)-9,12-octadecadienoate #	434154	002566-97-4 93	
6	20.087	6.47	C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester 10-Octadecenoic acid, methyl ester	434631	000112-62-9 91	
			10-Octadecenoic acid, methyl ester	185139	013481-95-3 91	

			; Methyl (10E)-10-octadecenoate # METHYL 9,9-DIDEUTERO-OCTADECANOATE 435255 019905-64-7 91		[palmitoyloxy]methyl ethyl palmitate # 12-Hydroxydodecanoic acid; Dodecan-12- oic acid, 12-hydroxy-
7	26.513 16.79	C:\Database\Wiley\Nist05.L	9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Oleic acid; Red oil; Oelsaure; Oleine 7503; Panolyn 100; Emersol 211; Vopcolene 27; cis-Oleic acid; Wecoline 00; 2-9-Octadecenoic acid; cis-9-Octadecenoic acid; .delta.9-cis-Oleic acid; 9-Octadecenoic acid, (Z)-; cis-.delt Oleic Acid 430794 000112-80-1 88 9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Oleic acid; Red oil; Oelsaure; Oleine 7503; Panolyn 100; Emersol 211; Vopcolene 27; cis-Oleic acid; Wecoline 00; 2-9-Octadecenoic acid; cis-9-Octadecenoic acid; .delta.9-cis-Oleic acid; 9-Octadecenoic acid, (Z)-; cis-.delt 430801 000112-80-1 64	11	25.041 5.22 C:\Database\Wiley\Nist05.L 1,2-Epoxy-1-vinylcyclohexane 74207 053601-11-9 53 9-Octadecenoic acid (Z)-, 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl ester; Olein, 2-mono-; .beta.-Monoolein; Glycerol 2-monooleate; 2-Monoolein; 2-Monooleoylglycerol; 2-Oleoylglycerol ether; 2-Oleoylglycerol; 2-Hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl (9Z)-9-octadecenoate 2-4-Nonadecen-1-ol acetate; (4Z)-4-Nonadecenyl acetate #
8	21.833 9.56	C:\Database\Wiley\Nist05.L	2-(METHYL-D3)-CYCLODECANONE 32164 032444-56-1 46 Ethylene brassylate; 1,4-Dioxacycloheptadecane-5,17-dione; Astratone; Ethylene undecane dicarboxylate; Musk T; Tridecanedioic acid, cyclic ethylene ester; 1,11-Undecanedicarboxylic acid, ester with ethylene glycol; Emersence 1150 Trichloroacetic acid, 2-tetradecyl ester; 1-Methyltridecyl trichloroacetate # 249447 000000-00-0 18		
9	25.327 15.22	C:\Database\Wiley\Nist05.L	9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane, cis-; 9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane # 6651 004925-71-7 80 9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane; Cyclooctane, 1,2-epoxy-; Cyclooctene, oxide; 1,2-Epoxyoctane; Epoxyoctane 1H-Indene, 5-butyl-6-hexyloctahydro-; Bicyclo[4.3.0]nonane, 3-butyl-4-hexyl-; 5-Butyl-6-hexyloctahydro-1H-indene # 353469 000286-62-4 80 145559 035044-36-5 53		
10	25.644 3.17	C:\Database\Wiley\Nist05.L	Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl ester; Palmitin, 2-mono-; Palmitic acid .beta.-monoglyceride; 2-Hexadecanoyl glycerol; 2-Monopalmitin; 2-Monopalmitoyl-sn-glycerol; 1,2,3-Propanetriol 2-hexadecanoyl ester; Glycerol .beta.-palmitate; 2-Hexadecanoic acid, 1-(hydroxymethyl)-1,2-ethanediyl ester; Palmitin, 1,2-di-; Dipalmitin; Glycerol 1,2-dipalmitate; 1,2-Dipalmitin; 1,2-Dipalmitoylglycerol; 2-Hydroxy-1-		

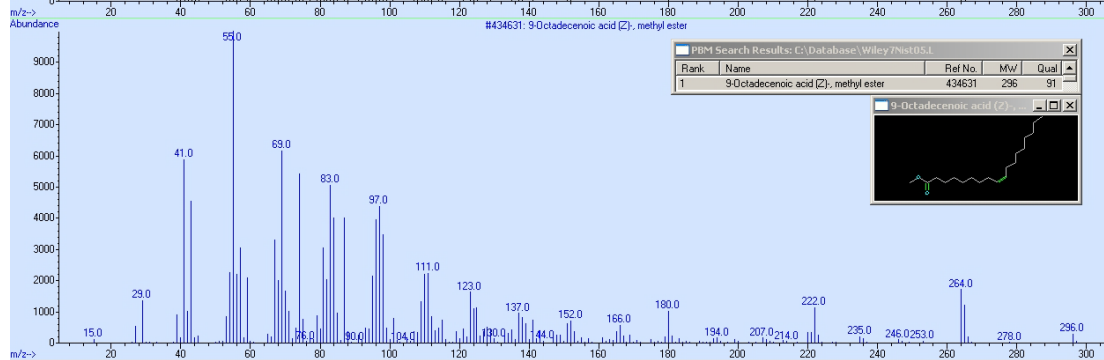
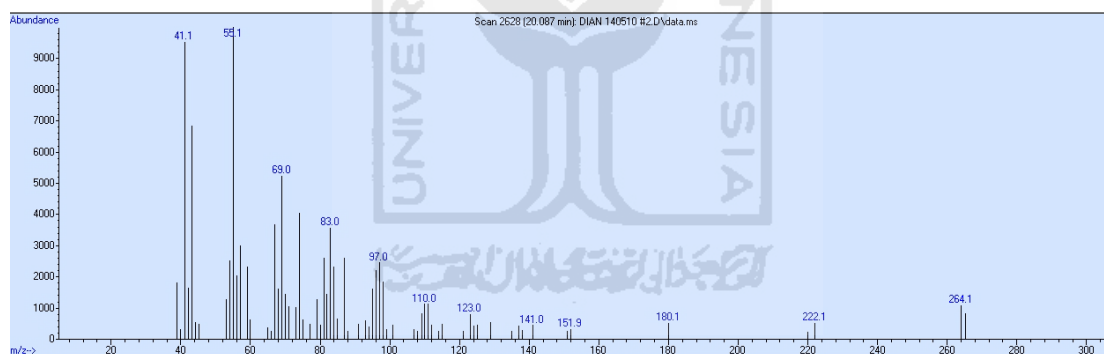
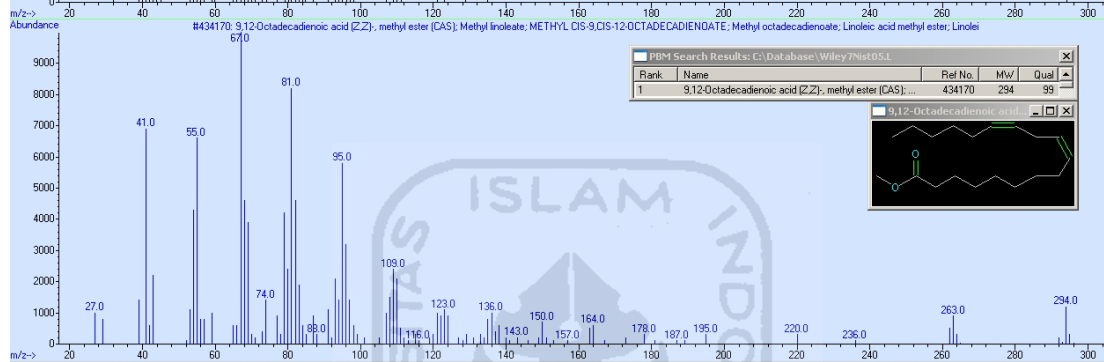
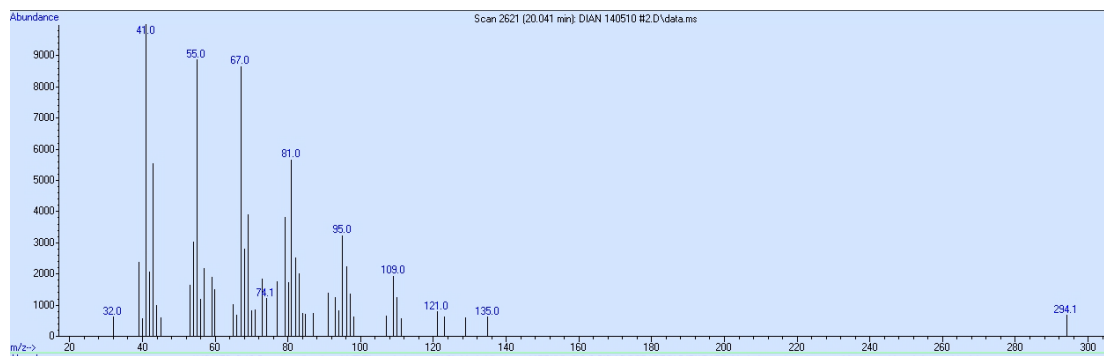
test.M Tue May 18 15:43:55 2010

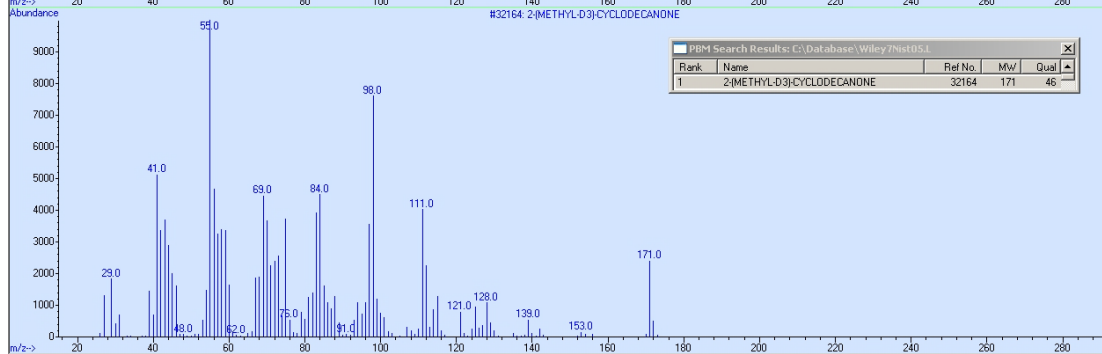
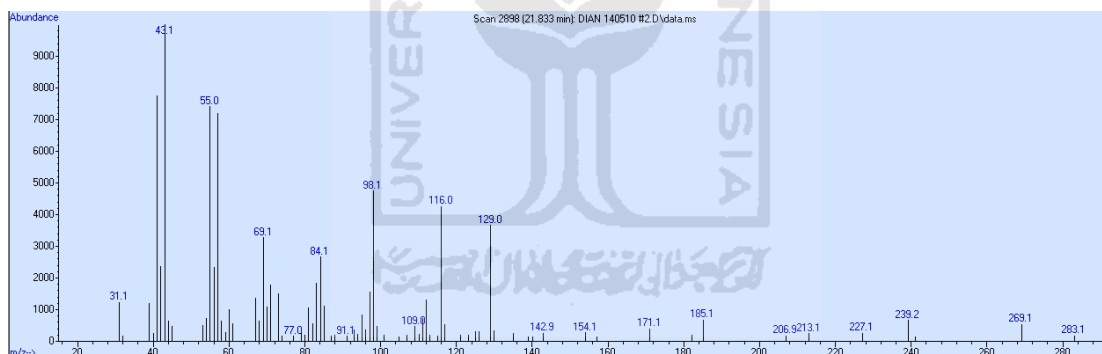
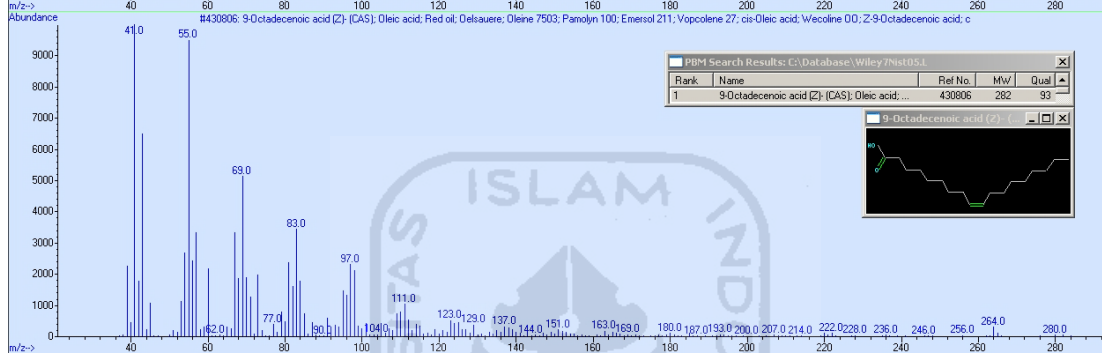
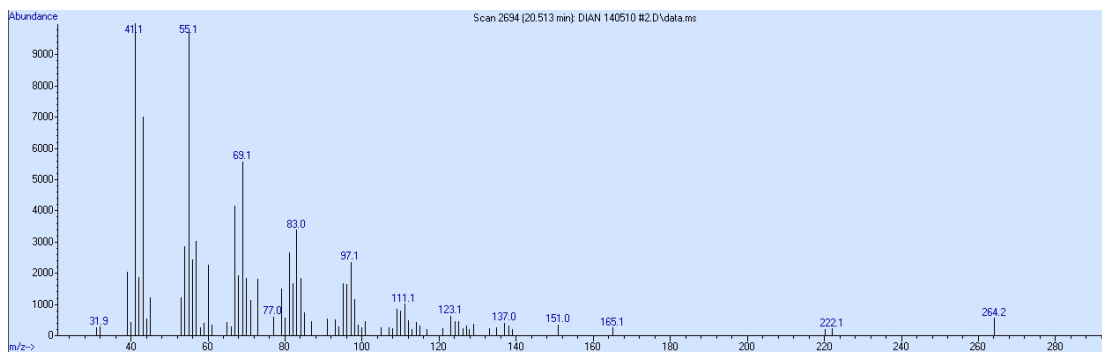


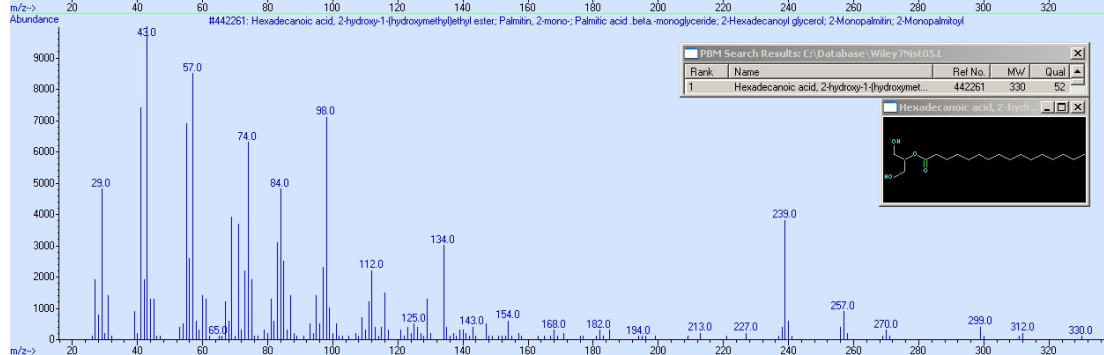
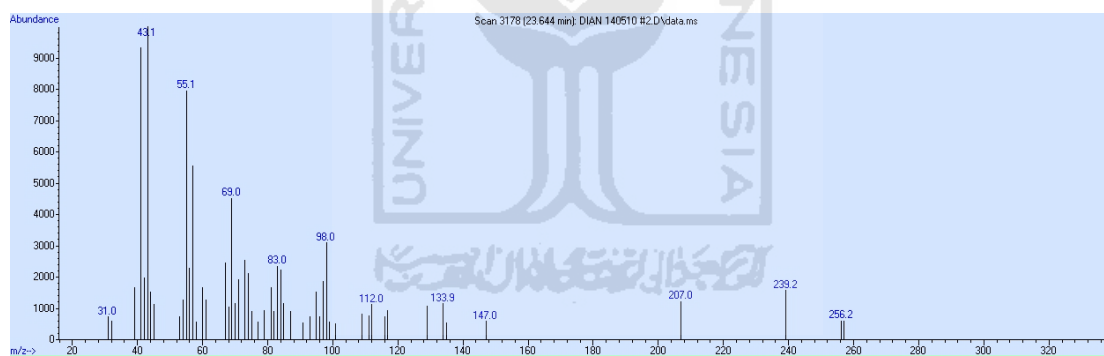
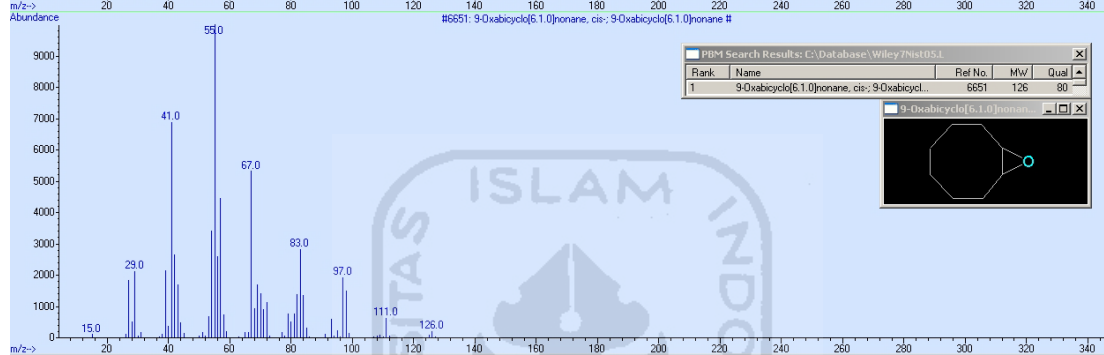
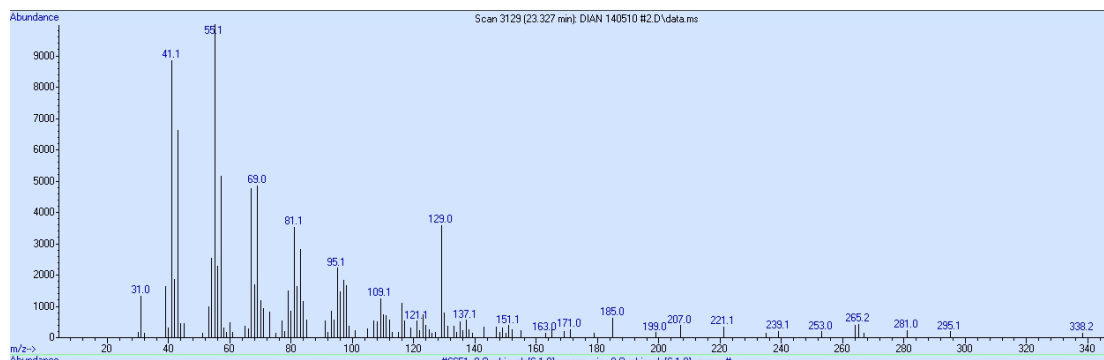


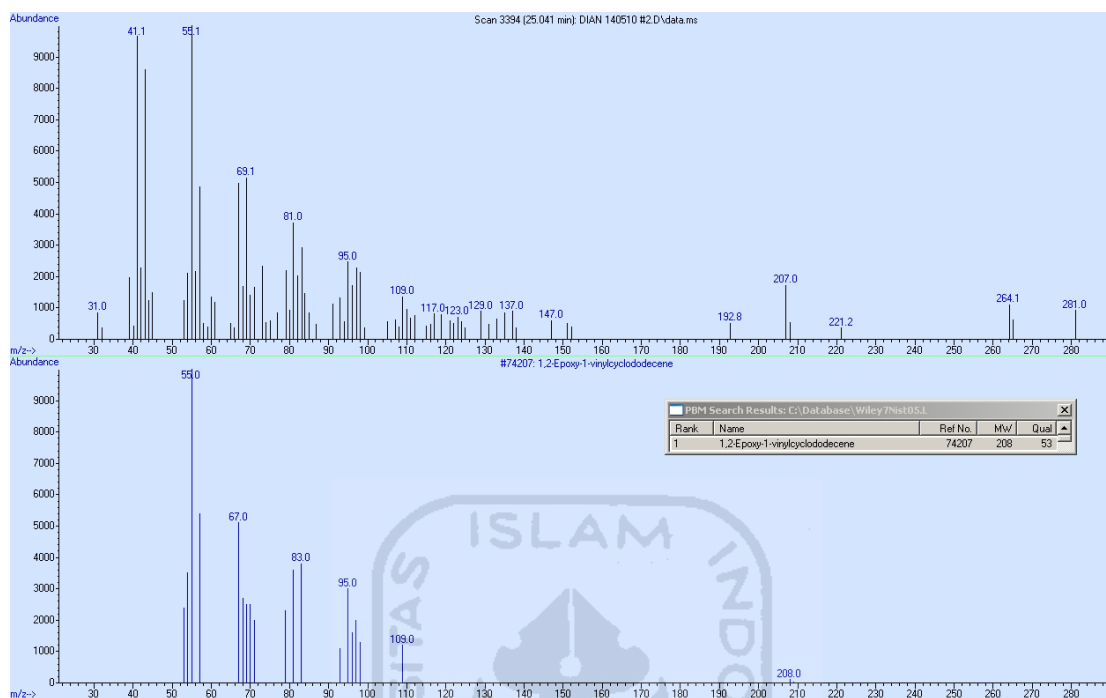








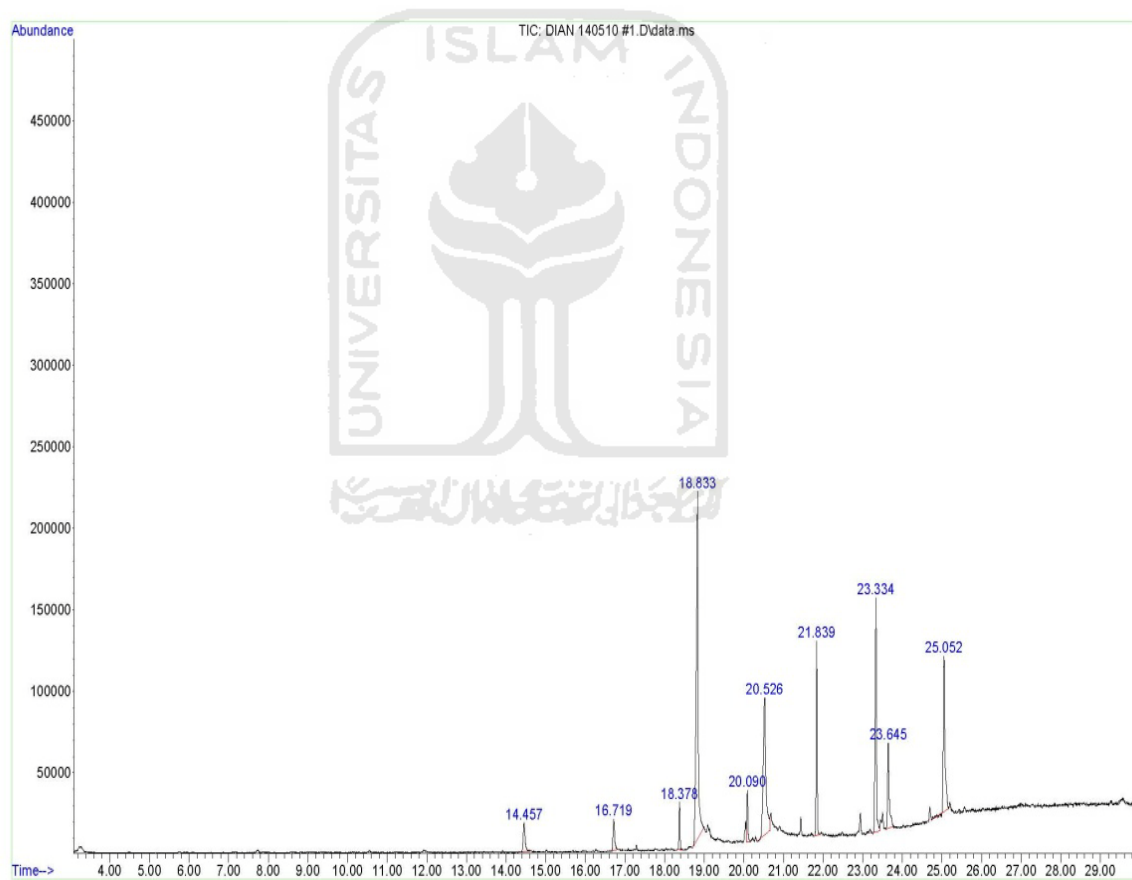




## Lampiran 6.

Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan berat katalis 0,6 gram selama 120 menit

File :D:\Data\_MSD\2010\DIAN 140510 #1.D  
Operator : WIJAYANTO  
Acquired : 14 May 2010 15:31 using AcqMethod UJI BIODIESEL 1.M  
Instrument : Instrument #1  
Sample Name: BIODIESEL  
Misc Info : 0,6 gram kitosan  
Vial Number: 1



## Area Percent Report

Data Path : D:\Data\_MSD\2010\  
 Data File : DIAN 140510 #1.D  
 Acq On : 14 May 2010 15:31  
 Operator : WIJAYANTO  
 Sample : BIODIESEL  
 Misc : 0,6 gram kitosan  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\msdchem\1\METHODS\test.M  
 Title :

Signal : TIC: DIAN 140510 #1.D\data.ms

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	14.457	1749	1758	1780	BB 2	17576	588024	7.95%	2.461%
2	16.719	2099	2107	2123	BB 2	18984	551615	7.46%	2.308%
3	18.378	2357	2364	2375	BV	28732	505674	6.84%	2.116%
4	18.833	2415	2434	2458	PV	210734	7398212	100.00%	30.957%
5	20.090	2624	2629	2641	VV	30978	599890	8.11%	2.510%
6	20.526	2667	2696	2716	BV 4	83766	4031698	54.50%	16.870%
7	21.839	2887	2899	2912	BV	119424	2233914	30.20%	9.347%
8	23.334	3117	3130	3144	BV 3	143072	3464576	46.83%	14.497%
9	23.645	3169	3178	3197	PV 2	52304	1556541	21.04%	6.513%
10	25.052	3347	3396	3414	PV 2	95190	2968388	40.12%	12.421%

Sum of corrected areas: 23898533

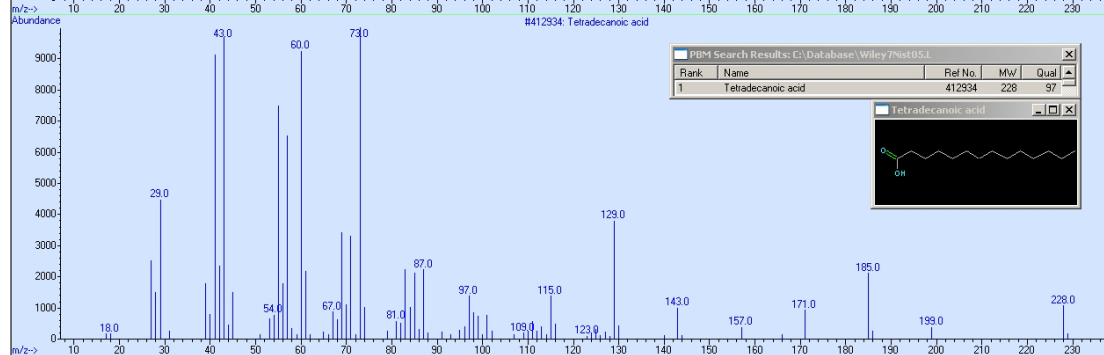
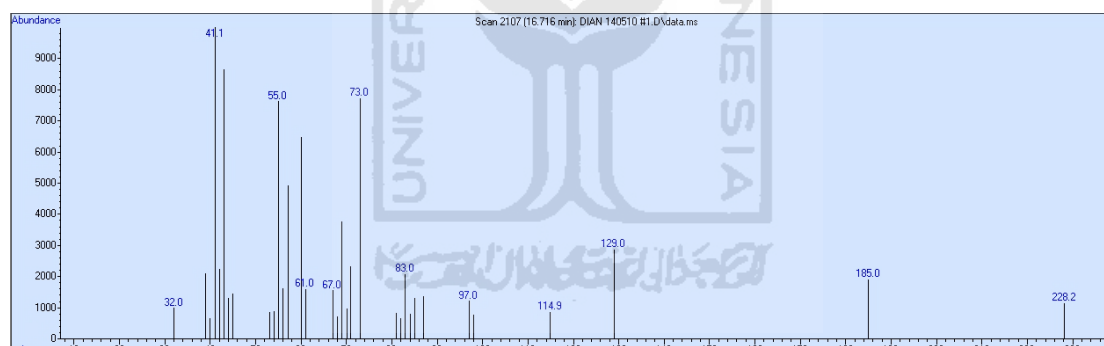
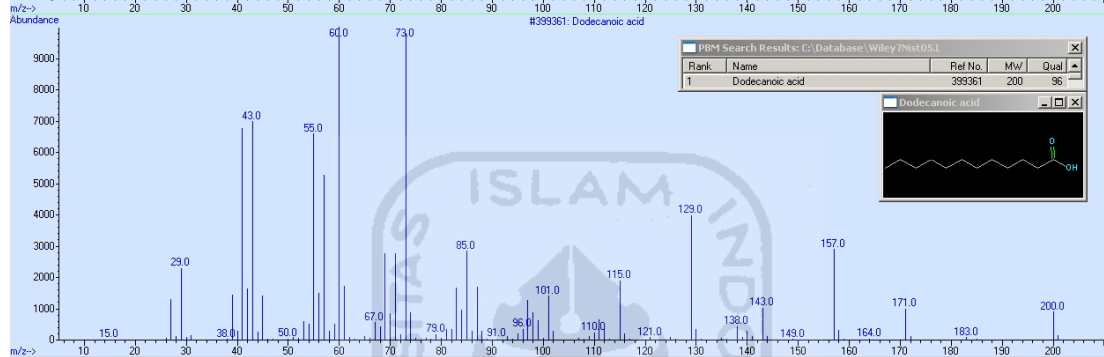
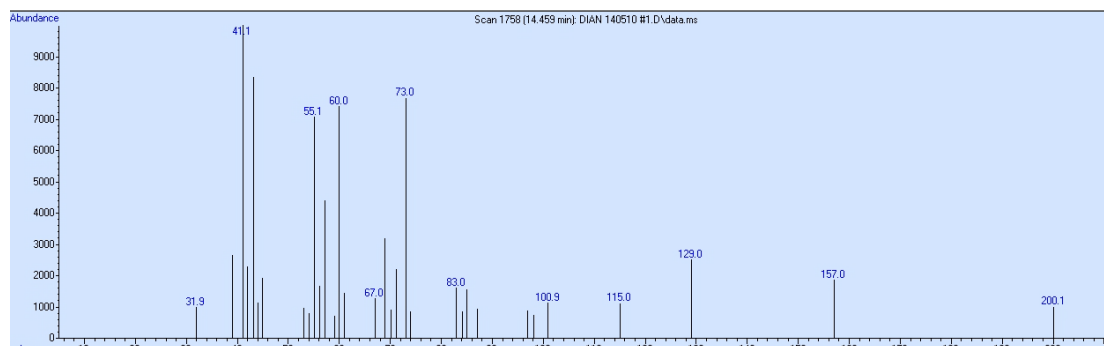
test.M Tue May 18 14:52:00 2010

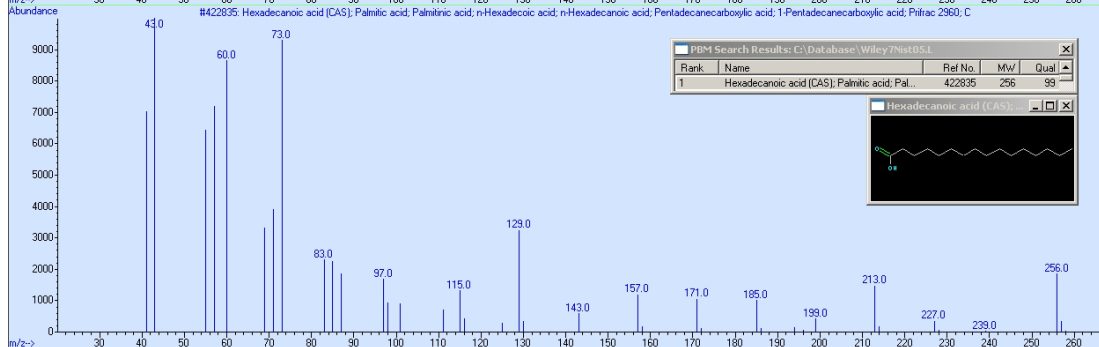
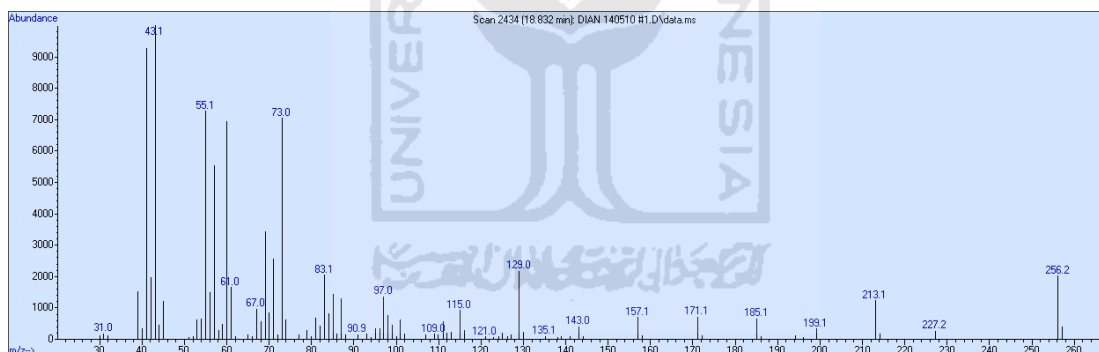
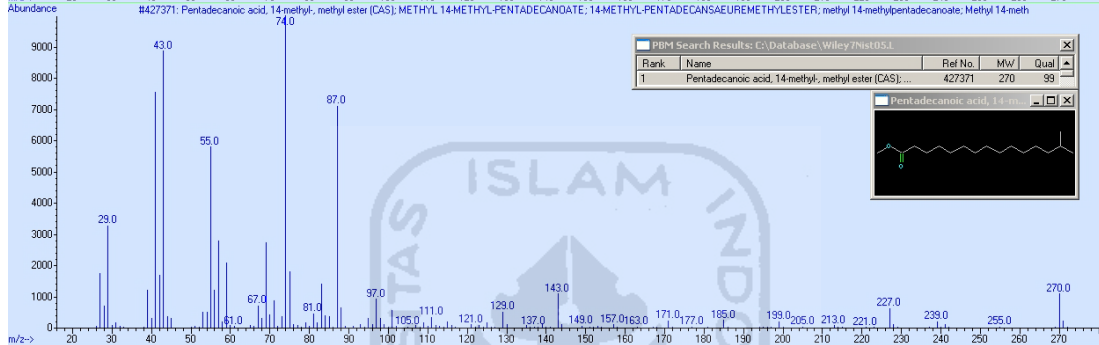
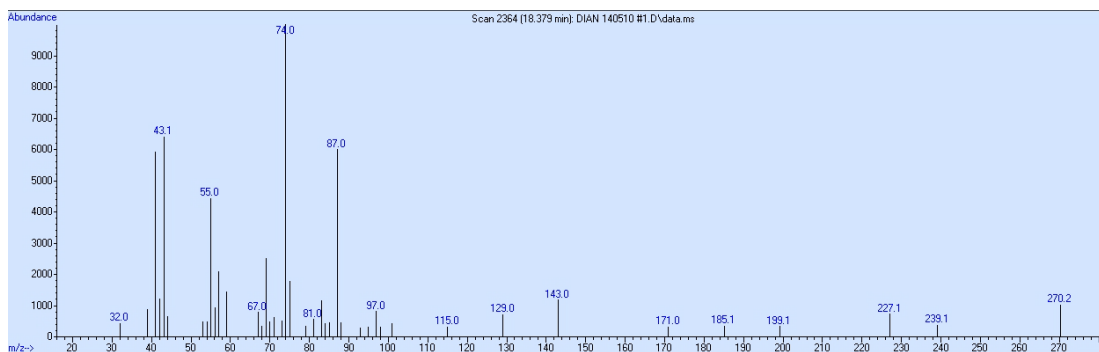
Laboratorium Terpadu UIN Yogya		Library Search Report				
Data Path : D:\Data MSD\2010\						
Data File : DGMN 140510 #1.D						
Acq On : 14 May 2010 15:31						
Operator : WENAYANTO						
Sample : BIOOESSEL						
Misc : 0,6 gram kitesan						
ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1						
Search Libraries:		C:\Database\Wiley\Nist05.L	Minimum Quality: 0			
		C:\Database\demo.1	Minimum Quality: 0			
Unknown Spectrum: Apex						
Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e						
PK#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	14.459	2.46	C:\Database\Wiley\Nist05.L			
			Dodecanoic acid	399361	000143-07-7 96	
			Dodecanoic acid (CAS); Lauric acid	399369	000143-07-7 95	
			; Ab1; Neo-fat 12; Vulvic acid; Un			
			ivol u-314; Aliphatic no. 4; Neo-fat			
			12-43; Dodecyllic acid; Ninol ae62			
			extra; Laurostearic acid; n-Dodec			
			anoic acid 1-Undecanecarboxylic a			
			cid; Univol U 314; Lunac L 70; LAU			
			RIC ACID (N-DOEC)			
			Dodecanoic acid (CAS); Lauric acid	399369	000143-07-7 95	
			; Ab1; Neo-fat 12; Vulvic acid; Un			
			ivol u-314; Aliphatic no. 4; Neo-fat			
			12-43; Dodecyllic acid; Ninol ae62			
			extra; Laurostearic acid; n-Dodec			
			anoic acid 1-Undecanecarboxylic a			
			cid; Univol U 314; Lunac L 70; LAU			
			RIC ACID (N-DOEC)			
2	16.716	2.31	C:\Database\Wiley\Nist05.L			
			Tetradecanoic acid	412934	000544-63-8 97	
			Tetradecanoic acid	412932	000544-63-8 96	
			Tetradecanoic acid (CAS); Myristic	412940	000544-63-8 96	
			acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradec			
			anoic acid; neo-fat 14; Univol U 3			
			168; n-Tetradecanoic acid; 1-Trideca			
			neocarboxylic acid; n-Tetradecan-			
			oic acid; methyl tridecanoate; Coc			
			conut oil fatty acids; Crocacid; Em			
			ery 655; Hydrofol			
3	18.379	2.12	C:\Database\Wiley\Nist05.L			
			Pentadecanoic acid, 14-methyl-, me	427371	000129-60-2 99	
			thyl ester (CAS); METHYL 14-METHYL			
			-PENTADECANOATE; 14-METHYL-HEPTADEC			
			CANSAUREMETHYLESTER; methyl 14-me			
			thylpentadecanoate; Methyl 14-meth			
			ylpentadecanoate #; Methyl 14-meth			
			ylpentadecanoate (computer-generat			
			ed name)			
			Hexadecanoic acid, methyl ester; P	427330	000112-39-0 97	
			almitic acid, methyl ester; n-Hexa			
			decanoic acid methyl ester; Methol			
			ene 2216; Methyl hexadecanoate; Me			
			thyl n-hexadecanoate; Methyl palmitate;			
			Uniphatic A60; Emery 2216; Fadi			
			ia 7120			
			Hexadecanoic acid, methyl ester (C	427351	000112-39-0 96	
			AS); Methyl palmitate; Methyl hexa			
			decanoate; Methyl n-hexadecanoate;			
			Uniphatic A60; Methless 2216; Palm			
			itic acid methyl ester; Palmitic a			
			cid, methyl ester; n-Hexadecanoic			
			acid methyl ester; PALMITIC ACID-M			
			ETHYL ESTER; METH			
4	18.832	30.96	C:\Database\Wiley\Nist05.L			
			Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic	422835	000057-10-3 99	
			acid; Palmitic acid; n-Hexadecoi			
			c acid; n-Hexadecanoic acid; Penta			
			decaneocarboxylic acid; 1-Pentadeca			
			neocarboxylic acid; Prifrac 2960; C			
			occonut oil fatty acids; Cetyllic ac			
			id; Emersol 140; Emersol 143; Hexa			
			decyllic acid; Hyd			
			Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic	422834	000057-10-3 99	
			acid; Palmitic acid; n-Hexadecoi			
			c acid; n-Hexadecanoic acid; Penta			
			decaneocarboxylic acid; 1-Pentadeca			
			neocarboxylic acid; Prifrac 2960; C			
			occonut oil fatty acids; Cetyllic ac			
			id; Emersol 140; Emersol 143; Hexa			
			decyllic acid; Hyd			
			Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic	422830	000057-10-3 98	
			acid; Palmitic acid; n-Hexadecoi			
			c acid; n-Hexadecanoic acid; Penta			
			decaneocarboxylic acid; 1-Pentadeca			
			neocarboxylic acid; Prifrac 2960; C			
			occonut oil fatty acids; Cetyllic ac			
			id; Emersol 140; Emersol 143; Hexa			
			decyllic acid; Hyd			
5	20.093	2.51	C:\Database\Wiley\Nist05.L			
			6-Octadecenoic acid, methyl ester,	434623	002777-56-4 81	
			(Z)-			
			9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl e	434642	000112-62-9 76	
			ster (CAS); Methyl oleate; Methyl			
			cis-9-octadecenoate; Oleic acid me			
			thyl ester; Oleic acid, methyl est			
			er; Emery oleic acid ester 2301; O			
			LEIC ACID-METHYL ESTER; (Z)-9-OCTA			
			DECENOIC ACID, METHYL ESTER; (Z)-9			
			-Octadecenoic acid			
			9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl e	434631	000112-62-9 70	
			ster			
6	20.526	16.87	C:\Database\Wiley\Nist05.L			
			Oleic Acid	430794	000112-80-1 81	
			9-Oxabicyclo[5.1.0]nonane (CAS); C	353465	000286-62-4 76	
			ylcyclooctene oxide; Cyclooctene, oxi			
			de; Cyclooctane, 1,2-epoxy-; Epoxy			
			cyclooctane; 1,2-Epoxyoctane			
			9-Hexadecenoic acid; (9E)-9-Hexade	132633	002091-29-4 72	
			canoic acid #			

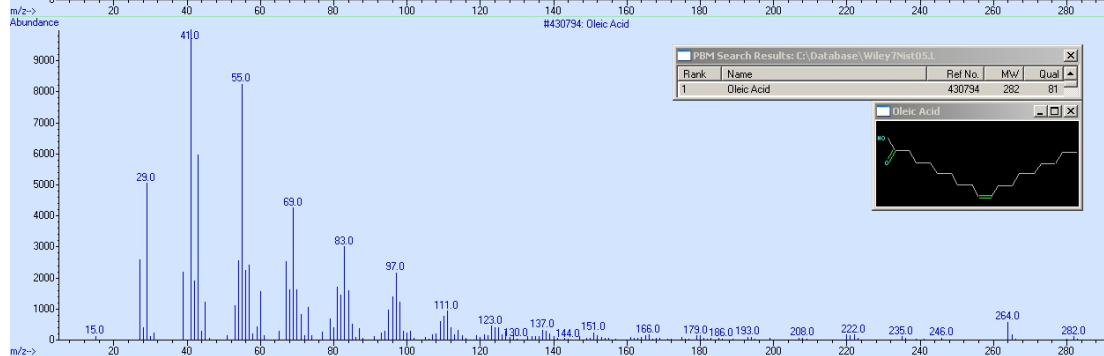
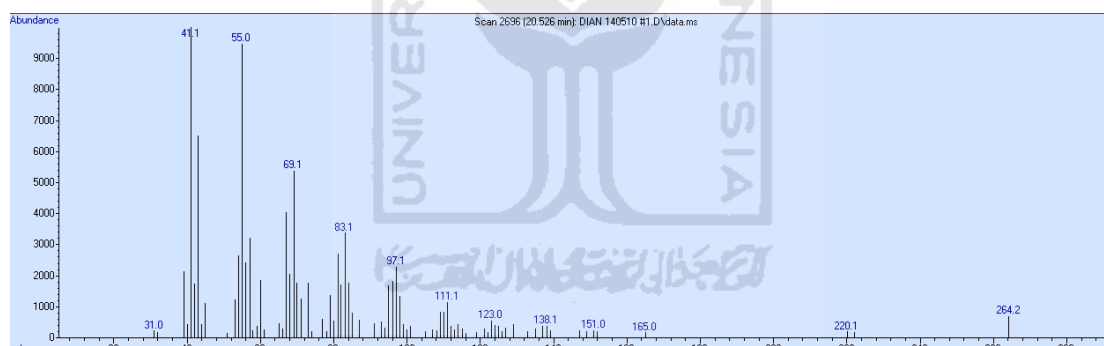
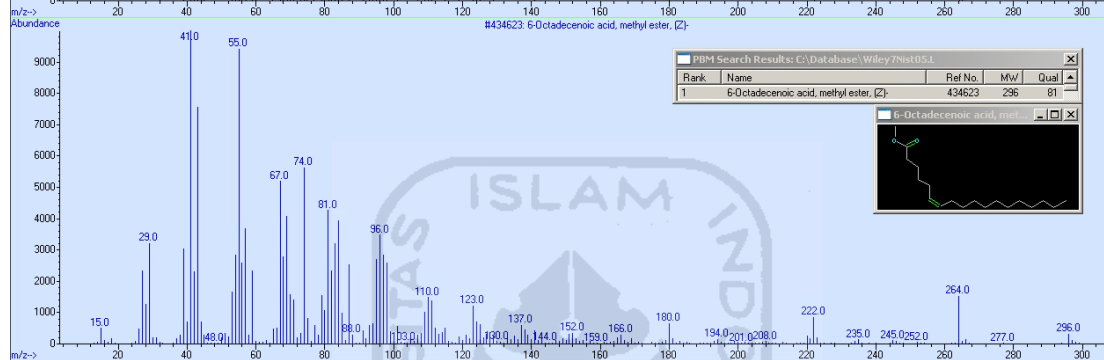
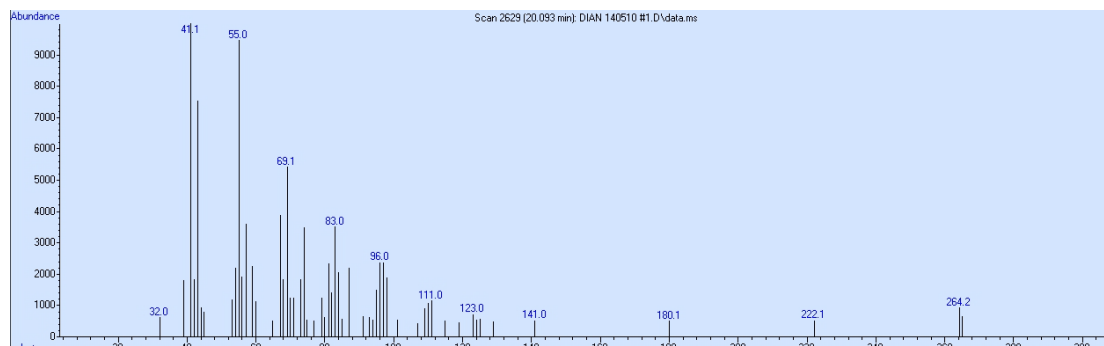
<p>7 21.939 9.35 C:\Database\Wiley\Nist05.L Oxacyclotetradecane-2,11-dione, 13 417395 074695-36-2 47 -methyl-; 13-Methyloxacyclotetradecane-2,11-dione # Ethylene brassylate; 1,4-Dioxacycl 427198 000105-95-3 46 oheptadecane-5,17-dione; Astratone ; Ethylene undecane dicarboxylate; Musk T; Tridecanedioic acid, cycl ic ethylene ester; 1,11-Undecanedi carboxylic acid, ester with ethyle ne glycol; Emersence 1150 Oxalic acid, hexyl tridecyl ester 248266 000000-00-0 25</p>	<p>Titer White Oleic Acid: Coleseure ; Oleine 7503; Pa  test.K Tue May 18 14:50:45 2010</p>
<p>8 23.334 14.50 C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane, cis-; 9 6651 004925-71-7 70 -Oxabicyclo[6.1.0]nonane # 9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane; Cyclooc 353468 000296-62-4 56 tane, 1,2-epoxy-; Cyclooctene, oxi de; 1,2-Epoxyoctane; Epoxyoct ane 13-Octadecenal, (E)- 426017 058594-45-9 46</p>	
<p>9 23.644 6.51 C:\Database\Wiley\Nist05.L Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1-[hy 442261 023470-00-0 91 droxymethyl]ethyl ester; Palmitin, 2-mono-; Palmitic acid .beta.-mon oglyceride; 2-Hexadecanoyl glycer ol; 2-Monopalmitin; 2-Monopalmitoy -sn-glycerol; 1,2,3-Propanetriol 2 -hexadecanoyl ester; Glycerol .be ta.-palmitate; 2- Hexadecanoic acid, 2,3-dihydroxypr 223325 013670-51-0 93 opyl ester, (+/-)-; 2,3-Dihydrox ypropyl palmitate # Hexadecanoic acid, 2,3-dihydroxypr 442258 000542-44-9 59 opyl ester; Palmitin, 1-mono-; .al pha.-Monopalmitin; Glycerol 1-mono palmitate; Glycerol 1-palmitate; G lycerol 3-palmitate; Glycerol palm itate; Palmitic acid .alpha.-monog lyceride; 1-Monopalmitin; 1,2,3-Pr opanetriol 1-hexa</p>	
<p>10 25.054 12.42 C:\Database\Wiley\Nist05.L 3,17-Octadecadienal, (2E)-; (9Z)-9, 145494 052554-35-9 91 17-Octadecadienal # 9-Octadecenoic acid (2E)-, 2-hydrox 446541 003443-64-3 81 y-1-(hydroxymethyl)ethyl ester; Ol ein, 2-mono-; .beta.-Monolein; Gl ycerol 2-monoleate; 2-Monolein; 2-Monoleoylglycerol; 2-Oleoyl gly cerol ether; 2-Oleoylglycerol; 2-H ydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl (9Z) -9-octadecenoate Oleic Acid; 9-Octadecenoic acid (E 430796 000112-80-1 64 )-; .delta.(Sup9)-cis-Oleic acid; cis-.delta.(Sup9)-Octadecenoic aci d; cis-Oleic Acid; cis-9-Octadecen ic Acid; Emersol 211; Emersol 220 White Oleic Acid; Emersol 221 Low</p>	

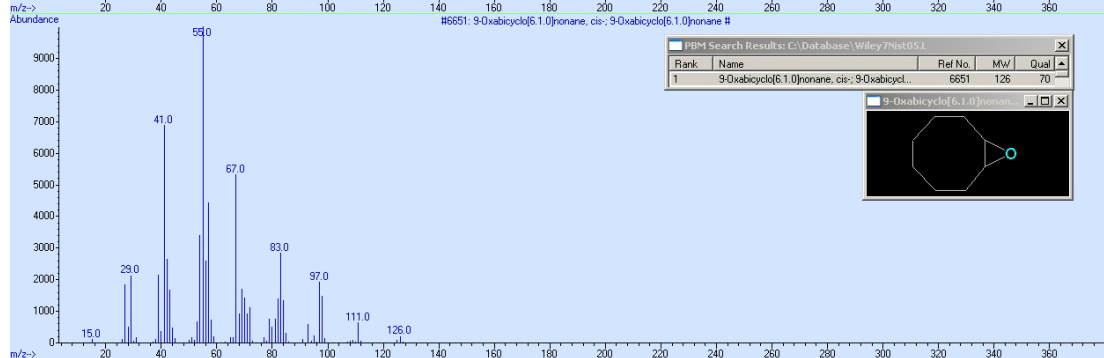
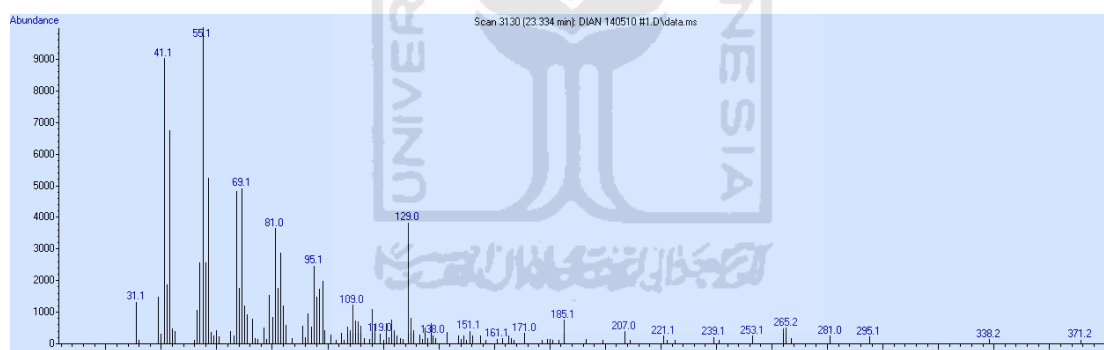
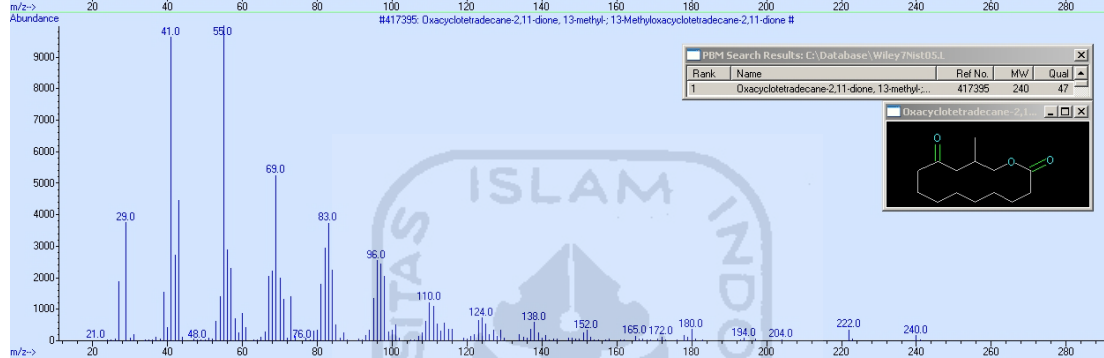
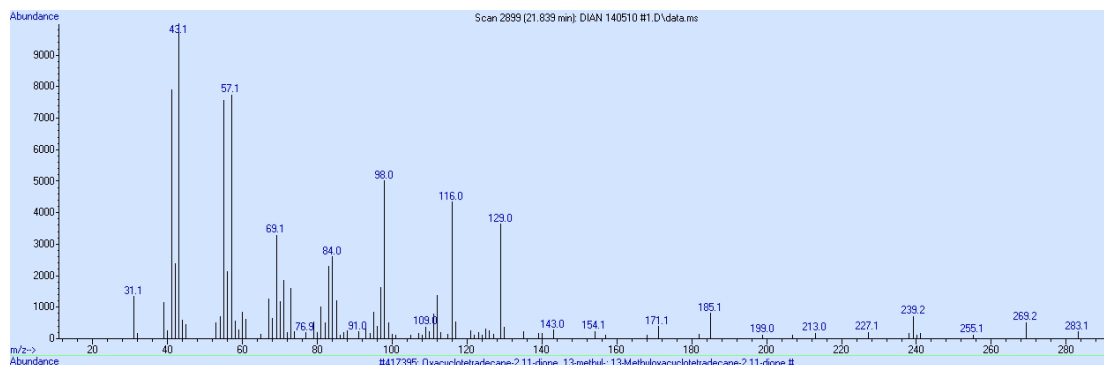


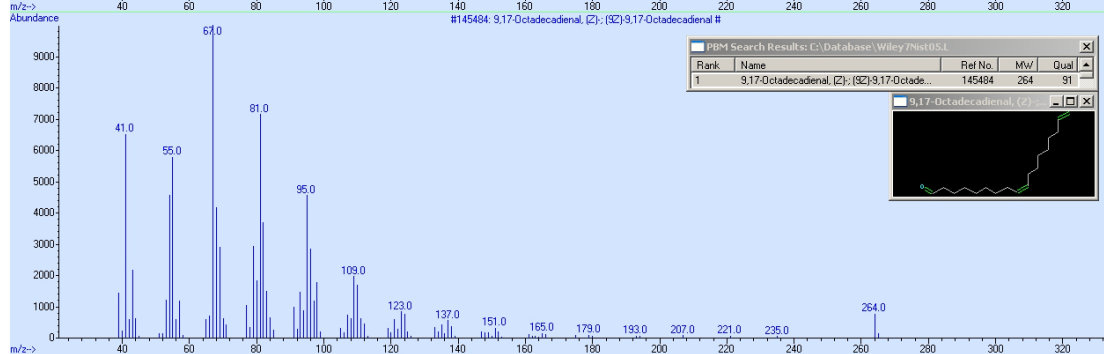
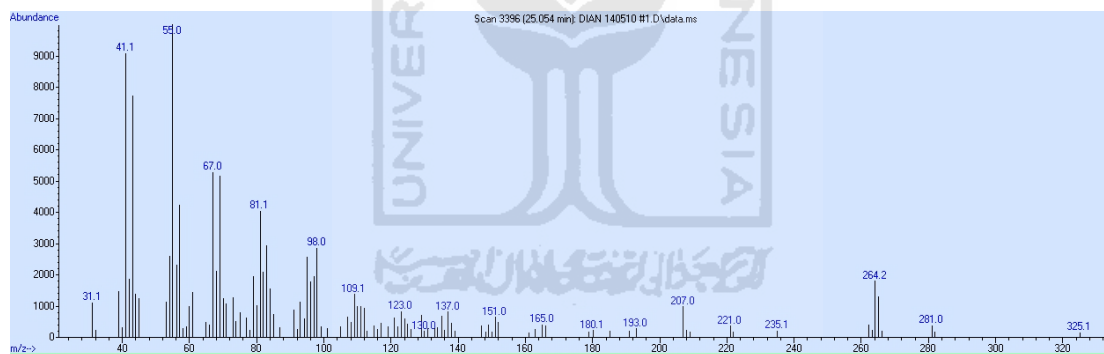
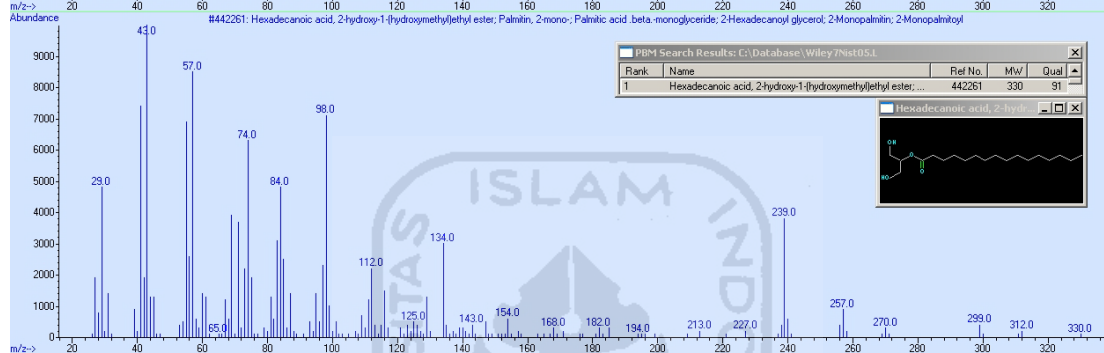
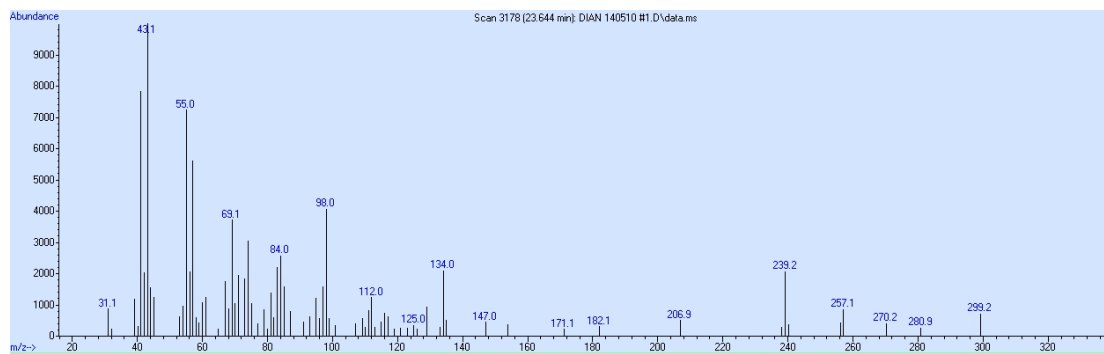








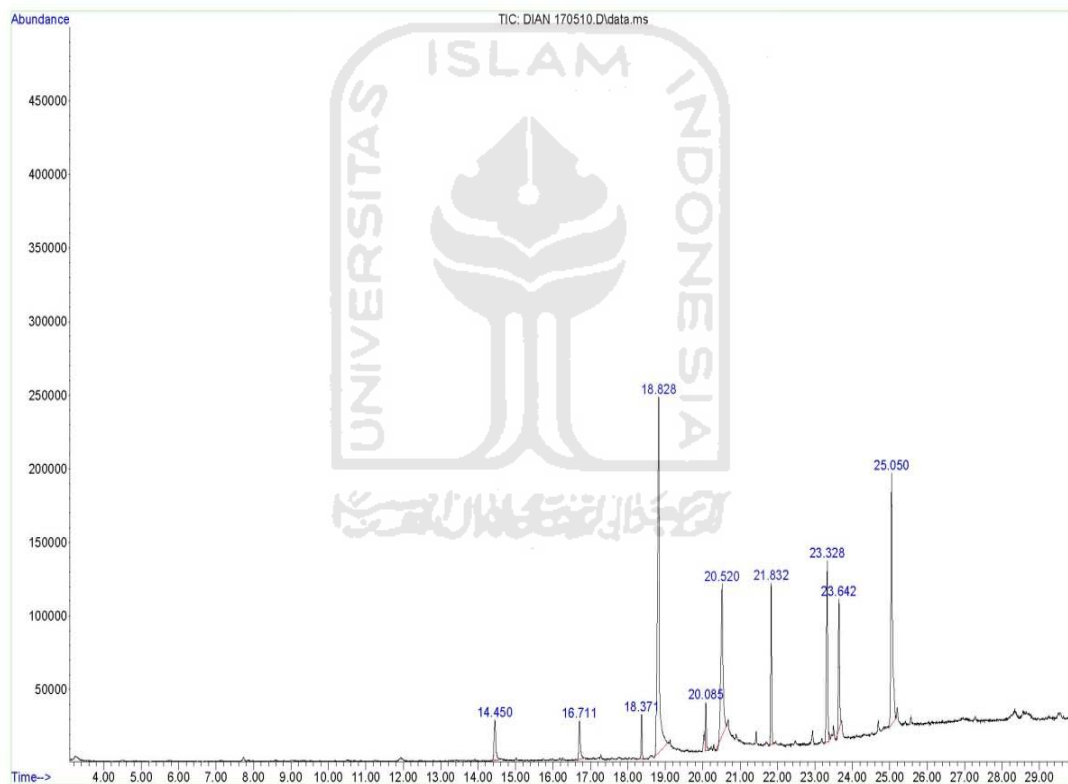




## Lampiran 7.

Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan berat katalis 0,4 gram selama 120 menit

File :D:\Data\_MSD\2010\DIAN 170510.D  
Operator : WIJAYANTO  
Acquired : 17 May 2010 11:52 using AcqMethod UUI BIODIESEL 1.M  
Instrument : Instrument #1  
Sample Name: BIODIESEL  
Misc Info : 0,4 gram kitosan  
Vial Number: 1



## Area Percent Report

Data Path : D:\Data MSD\2010\  
 Data File : DIAN 170510.D  
 Acq On : 17 May 2010 11:52  
 Operator : WIJAYANTO  
 Sample : BIODIESEL  
 Misc : 0,4 gram kitosan  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\msdchem\1\METHODS\test.M  
 Title :

Signal : TIC: DIAN 170510.D\data.ms

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	14.450	1747	1757	1778	BB 4	27256	899819	9.91%	3.231%
2	16.711	2096	2106	2127	BB 2	26086	768117	8.46%	2.758%
3	18.371	2357	2363	2373	BB	30113	535848	5.90%	1.924%
4	18.828	2415	2433	2471	BV	240029	9079274	100.00%	32.605%
5	20.085	2624	2628	2639	VV 2	33070	647692	7.13%	2.326%
6	20.520	2668	2695	2713	PV 3	101609	4100178	45.16%	14.724%
7	21.832	2884	2898	2911	BV	107897	1968212	21.68%	7.068%
8	23.328	3115	3129	3135	BV	121070	2834091	31.21%	10.178%
9	23.642	3164	3178	3187	PV	87753	1984917	21.86%	7.128%
10	25.050	3384	3395	3413	PV	167712	5028015	55.38%	18.056%

Sum of corrected areas: 27846164

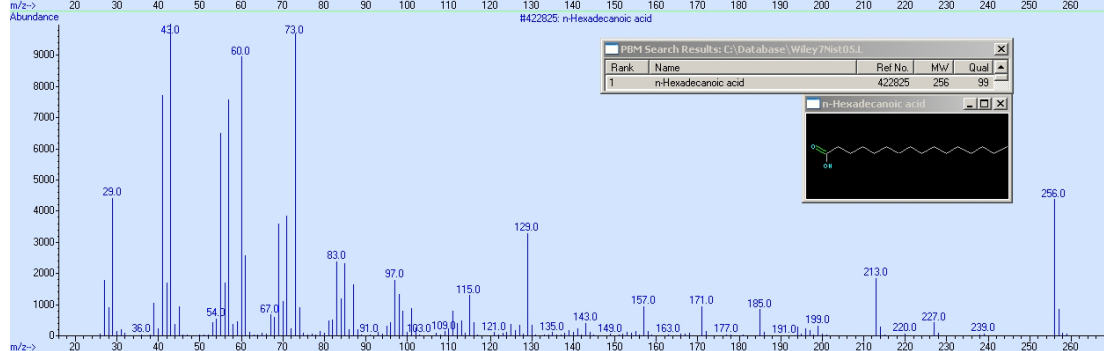
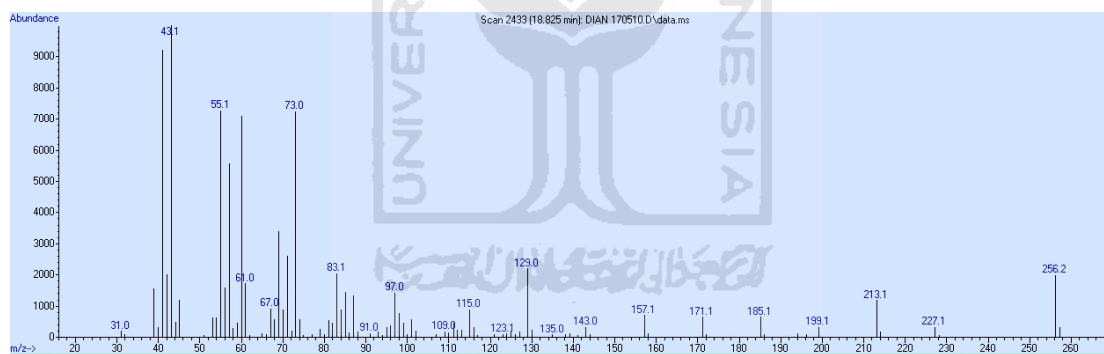
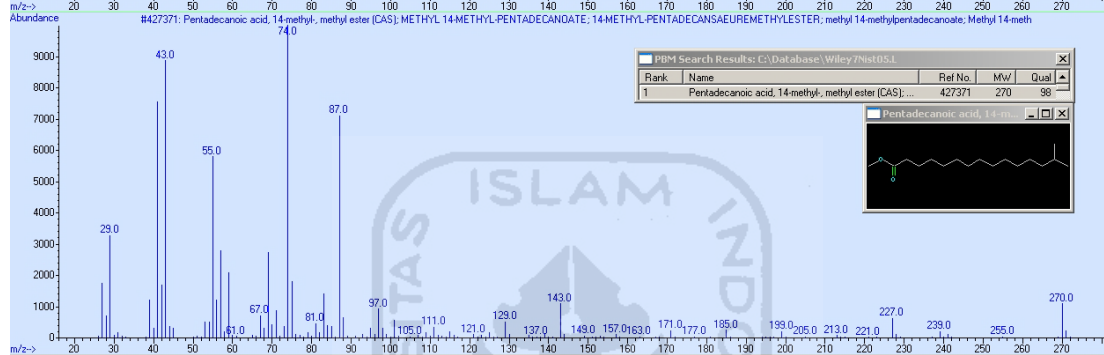
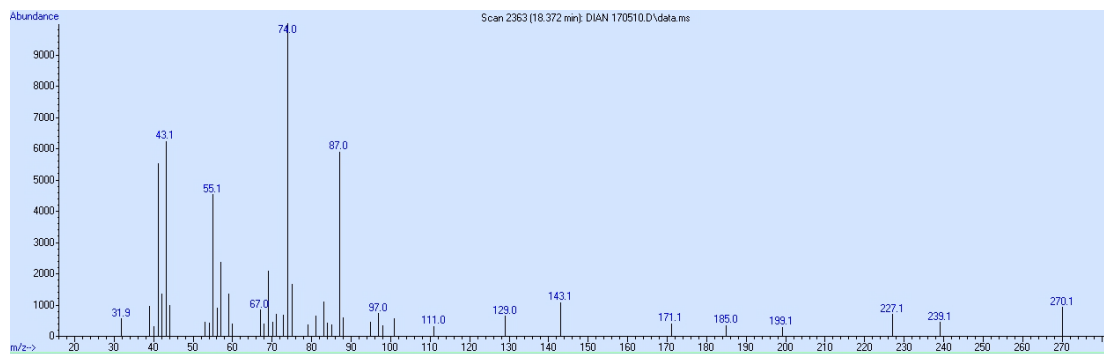
test.M Tue May 18 16:15:26 2010

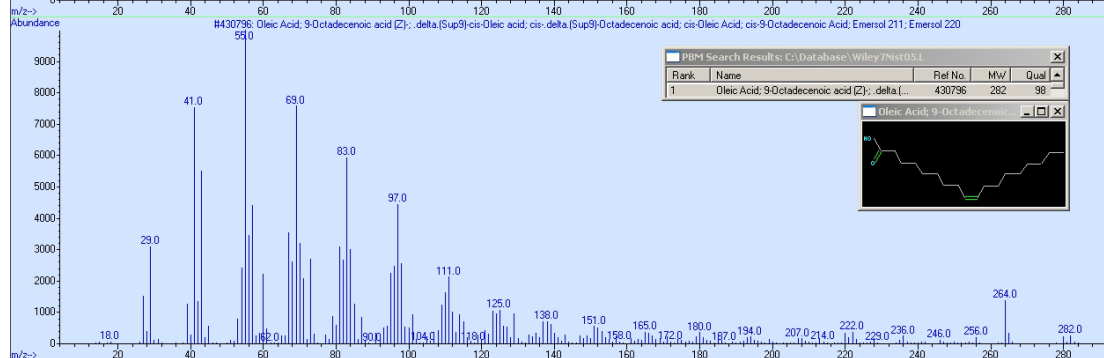
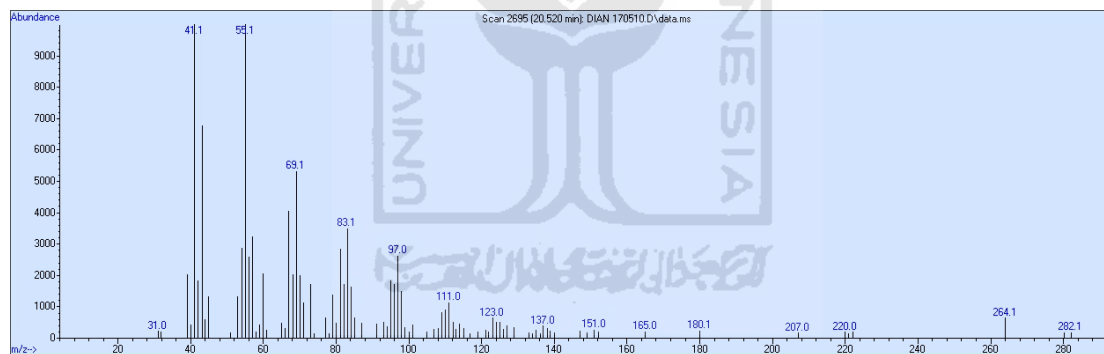
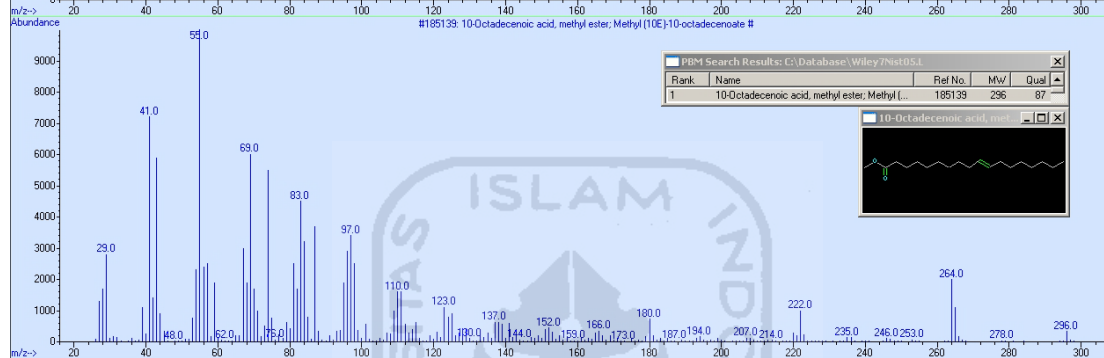
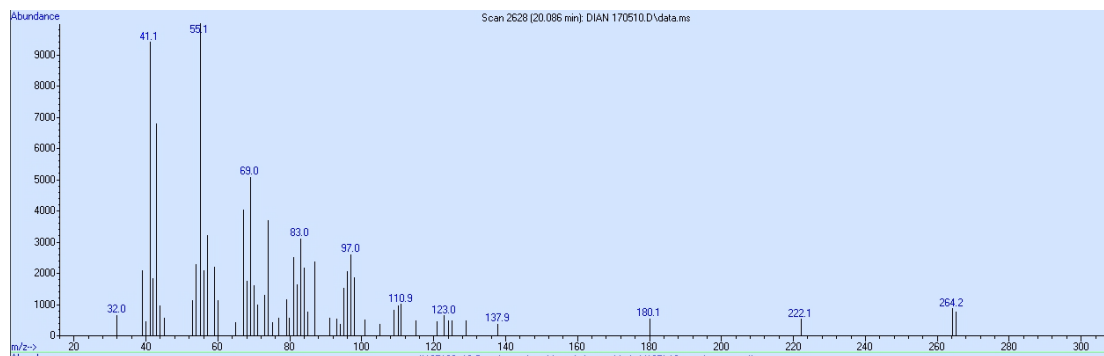


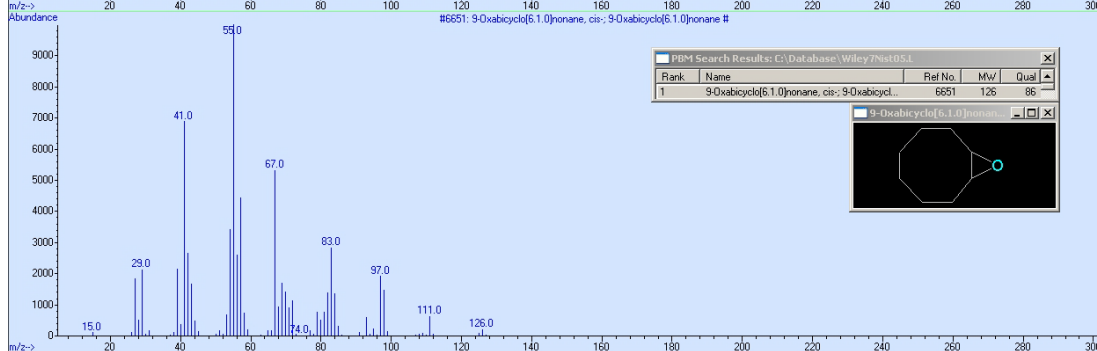
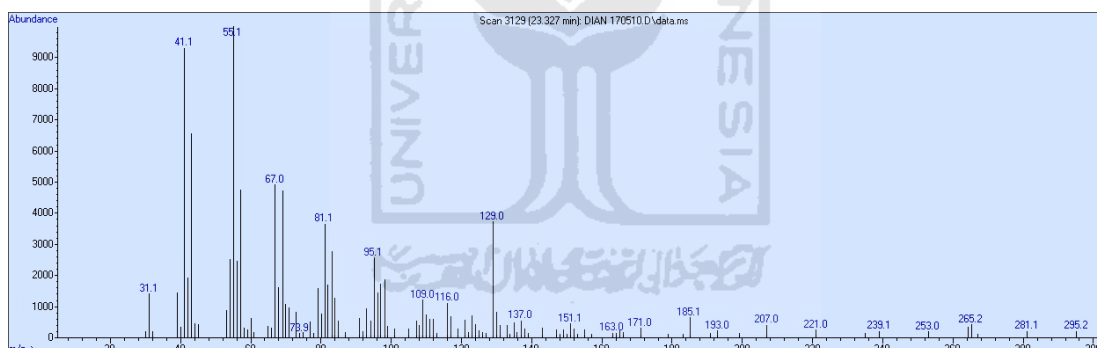
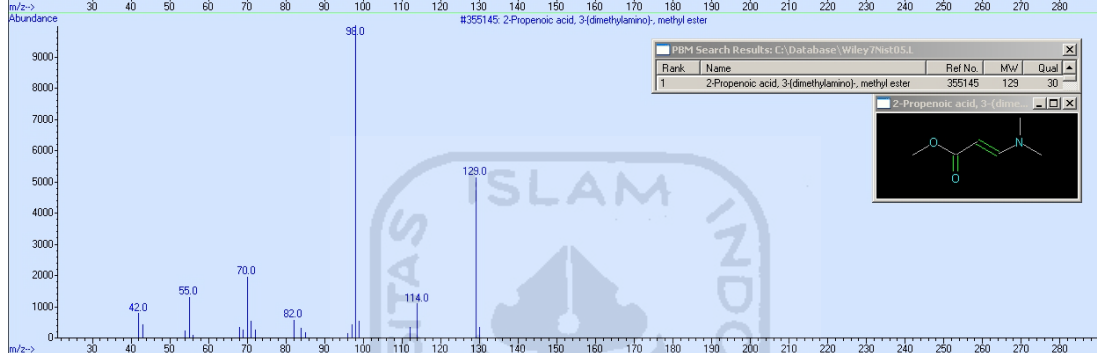
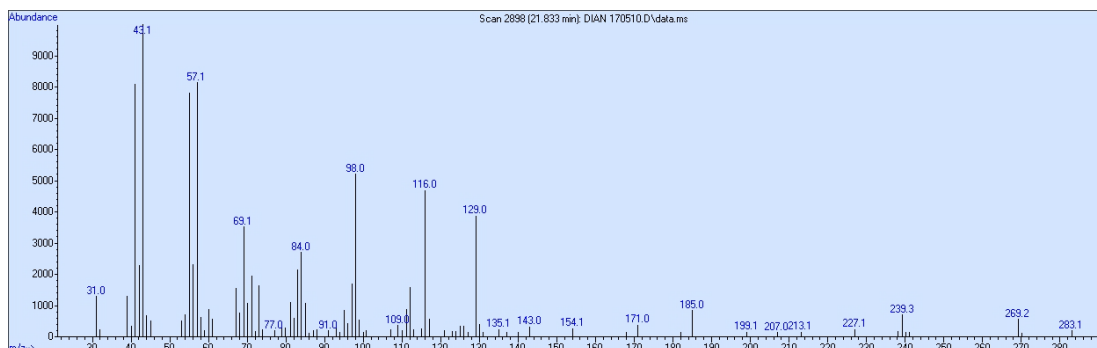


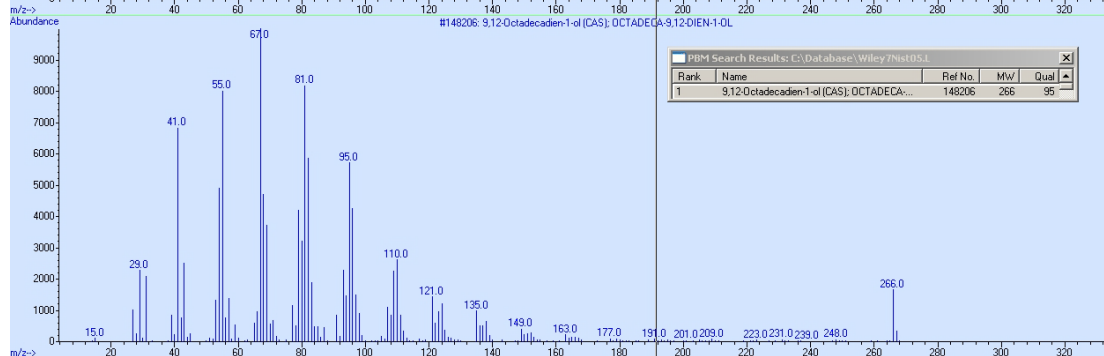
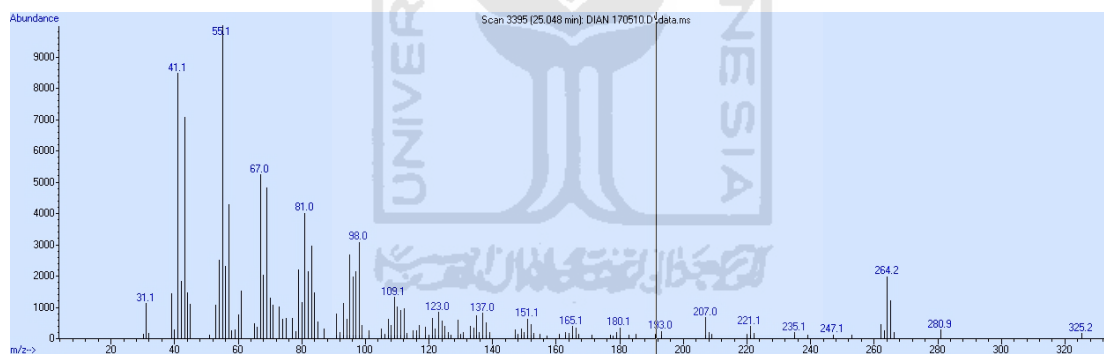
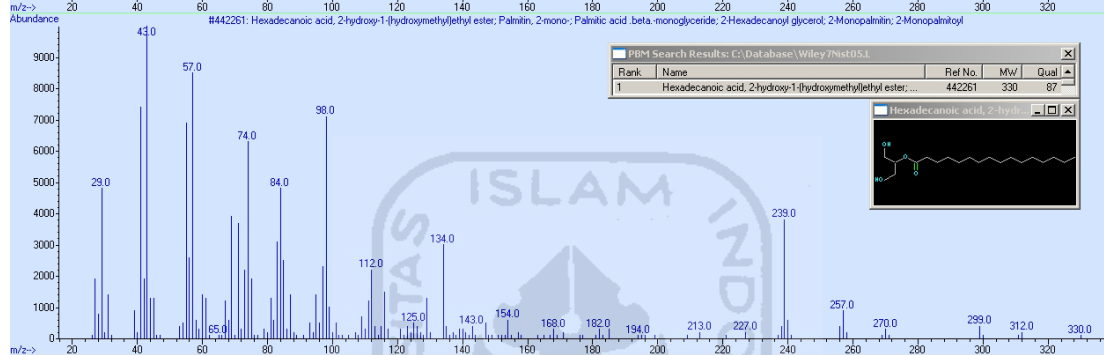
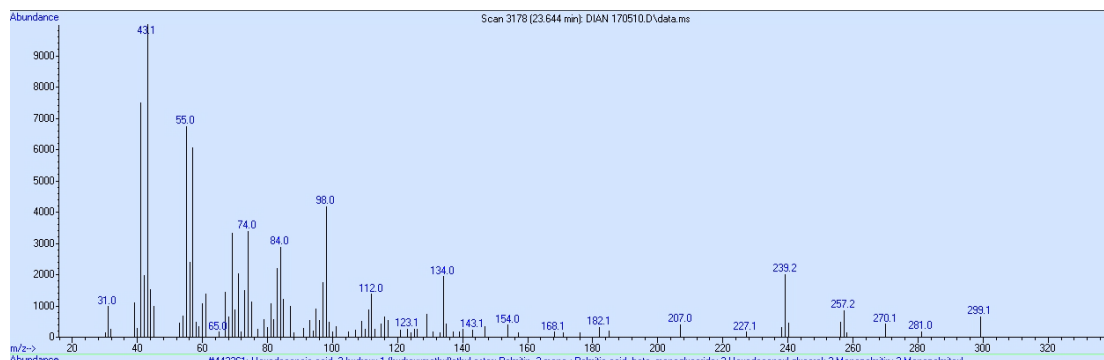
		White Oleic Acid; Emerzol 221 Low Titer White Oleic Acid; Oelsaure ; Oleine 7503; Pa Oleic Acid 430794 000112-80-1 98 HEPTADECENE-(8)-CARBOIC ACID-(1) 168061 000000-00-0 95		test.M Tue May 18 16:14:20 2010	
7	21.833	7.07	Cr:\Database\Wiley\Nist05.L 2-Propenoic acid, 3-(dimethylamino )-, methyl ester 355145 000999-59-7 30 2-Propenoic acid, 3-(dimethylamino )-, methyl ester (CAS); METHYL-HE PA.-DIMETHYLAMINOACRYLATE; Methyl 3-(dimethylamino)acrylate; Acrylic acid, 3-(dimethylamino)-, methyl ester; Methyl (2E)-3-(dimethylamin o)-2-propenoate #; Methyl (2E)-3-[( dimethylamino)-2- 2-Dodecylcyclobutane 112436 035493-46-0 25		
8	23.327	10.18	Cr:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane, cis-; 9 6651 004925-71-7 96 -Oxabicyclo[6.1.0]nonane # 9-Oxabicyclo[6.1.0]nonane; Cyclooc tane, 1,2-epoxy-; Cyclooctene, ox ide; 1,2-Epoxyoctane; Epoxyoct ane 8-Hexadecenal, 14-methyl-, (Z)-; 1 130499 060609-53-2 49 4-Methyl-8-hexadecenal E; (8Z)-14 -Methyl-8-hexadecenal #		
9	23.644	7.13	Cr:\Database\Wiley\Nist05.L Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1-(hy droxymethyl)ethyl ester; Palmitin, 2-mono-; Palmitic acid .beta.-mon oglyceride; 2-Hexadecanoyl glyce rol; 2-Monopalmitin; 2-Monopalmitoy l-sn-glycerol; 1,2,3-Propanetriol 2 -hexadecanoyl ester; Glycerol .be ta.-palmitate; 2- Hexadecanoic acid, 2,3-dihydroxypr opyl ester, (+/-)-; 2,3-Dihydrox ypropyl palmitate # Hexadecanoic acid, 2-(acetyloxy)-1 453524 055268-69-4 53 -[(acetyloxy)methyl]ethyl ester; 2 -(Acetyloxy)-1-[(acetyloxy)methyl] ethyl palmitate #		
10	25.048	18.06	Cr:\Database\Wiley\Nist05.L 9,12-Octadecadien-1-ol (CAS); OCTA 148206 001577-52-2 95 DECA-9,12-DIEN-1-OL 9,17-Octadecadienal, (Z)-; (9Z)-9, 145494 056554-35-9 93 17-Octadecadienal # 9-Octadecenoic acid (Z)-, 2-hydrox y-1-(hydroxymethyl)ethyl ester; Ol ein, 2-mono-; .beta.-Monoolein; Gl ycerol 2-monoleate; 2-Monolein; 2-Monoleoylglycerol; 2-Oleoyl gly cerol ether; 2-Oleoylglycerol; 2-H ydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl (9Z) -9-octadecenoate		







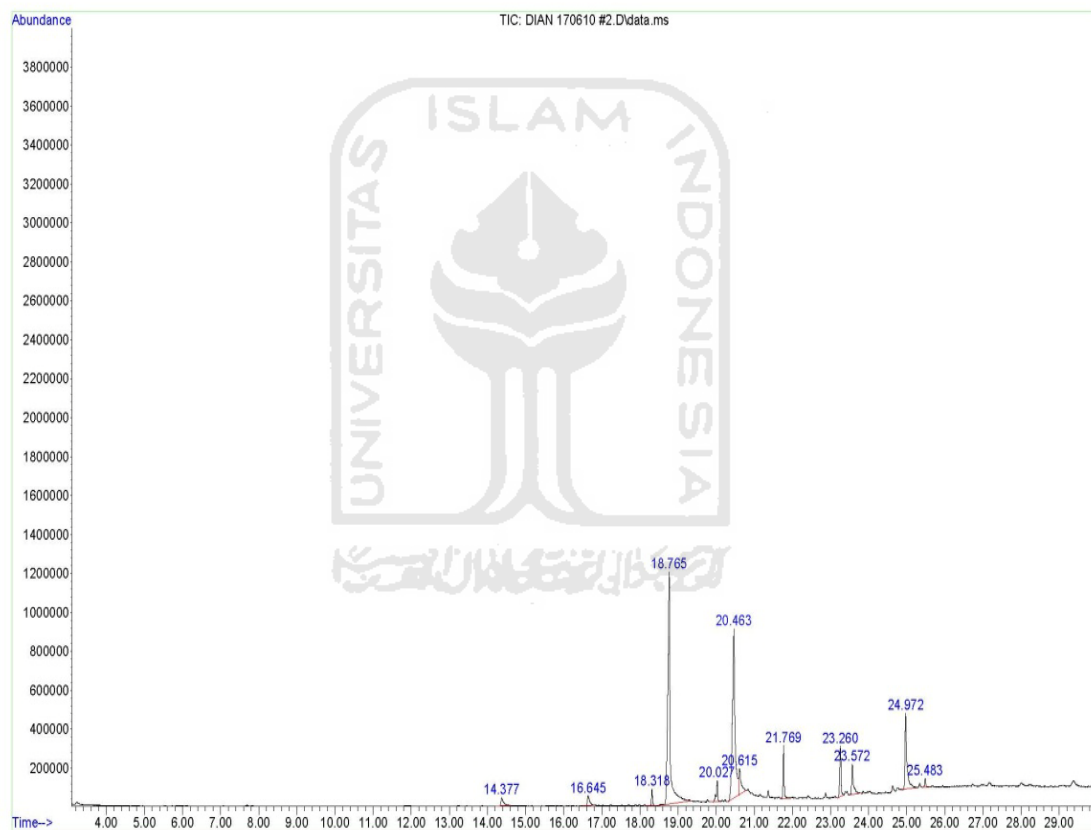




## Lampiran 8.

Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan berat katalis 0,8 gram selama 60 menit

File :D:\Data\_MSD\2010\DIAN 170610 #2.D  
Operator : WIJAYANTO  
Acquired : 17 Jun 2010 13:50 using AcqMethod UJI BIODIESEL 1.M  
Instrument : Instrument #1  
Sample Name: BIODIESEL  
Misc Info : 0,8 gram kitosan (1 jam)  
Vial Number: 1



## Area Percent Report

Data Path : D:\Data\_MSD\2010\  
 Data File : DIAN 170610 #2.D  
 Acq On : 17 Jun 2010 13:50  
 Operator : WIJAYANTO  
 Sample : BIODIESEL  
 Misc : 0,8 gram kitosan (1 jam)  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e  
 Integrator: ChemStation

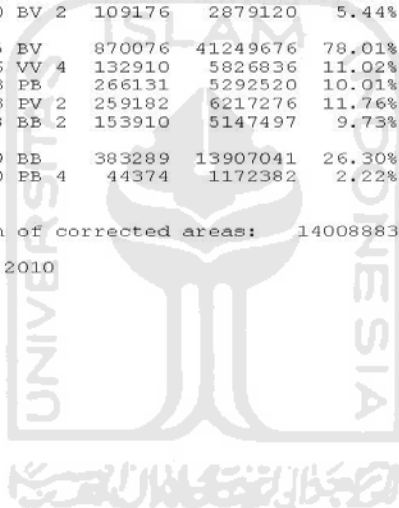
Method : C:\msdchem\1\METHODS\test.M  
 Title :

Signal : TIC: DIAN 170610 #2.D\data.ms

peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	14.377	1720	1745	1779	BB 2	40725	1922146	3.63%	1.372%
2	16.645	2072	2096	2122	BB 3	49095	2018979	3.82%	1.441%
3	18.318	2329	2355	2371	BB	82480	1574573	2.98%	1.124%
4	18.765	2380	2424	2513	BB	1161276	52880790	100.00%	37.748%
5	20.027	2591	2619	2630	BV 2	109176	2879120	5.44%	2.055%
6	20.463	2662	2686	2705	BV	870076	41249676	78.01%	29.445%
7	20.615	2705	2710	2736	VV 4	132910	5826836	11.02%	4.159%
8	21.769	2880	2888	2913	PE	266131	5292520	10.01%	3.778%
9	23.260	3106	3119	3133	PV 2	259182	6217276	11.76%	4.438%
10	23.572	3158	3167	3198	BB 2	153910	5147497	9.73%	3.674%
11	24.972	3363	3383	3429	BB	383289	13907041	26.30%	9.927%
12	25.483	3453	3462	3480	BB 4	44374	1172382	2.22%	0.837%

Sum of corrected areas: 140088836

test.M Fri Jun 25 15:50:58 2010

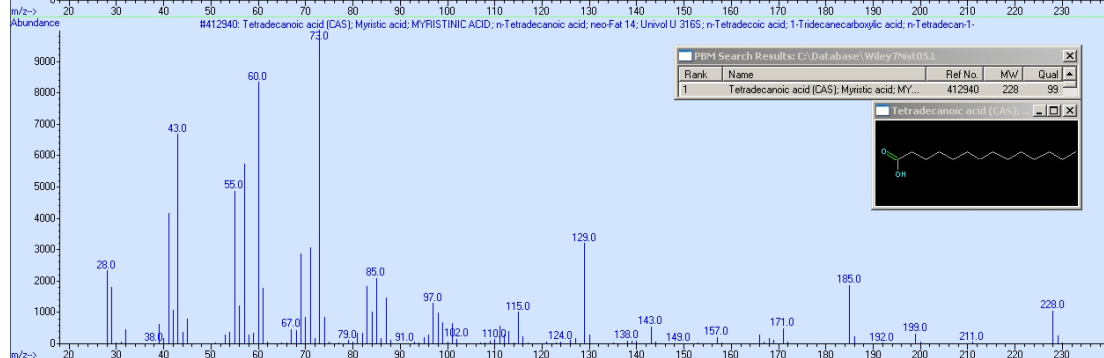
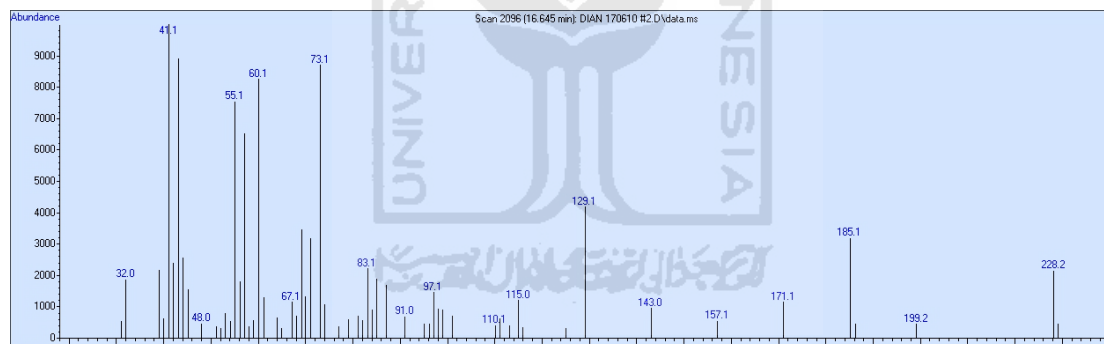
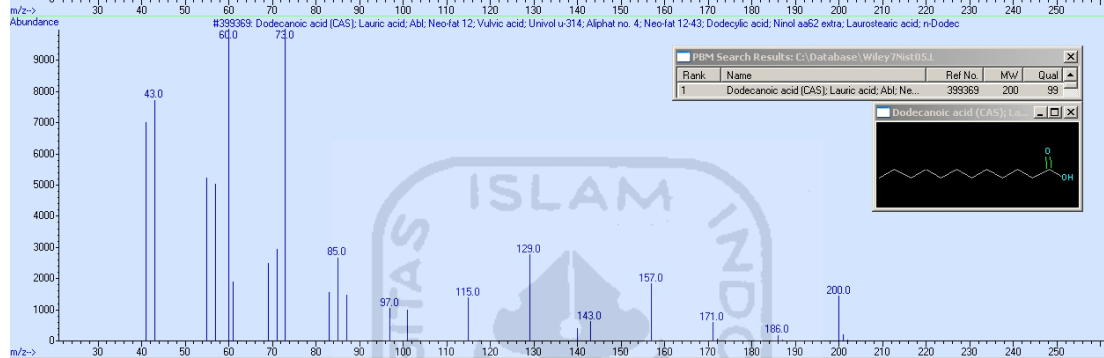
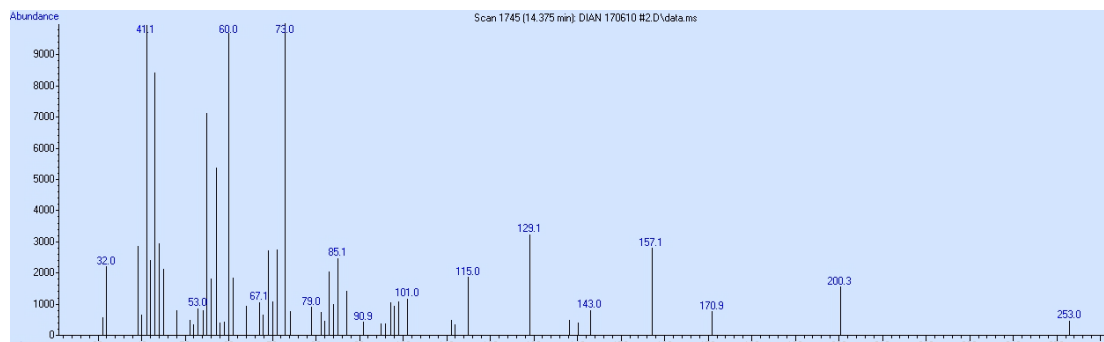


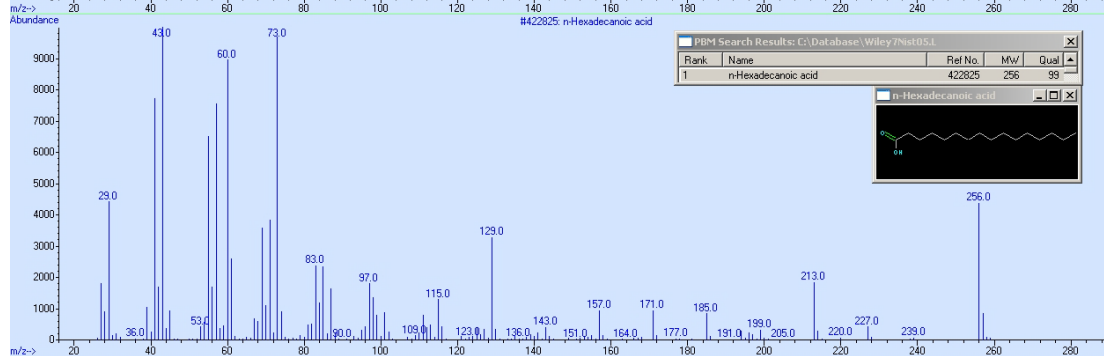
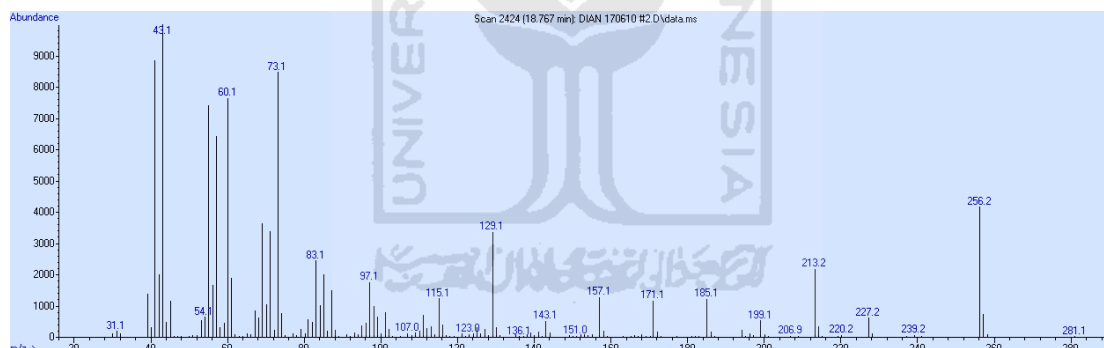
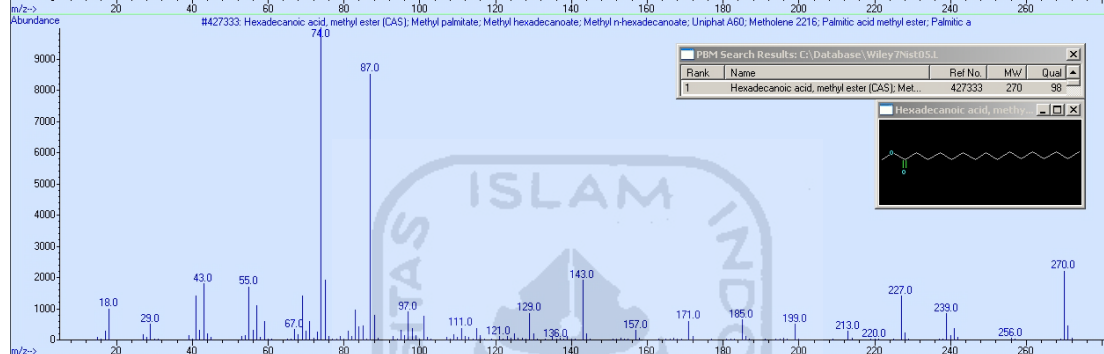
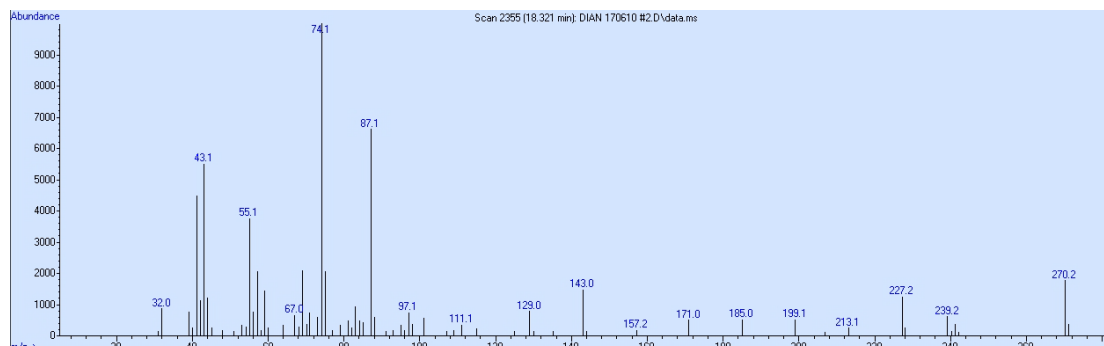


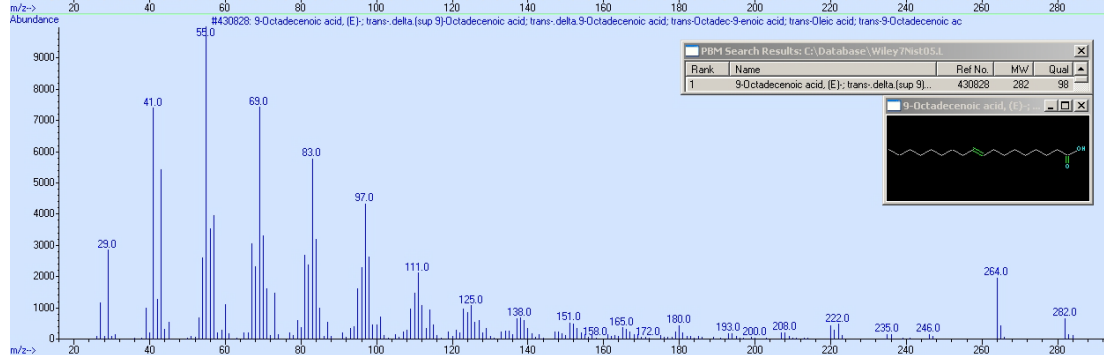
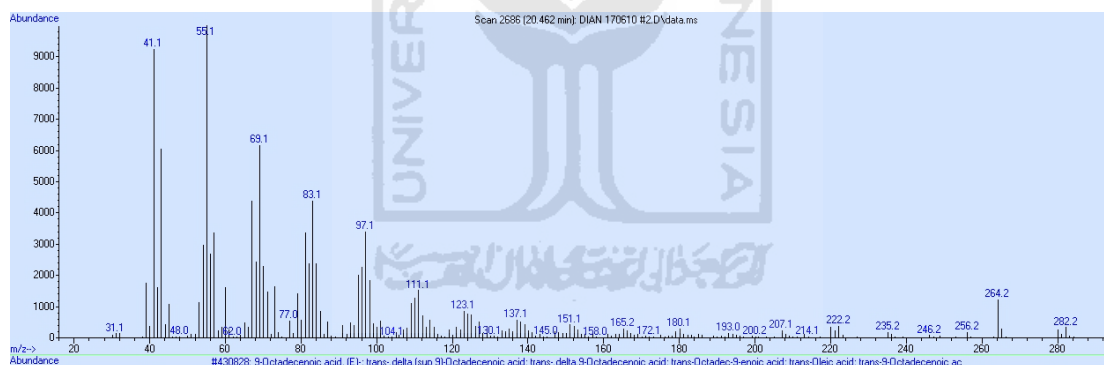
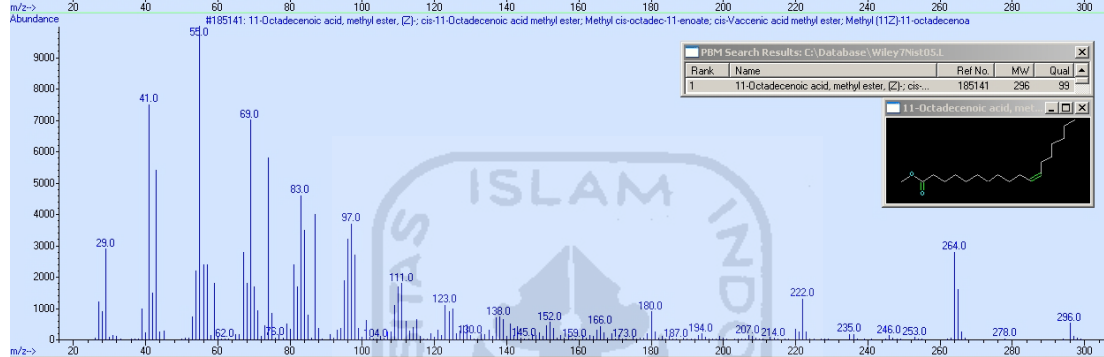
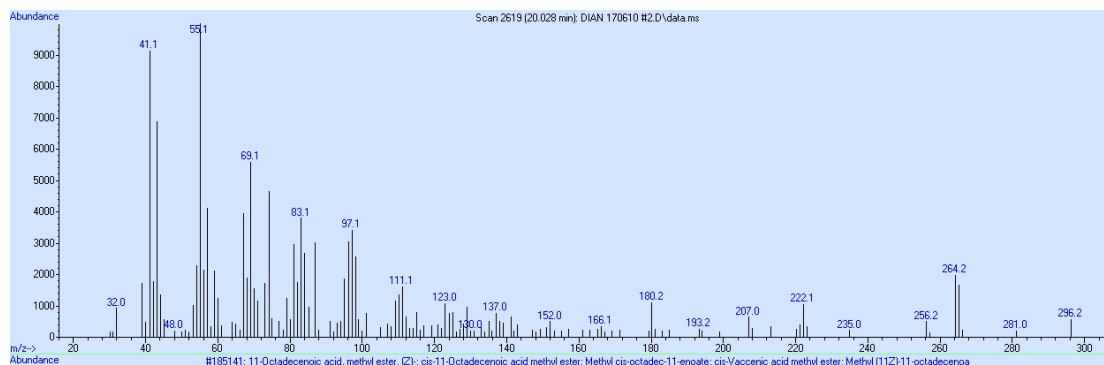
Laboratorium Terpadu UIN Yogya		Library Search Report		Tetradecanoic acid		412932 000544-63-8 99	
Data Path : D:\Data MSD\2010\ Data File : DFRN 170610 #2.D Acq On : 17 Jun 2010 13:50 Operator : MUJAYANTO Sample : BIODIESEL Misc : 0,8 gram kitosan (1 jam) ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1							
Search Libraries: C:\Database\Wiley7Nist05.L Minimum Quality: 0 C:\Database\demo.1 Minimum Quality: 0							
Unknown Spectrum: Apex Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e							
PK#	RT Area#	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual		
1	14.375	1.37 C:\Database\Wiley7Nist05.L Dodecanoic acid (CAS); Lauric acid 399369 000143-07-7 99 ; Nhl; Neo-fat 12; Vulvic acid; Un ivol u-314; Aliphatic no. 4; Neo-fat 12-43; Dodecyllic acid; Minol aa62 extra; Laurostearic acid; n-Dodec anoic acid; 1-Undecanecarboxylic a cid; Univol U 314; Lunac L 70; LAU RIC ACID (N-DODEC					
		Dodecanoic acid (CAS); Lauric acid 399369 000143-07-7 99 ; Nhl; Neo-fat 12; Vulvic acid; Un ivol u-314; Aliphatic no. 4; Neo-fat 12-43; Dodecyllic acid; Minol aa62 extra; Laurostearic acid; n-Dodec anoic acid; 1-Undecanecarboxylic a cid; Univol U 314; Lunac L 70; LAU RIC ACID (N-DODEC					
		Dodecanoic acid (CAS); Lauric acid 399366 000143-07-7 98 ; Nhl; Neo-fat 12; Vulvic acid; Un ivol u-314; Aliphatic no. 4; Neo-fat 12-43; Dodecyllic acid; Minol aa62 extra; Laurostearic acid; n-Dodec anoic acid; 1-Undecanecarboxylic a cid; Univol U 314; Lunac L 70; LAU RIC ACID (N-DODEC					
2	16.645	1.44 C:\Database\Wiley7Nist05.L Tetradecanoic acid (CAS); Myristic acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradec anoic acid; neo-Fat 14; Univol U 3 168; n-Tetradecanoic acid; 1-Trideca neocarboxylic acid; n-Tetradecan-1- oic acid; methyl tridecanoate; Coc onut oil fatty acids; Crodacid; Em ery 655; Hydrofol	412940	000544-63-8 99			
		Tetradecanoic acid (CAS); Myristic acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradec anoic acid; neo-Fat 14; Univol U 3 168; n-Tetradecanoic acid; 1-Trideca neocarboxylic acid; n-Tetradecan-1- oic acid; methyl tridecanoate; Coc onut oil fatty acids; Crodacid; Em ery 655; Hydrofol	412944	000544-63-8 99			
3	18.381	1.12 C:\Database\Wiley7Nist05.L Hexadecanoic acid, methyl ester (C 427333 000112-39-0 99 AS); Methyl palmitate; Methyl hexa decanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphlat A50; Metholene 2216; Palm itic acid methyl ester; Palmitic a cid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-M ETHYL ESTER; METH					
		Hexadecanoic acid, methyl ester (C 427335 000112-39-0 98 AS); Methyl palmitate; Methyl hexa decanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphlat A50; Metholene 2216; Palm itic acid methyl ester; Palmitic a cid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-M ETHYL ESTER; METH					
		Hexadecanoic acid, methyl ester (C 427331 000112-39-0 99 AS); Methyl palmitate; Methyl hexa decanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphlat A50; Metholene 2216; Palm itic acid methyl ester; Palmitic a cid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-M ETHYL ESTER; METH					
4	18.767	37.75 C:\Database\Wiley7Nist05.L n-Hexadecanoic acid Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitic acid; n-Hexadecoi c acid; n-Hexadecanoic acid; Penta decanecarboxylic acid; 1-Pentadeca neocarboxylic acid; Prifrac 2960; C occonut oil fatty acids; Cetyllic ac id; Emersol 140; Emersol 143; Hexa decyllic acid; Hyd		422825 000057-10-3 99 422834 000057-10-3 99			
		Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitic acid; n-Hexadecoi c acid; n-Hexadecanoic acid; Penta decanecarboxylic acid; 1-Pentadeca neocarboxylic acid; Prifrac 2960; C occonut oil fatty acids; Cetyllic ac id; Emersol 140; Emersol 143; Hexa decyllic acid; Hyd		422835 000057-10-3 99			
5	20.028	2.06 C:\Database\Wiley7Nist05.L 11-Octadecenoic acid, methyl ester 185141 001937-63-9 99 , (Z)-; cis-11-Octadecenoic acid n ethyl ester; Methyl cis-octadec-11 -enoate; cis-Vaccenic acid methyl ester; Methyl (11Z)-11-octadeceno ate #					
		9-Octadecenoic acid, methyl ester; 434636 002462-84-2 99 Methyl 9-octadecenoate; Methyl (9 E)-9-octadecenoate #					
		8-Octadecenoic acid, methyl ester; 185136 002345-29-1 99 Methyl (8E)-8-octadecenoate #					
6	20.462	29.65 C:\Database\Wiley7Nist05.L					

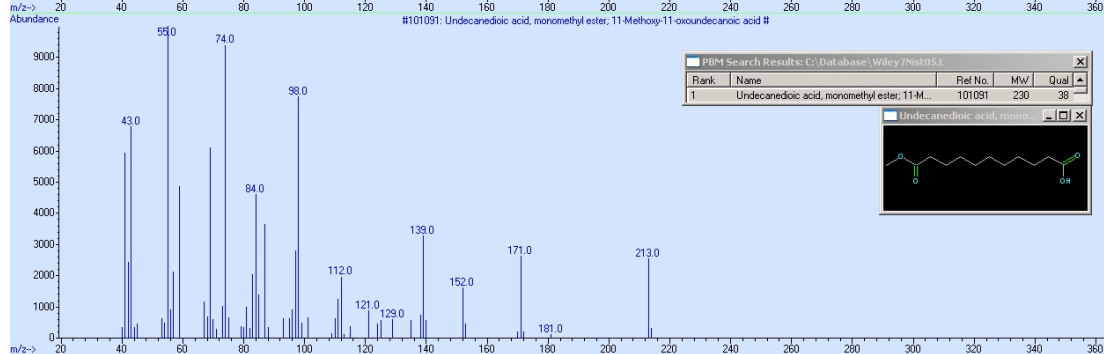
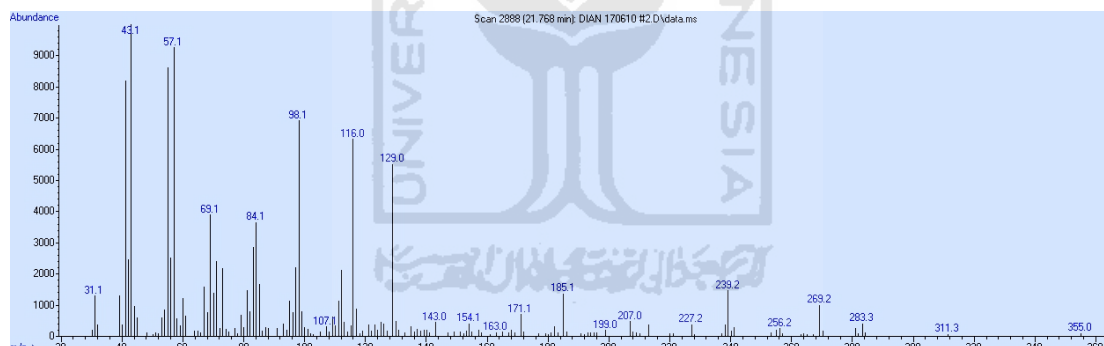
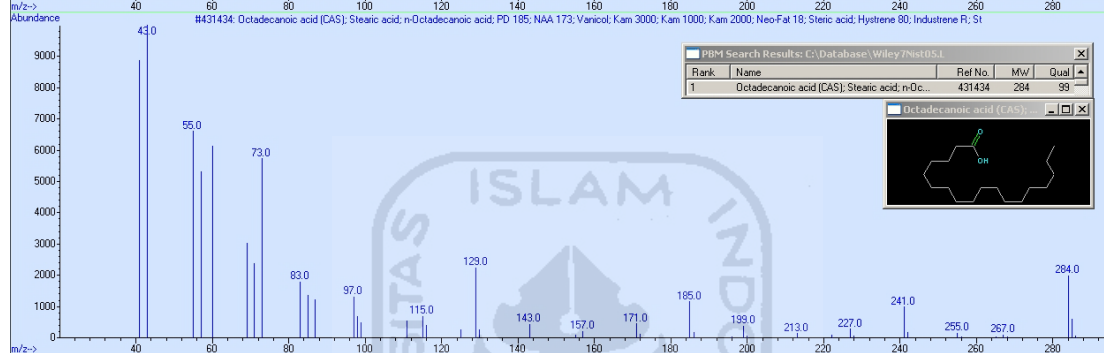
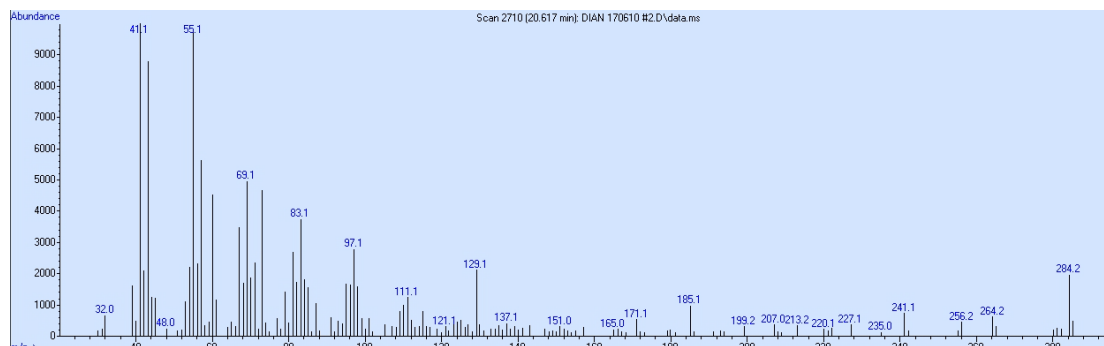
<p>9-Octadecenoic acid, (E)-; trans- delta. (Sup 9)-Octadecenoic acid; t rans-.delta.9-Octadecenoic acid; t rans-Octadec-9-enoic acid; trans- oleic acid; trans-9-Octadecenoic ac id; Elaidic acid; OCTADEC-9-ENOIC ACID; ELAIDINSAUURE; (9Z)-9-Octade cenoic acid #; (5 HEPTADECEN-8)-CARBOIC ACID-(1) 168061 000000-00-0 96 9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Ol eic acid; Fed oil; Oelsaure; Olei ne 7503; Emulyn 100; Emersol 211; Vopoolene 27; cis-Oleic acid; Wec olins 00; 2-9-Octadecenoic acid; c is-9-Octadecenoic acid; .delta.9-o is-oleic acid; 9-Octadecenoic acid , (Z)-; cis-.delt</p> <p>7 20.617 4.16 C:\Database\Wiley\Nist05.L Octadecanoic acid (CAS); Stearic a 431434 000057-11-4 99 cid; n-Octadecanoic acid; PD 185; NAA 173; Venicol; Kam 3000; Kam 10 00; Kam 2000; Neo-Fat 18; Stearic a cid; Hystrene 90; Industrene R; St earex Beads; Hystrene S-97; Neo-Fa t 18-53; Neo-Fat 18-54; Neo-Fat 18 -59; Neo-Fat 18-5 Octadecanoic acid 431418 000057-11-4 96 Octadecanoic acid (CAS); Stearic a 431415 000057-11-4 95 cid; n-Octadecanoic acid; PD 185; NAA 173; Venicol; Kam 3000; Kam 10 00; Kam 2000; Neo-Fat 18; Stearic cid; Hystrene 90; Industrene R; St earex Beads; Hystrene S-97; Neo-Fa t 18-53; Neo-Fat 18-54; Neo-Fat 18 -59; Neo-Fat 18-5</p> <p>8 21.769 3.78 C:\Database\Wiley\Nist05.L Undecanedioic acid, monomethyl est 101091 003927-60-4 38 er; 11-Methoxy-11-oxoundecanoic ac id # Tridecanedioic acid; Itarallic acid 410720 000905-52-2 36 ci; Itarallic acid; 1,11-Undecanedio carboxylic acid; 1,13-Tridecanedio ic acid Cyclooctanone (CAS); CYCLOOCTANON 353448 000502-45-8 38</p> <p>9 23.263 6.46 C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Octadecenoic acid (Z)-, 2-hydrox 446541 003443-84-3 96 y-1-(hydroxymethyl)ethyl ester; Ol ein, 2-mono-.beta.-Monoolein; Gl ycerol 2-monooleate; 2-Monoolein; 2-Monooleoylglycerol; 2-Oleoyl gly cerol ether; 2-Oleoylglycerol; 2-H ydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl (9Z) -9-octadecenoate 9-Octadecenal, (Z)-; Olealdehyde; 148195 002423-10-1 99 cis-9-Octadecenal; Oleylaldehyde; 2-9-Octadecenal; (9Z)-9-Octadecena l # 9,12-Octadecadien-1-ol, (Z,Z)- 426020 000506-43-4 60</p>	<p>10 23.873 3.67 C:\Database\Wiley\Nist05.L Hexadecanoic acid, 2-hydroxy-1-(hy 442261 023470-00-0 68 droxymethyl)ethyl ester; Palmitin, 2-mono-; Palmitic acid .beta.-mon ooleate; 2-Hexadecanoyl glycerol 1; 2-Monopalmitin; 2-Monopalmitoy -sn-glycerol; 1,2,3-Propanetriol 2 -hexadecanoyl ester; Glycerol .be ta.-palmitate; 2- Hexadecenoic acid, 2,3-dihydroxypr 442258 000542-44-8 49 opyl ester; Palmitin, 1-mono-.al pha.-Monopalmitin; Glycerol 1-mono palmitate; Glycerol 1-palmitate; G lycerol 3-palmitate; Glyceryl palmi tate; Palmitic acid .alpha.-monog lyceride; 1-Monopalmitin; 1,2,3-Pr opantetriol 1-hexa Octadecanoic acid, 2-hydroxy-1-(hy 446814 000621-01-4 43 droxymethyl)ethyl ester; Stearin, 2-mono-.beta.-Glycerol monostear ate; .beta.-Monostearin; Glycerol- .beta.-monostearate; Stearic acid .beta.-monoglyceride; 2-Monosteari n; 2-Monostearoylglycerol; 1,2,3-P ropantetriol 2-oct</p> <p>11 24.970 9.95 C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Octadecenoic acid (Z)-, 2-hydrox 446541 003443-84-3 95 y-1-(hydroxymethyl)ethyl ester; Ol ein, 2-mono-.beta.-Monoolein; Gl ycerol 2-monooleate; 2-Monoolein; 2-Monooleoylglycerol; 2-Oleoyl gly cerol ether; 2-Oleoylglycerol; 2-H ydroxy-1-(hydroxymethyl)ethyl (9Z) -9-octadecenoate 9-Octadecenoic acid (Z)-, 2,3-dihy 446539 000111-03-5 93 droxypropyl ester; Olein, 1-mono-. .alpha.-Monoolein; Aldo HMO; Aldo MO; Glycerin 1-monooleate; Glycer ol .alpha.-cis-9-octadecenoate; Gly cerol .alpha.-monooleate; Glycerol 1-monooleate; Glycerol Monooleate ; Monoolein; 1-Gl 9-Octadecenal, (Z)-; Olealdehyde; 148195 002423-10-1 92 cis-9-Octadecenal; Oleylaldehyde; 2-9-Octadecenal; (9Z)-9-Octadecena l #</p> <p>12 25.481 0.84 C:\Database\Wiley\Nist05.L 2,4-Dimethoxy-3-isopropylbenzoic c 116468 000000-00-0 62 hloride 1,1,1,3,5,5-Heptamethyltrisiloxa 409561 001873-88-7 27 ne; Bis(trimethylsiloxy)methylsila ne; Trisiloxane, 1,1,1,3,5,5,5-hex tamethyl-; Trisiloxane, 1,1,1,3,3, 5,5-heptamethyl- 2-Methyl-7-phenylindole; 2-Methyl- 72606 001140-08-5 25 7-phenyl-1H-indole #</p>
---	--

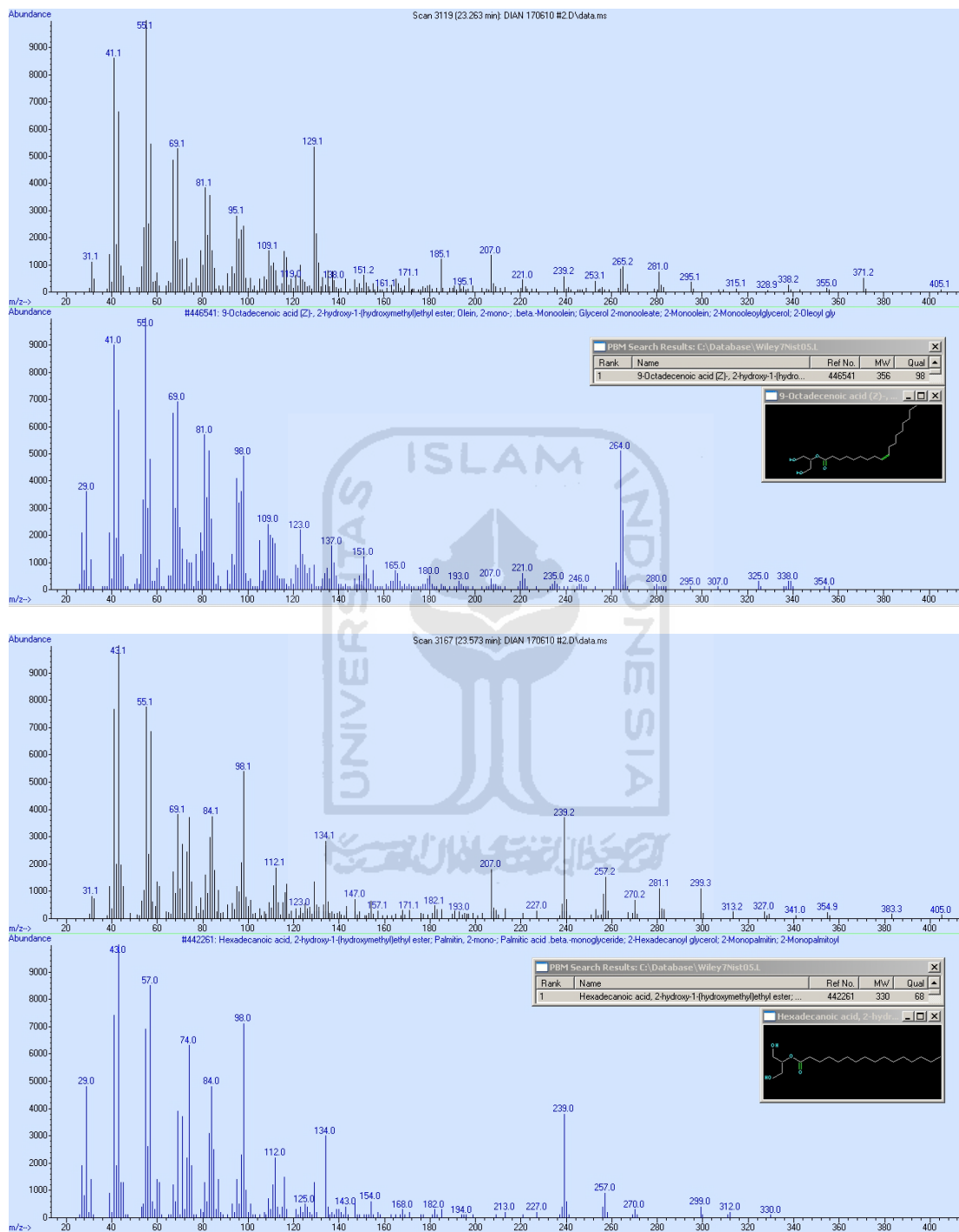


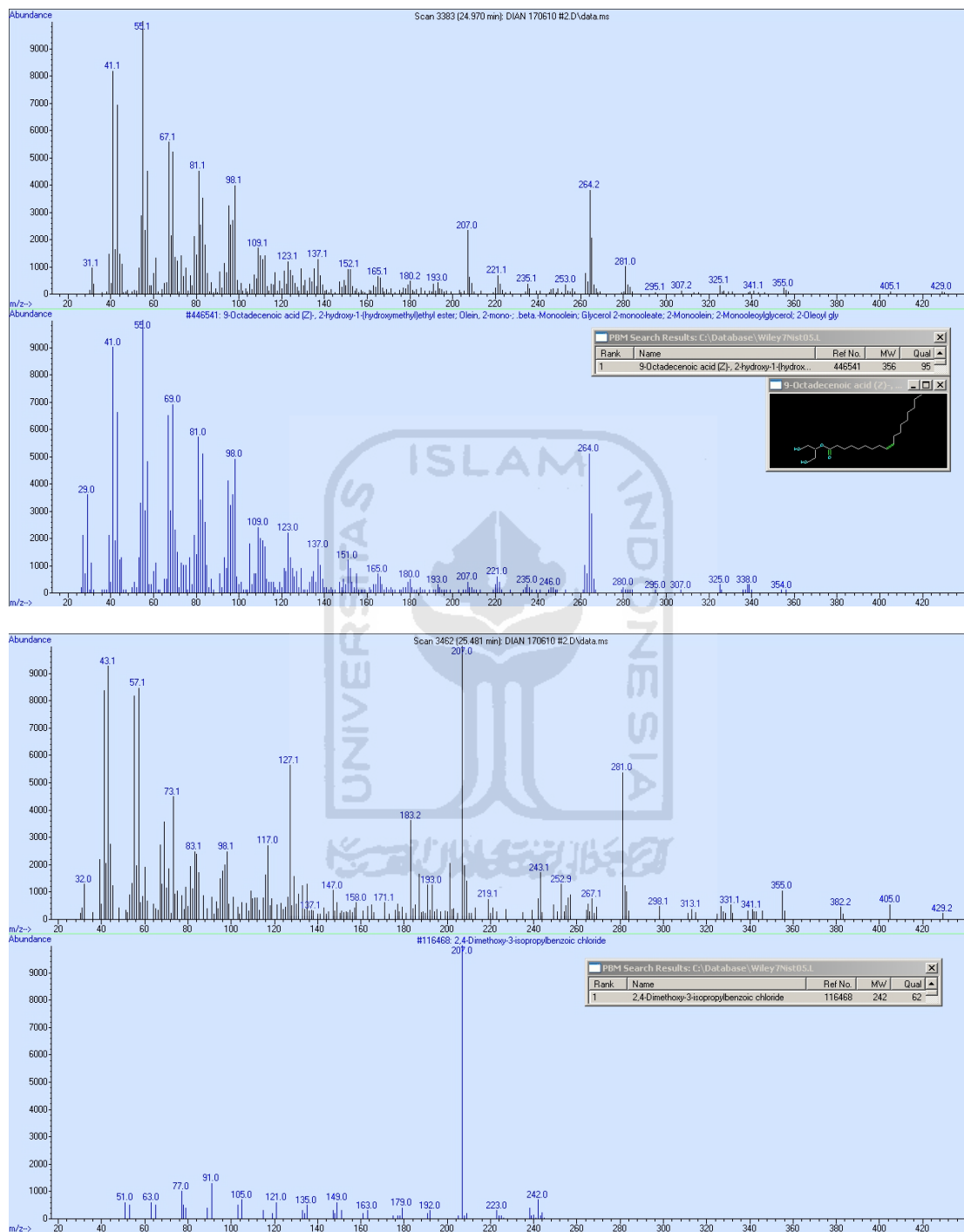












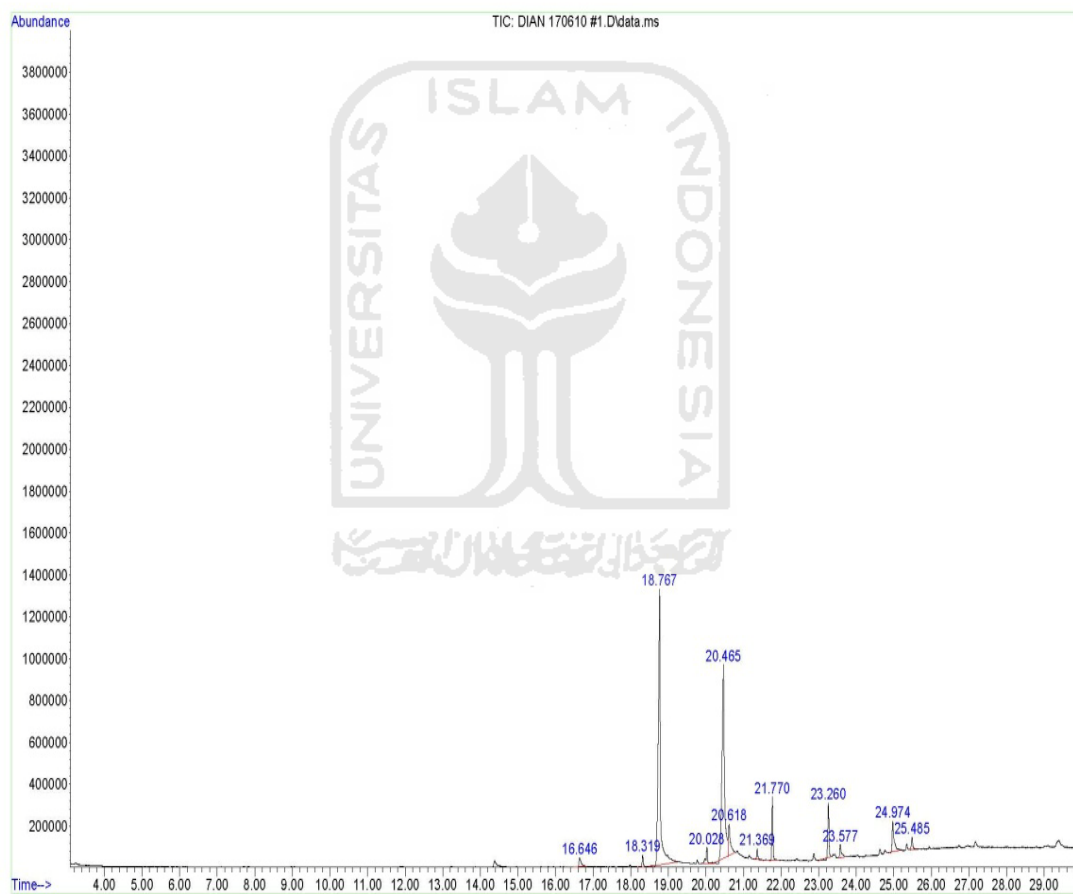
Lampiran 9.



## Lampiran 9.

Hasil GC-MS Transesterifikasi Minyak Jelantah dengan berat katalis 0,8 gram selama 30 menit

File :D:\Data\_MSD\2010\DIAN 170610 #1.D  
Operator : WIJAYANTO  
Acquired : 17 Jun 2010 13:07 using AcqMethod UJI BIODIESEL 1.M  
Instrument : Instrument #1  
Sample Name: BIODIESEL  
Misc Info : 0,8 gram kitosan (0,5 jam)  
Vial Number: 1



## Area Percent Report

Data Path : D:\Data\_MSD\2010\  
 Data File : DIAN 170610 #1.D  
 Acq On : 17 Jun 2010 13:07  
 Operator : WIJAYANTO  
 Sample : BIODIESEL  
 Misc : 0,8 gram kitosan (0,5 jam)  
 ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1

Integration Parameters: autoint1.e  
 Integrator: ChemStation

Method : C:\msdchem\1\METHODS\test.M  
 Title :

Signal : TIC: DIAN 170610 #1.D\data.ms

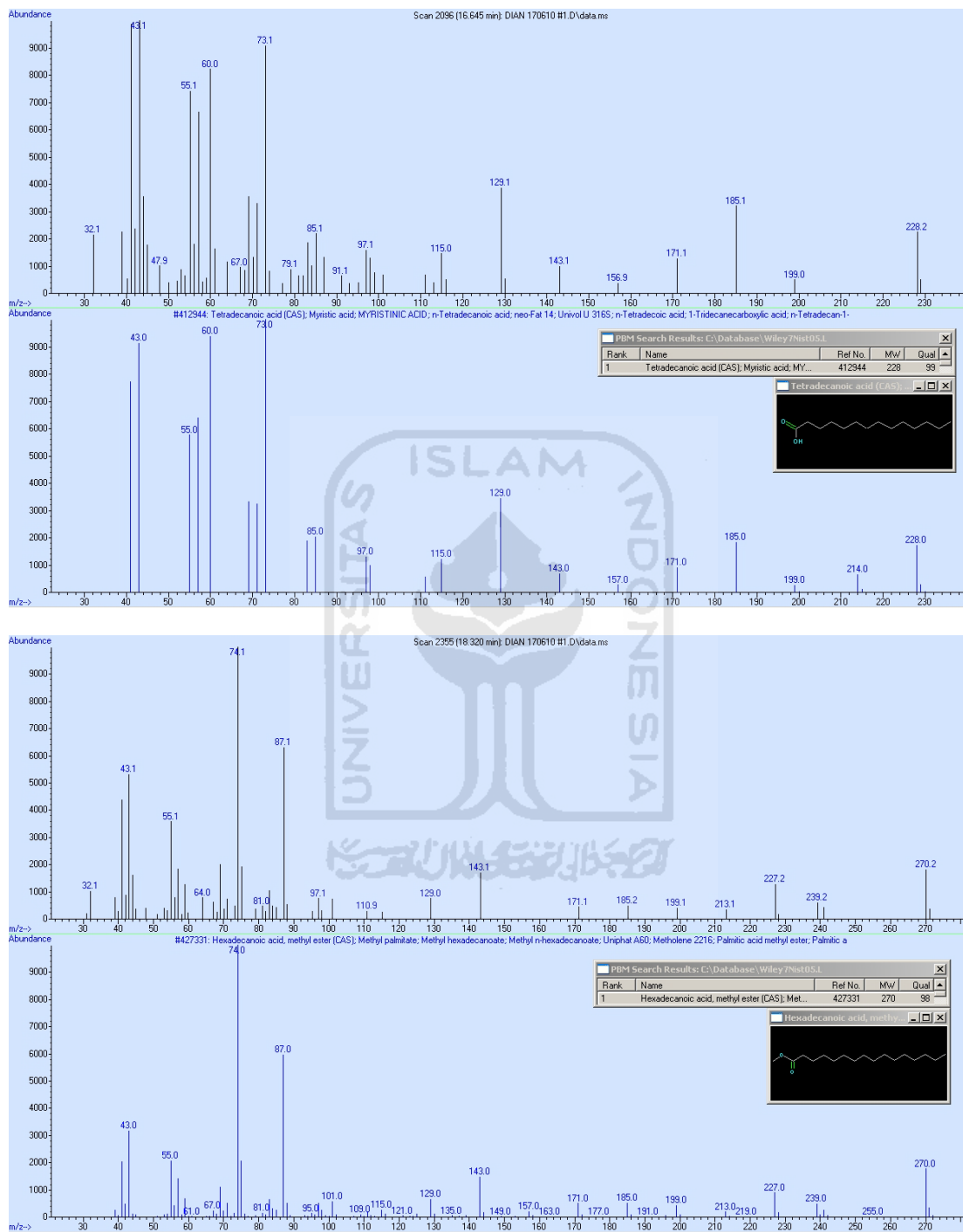
peak #	R.T. min	first scan	max scan	last scan	PK TY	peak height	corr. area	corr. % max.	% of total
1	16.646	2071	2096	2126	BB 3	40812	1707970	3.23%	1.346%
2	18.319	2335	2355	2370	BB	55294	1111558	2.10%	0.876%
3	18.767	2380	2424	2498	BB	1319402	52941678	100.00%	41.728%
4	20.028	2603	2619	2647	BB 5	75280	2283294	4.31%	1.800%
5	20.465	2647	2687	2705	BV	902158	41701593	78.77%	32.869%
6	20.618	2705	2710	2737	VV 3	147743	6093977	11.51%	4.803%
7	21.369	2811	2826	2851	BB 2	51653	1269968	2.40%	1.001%
8	21.770	2861	2888	2915	BB	295430	5704717	10.78%	4.496%
9	23.260	3076	3119	3129	BV 2	260060	5207454	9.84%	4.104%
10	23.577	3159	3168	3188	BB 3	59135	1998327	3.77%	1.575%
11	24.974	3363	3384	3416	BB 2	141294	5274504	9.96%	4.157%
12	25.485	3453	3463	3486	BB 3	58555	1576810	2.98%	1.243%

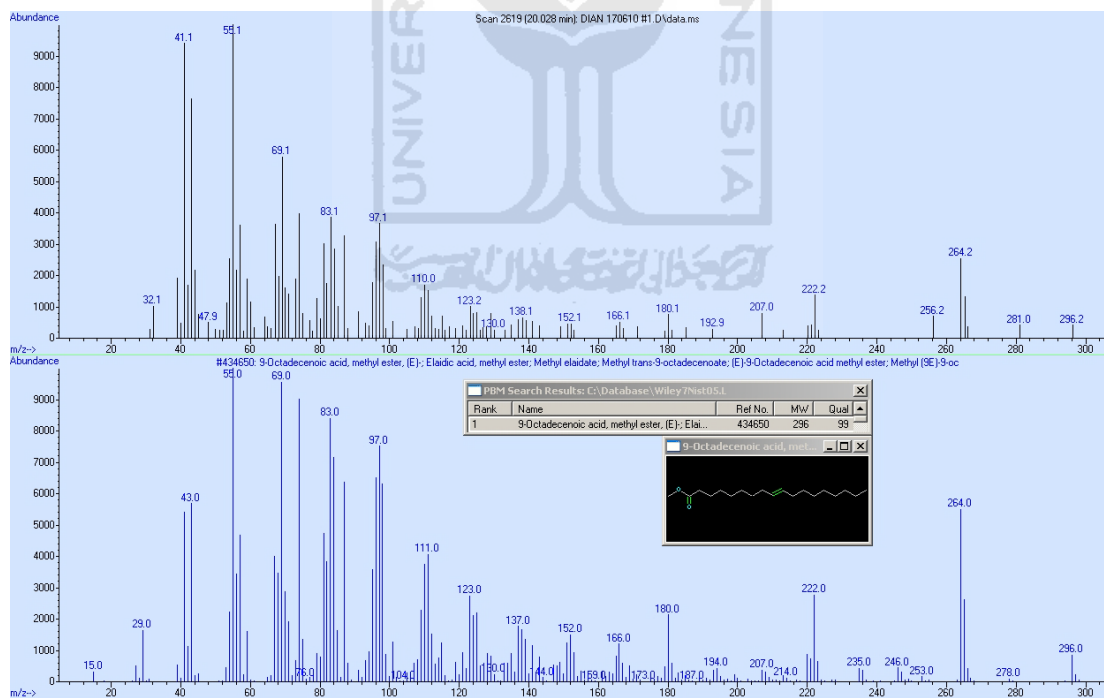
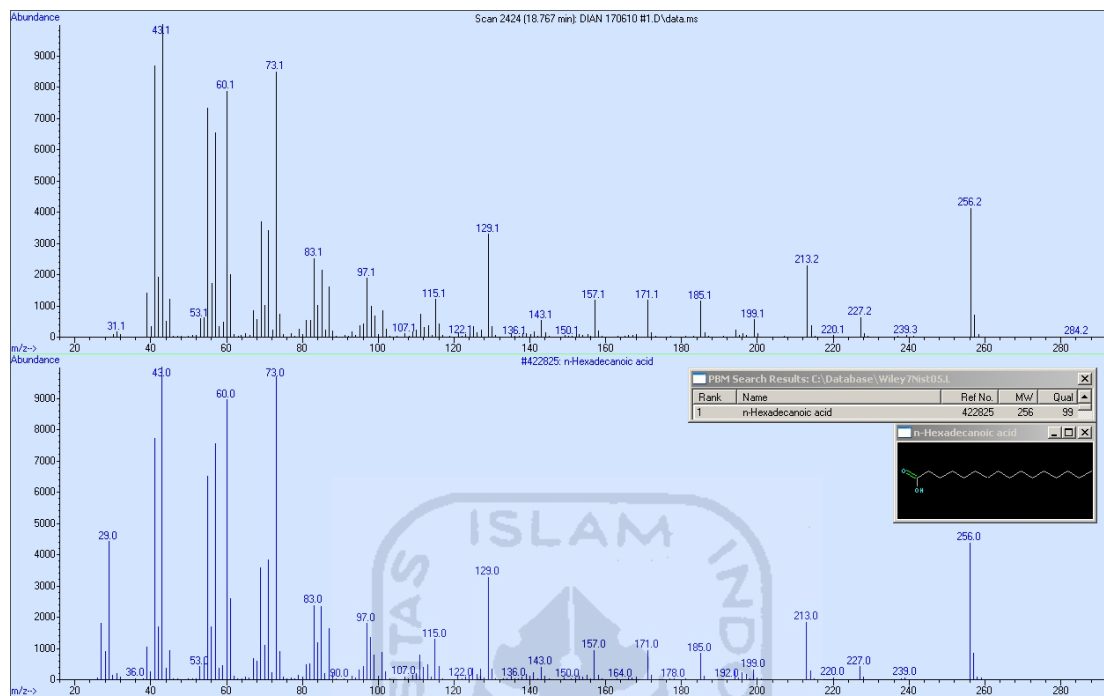
Sum of corrected areas: 126871852

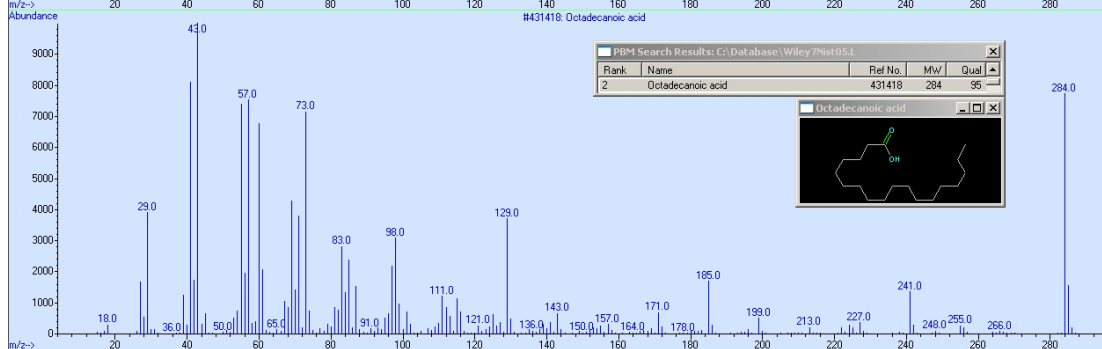
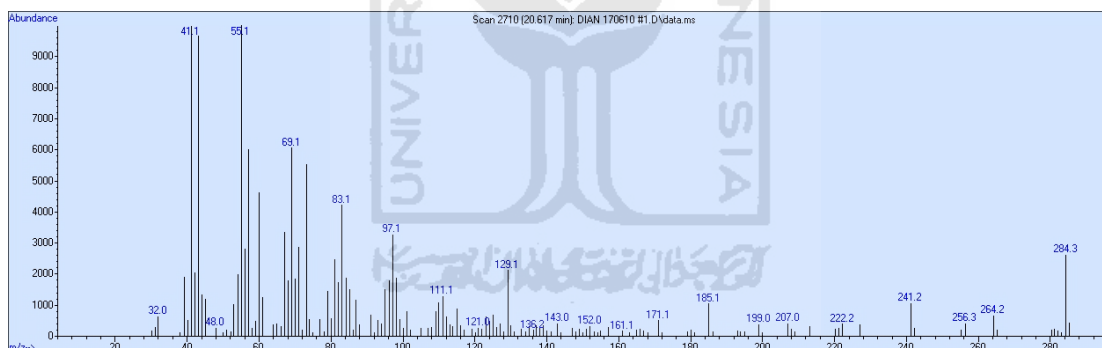
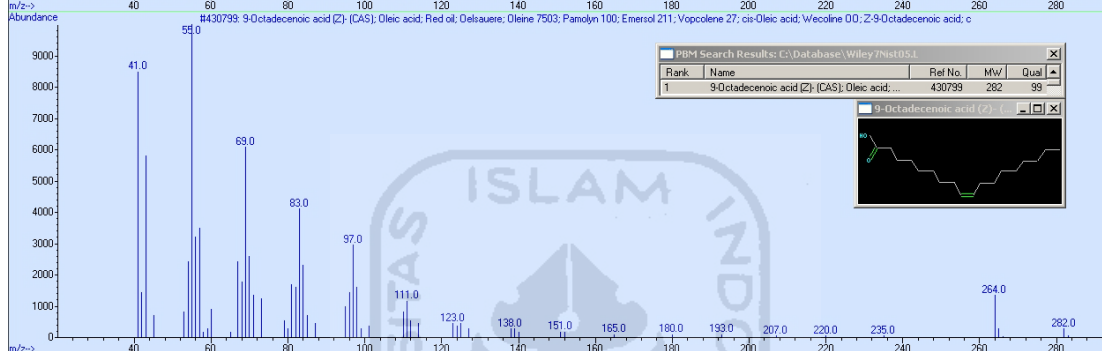
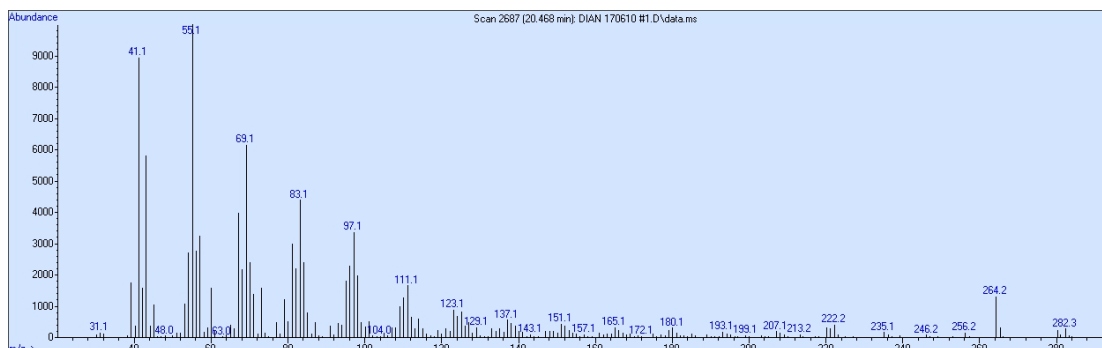
test.M Fri Jun 25 14:51:28 2010

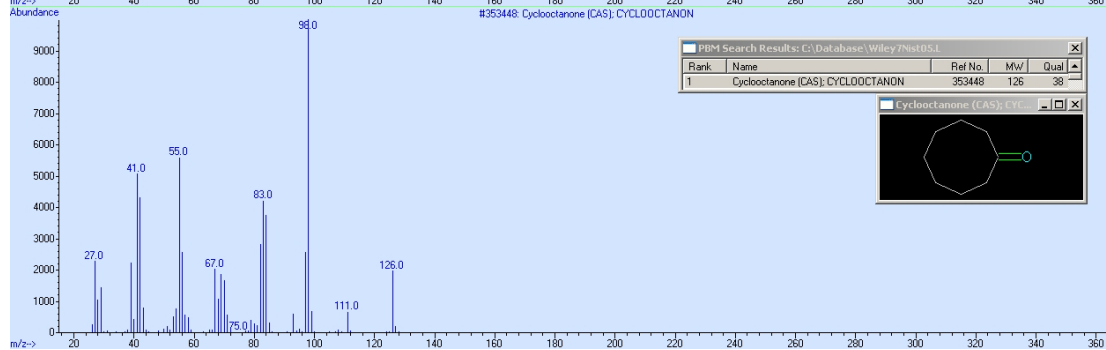
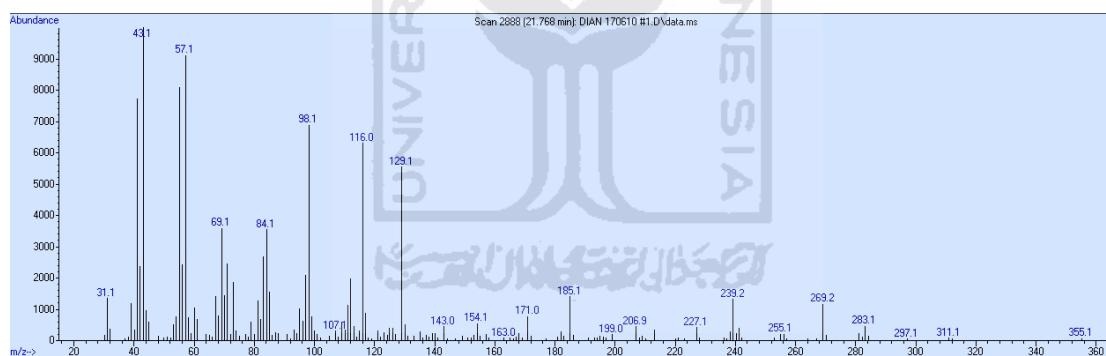
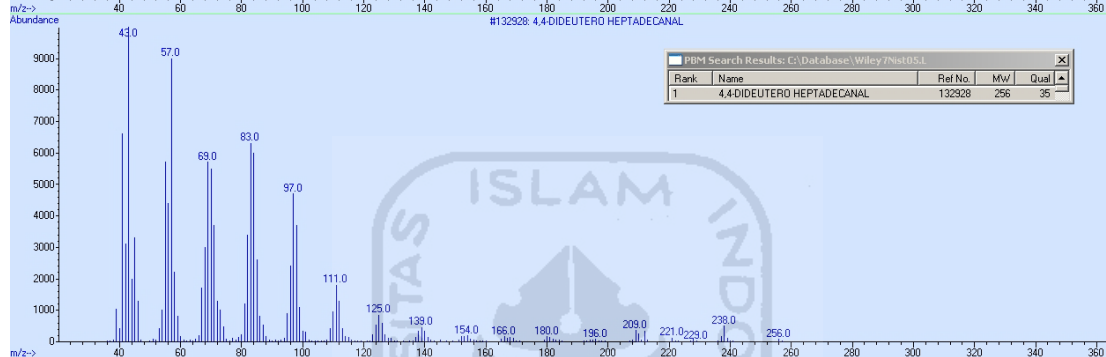
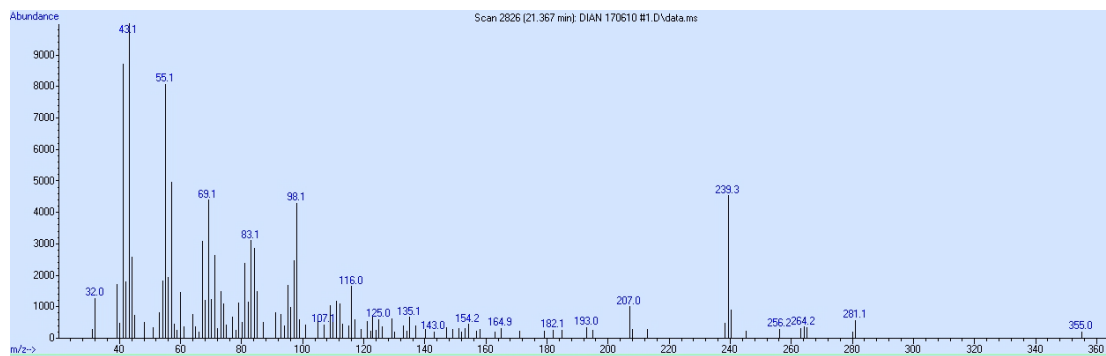
Laboratorium Terpadu UIN Yogya		Library Search Report		ETHYL ESTER; METH		
Data Path : D:\Data MSD\2010		Data File : DIAN 170610 #1.D		Acq On : 17 Jun 2010 13:07		
Operator : MUJAWANTO		Sample : EIODIESEL		Misc : 0,8 gram kitoosan (0,5 jam)		
ALS Vial : 1		Sample Multiplier: 1				
Search Libraries: C:\Database\Wiley\Nist05.L		Minimum Quality: 0		C:\Database\demo.1		
Minimum Quality: 0						
Unknown Spectrum: Apex		Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e				
PK#	RT	Area#	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	16.645	1.35	C:\Database\Wiley\Nist05.L Tetradecanoic acid (CAS); Myristic acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradecanoic acid; neo-Fat 14; Univol U 3 16S; n-Tetradecanoic acid; 1-Tridecanecarboxylic acid; n-Tetradecanoic acid; methyl tridecanoate; Coconut oil fatty acids; Crocoid; Emery 65; Hydrofol Tetradecanoic acid (CAS); Myristic acid; MYRISTIC ACID; n-Tetradecanoic acid; neo-Fat 14; Univol U 3 16S; n-Tetradecanoic acid; 1-Tridecanecarboxylic acid; n-Tetradecanoic acid; methyl tridecanoate; Coconut oil fatty acids; Crocoid; Emery 65; Hydrofol Tetradecanoic acid	412944	000544-63-8	99
2	18.320	0.88	C:\Database\Wiley\Nist05.L Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS); Methyl palmitate; Methyl hexadecanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphat A60; Metholene 2216; Palmitic acid methyl ester; Palmitic acid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-METHYL ESTER; METH Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS); Methyl palmitate; Methyl hexadecanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphat A60; Metholene 2216; Palmitic acid methyl ester; Palmitic acid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-METHYL ESTER; METH Hexadecanoic acid, methyl ester (CAS); Methyl palmitate; Methyl hexadecanoate; Methyl n-hexadecanoate; Uniphat A60; Metholene 2216; Palmitic acid methyl ester; Palmitic acid, methyl ester; n-Hexadecanoic acid methyl ester; PALMITIC ACID-METHYL ESTER; METH	427331	000112-39-0	96
3	18.767	41.73	C:\Database\Wiley\Nist05.L n-Hexadecanoic acid Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitic acid; n-Hexadecanoic acid; n-Hexadecanoic acid; Penta decanecarboxylic acid; 1-Pentadecanecarboxylic acid; Frifrac 2960; Coconut oil fatty acids; Cetyllic acid; Emersol 140; Emersol 143; Hexadecylic acid; Hyd Hexadecanoic acid (CAS); Palmitic acid; Palmitic acid; n-Hexadecanoic acid; n-Hexadecanoic acid; Penta decanecarboxylic acid; 1-Pentadecanecarboxylic acid; Frifrac 2960; Coconut oil fatty acids; Cetyllic acid; Emersol 140; Emersol 143; Hexadecylic acid; Hyd	422825	000057-10-3	99
4	20.028	1.80	C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Octadecenoic acid, methyl ester; (E)-: Elaidic acid, methyl ester; Methyl elaidate; Methyl trans-9-octadecenoate; (E)-9-Octadecenoic acid methyl ester; Methyl (E)-9-octadecenoate # 10-Octadecenoic acid, methyl ester; Methyl (10E)-10-octadecenoate # 8-Octadecenoic acid, methyl ester; Methyl (8E)-3-octadecenoate #	434650	001937-62-8	99
5	20.469	32.87	C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Oleic acid; Red oil; Celsauer; Oleine 7503; Pamlyn 100; Emersol 211; Vopolete 27; cis-Oleic acid; Wecoline 00; 2-9-Octadecenoic acid; cis-5-Octadecenoic acid; .delta.9-cis-Oleic acid; 9-Octadecenoic acid, (Z)-; cis-delt 9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Oleic acid; Red oil; Celsauer; Oleine 7503; Pamlyn 100; Emersol 211; Vopolete 27; cis-Oleic acid; Wecoline 00; 2-9-Octadecenoic acid; cis-5-Octadecenoic acid; .delta.9-cis-Oleic acid; 9-Octadecenoic acid, (Z)-; cis-delt 9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Oleic acid; Red oil; Celsauer; Oleine 7503; Pamlyn 100; Emersol 211; Vopolete 27; cis-Oleic acid; Wecoline 00; 2-9-Octadecenoic acid; cis-5-Octadecenoic acid; .delta.9-cis-Oleic acid; 9-Octadecenoic acid, (Z)-; cis-delt	430799	000112-80-1	99
6	20.617	4.80	C:\Database\Wiley\Nist05.L 9-Octadecenoic acid (Z)- (CAS); Oleic acid; Red oil; Celsauer; Oleine 7503; Pamlyn 100; Emersol 211; Vopolete 27; cis-Oleic acid; Wecoline 00; 2-9-Octadecenoic acid; cis-5-Octadecenoic acid; .delta.9-cis-Oleic acid; 9-Octadecenoic acid, (Z)-; cis-delt	430800	000112-80-1	96



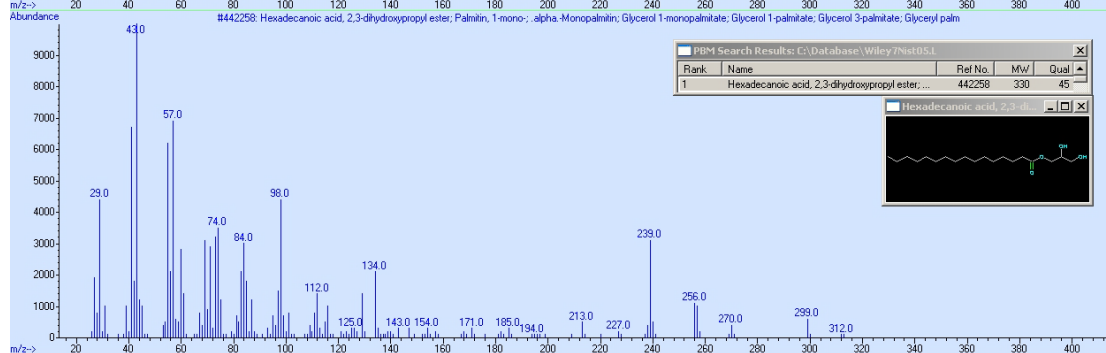
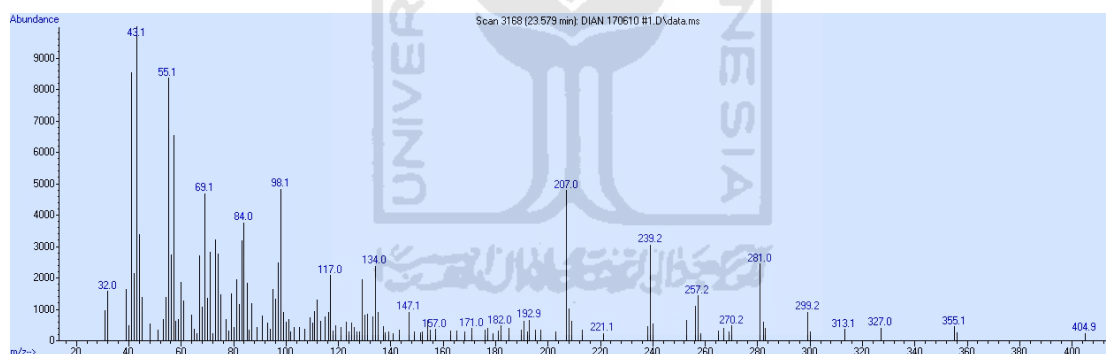
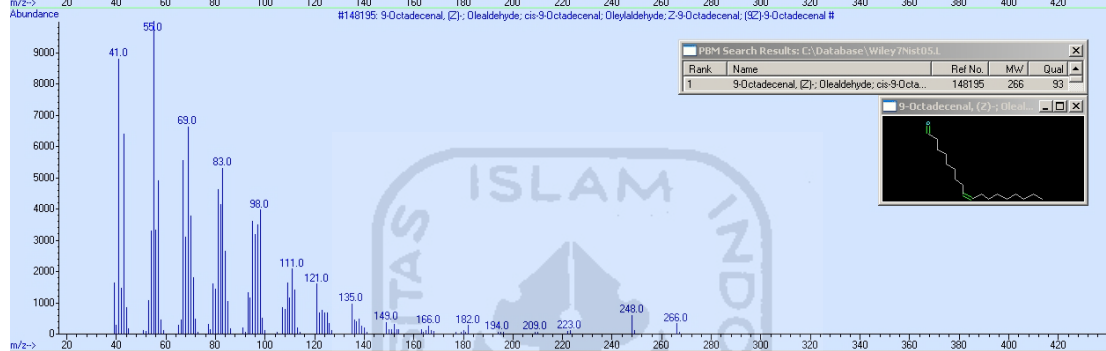
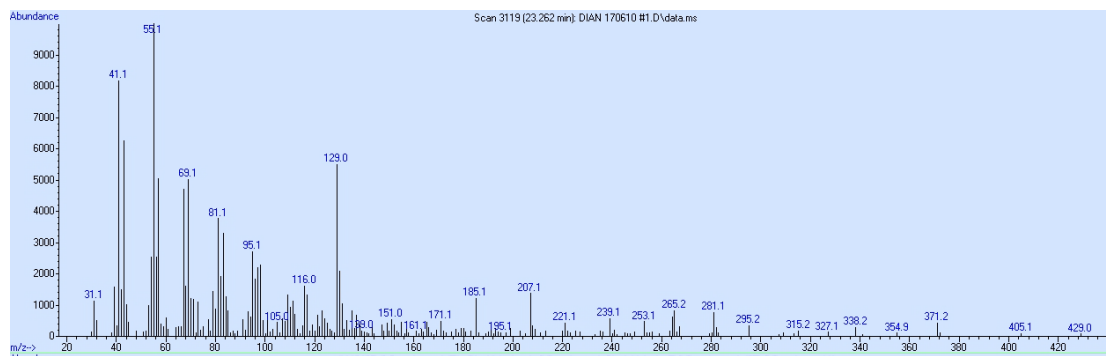


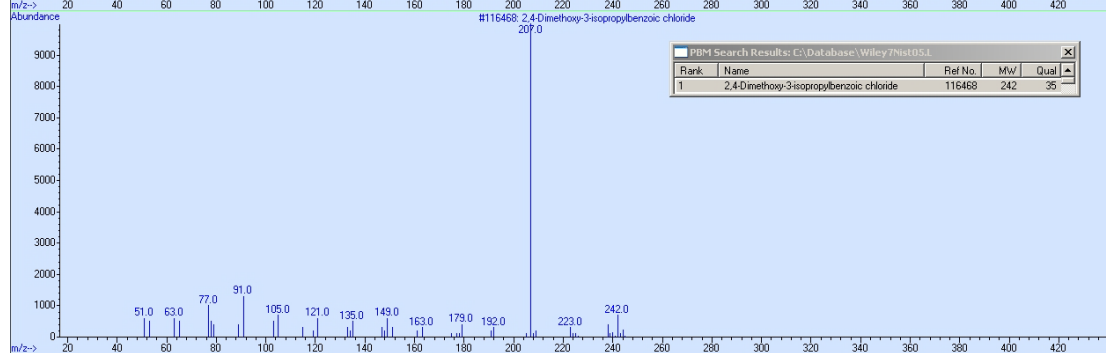
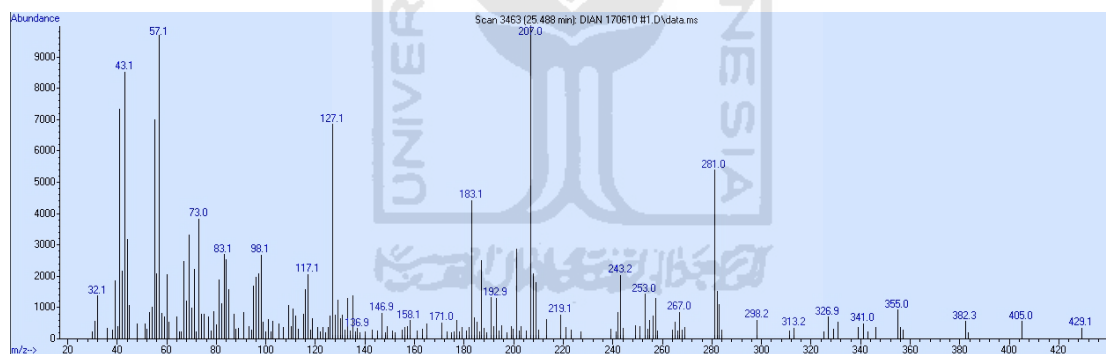
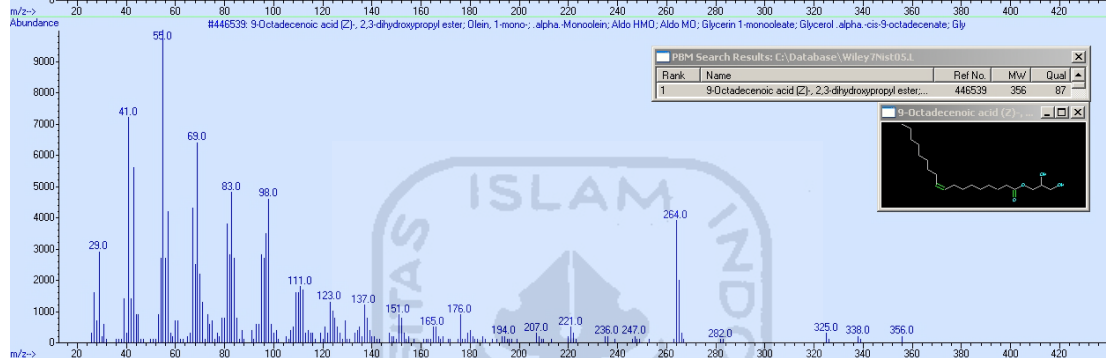
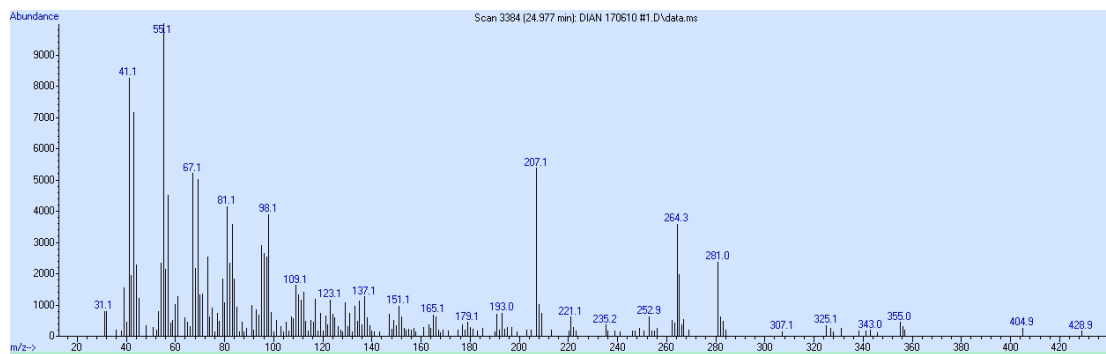












AGILENT GC 6890N 5975B MSD  
 INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS: Instrument #1  
 C:\MSDCHEM\1\METHODS\AUJI BIODIESEL 1.M  
 Control Information  
 Sample Inlet : GC  
 Injection Source : Manual  
 Injection Location: Front  
 Mass Spectrometer : Enabled

SIGNAL 1  
 Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

SIGNAL 2  
 Data rate: 20 Hz  
 Type: test plot  
 Save Data: Off  
 Zero: 0.0 (Off)  
 Range: 0  
 Fast Peaks: Off  
 Attenuation: 0

OVEN  
 Initial temp: 80 °C (On)  
 Initial time: 3.00 min  
 Ramps:  
 # Rate Final temp Final time  
 1 10.00 300 5.00  
 2 0.0(Off)  
 Post temp: 0 °C  
 Post time: 0.00 min  
 Run time: 30.00 min

6890 GC METHOD  
 THERMAL AUX 2  
 Use: MSD Transfer Line Heater  
 Description:  
 Initial temp: 280 °C (On)  
 Initial time: 0.00 min  
 # Rate Final temp Final time  
 1 0.0(Off)

POST RUN  
 Post Time: 0.00 min

COLUMN COMP 1  
 (No Detectors Installed)

COLUMN COMP 2  
 (No Detectors Installed)

COLUMN 1  
 (not installed)

COLUMN 2  
 (not installed)

MS ACQUISITION PARAMETERS

GC Injector  
 Parameter & Setpoint

General Information  
 Tune File : ATUNE.U  
 Acquisition Mode : Scan  
 MS Information  
 Solvent Delay : 3.00 min  
 EM Absolute : False  
 EM Offset : 0

General Information  
 Tune File : ATUNE.U  
 Acquisition Mode : Scan  
 MS Information  
 Solvent Delay : 3.00 min  
 EM Absolute : False  
 EM Offset : 0

General Information  
 Tune File : ATUNE.U  
 Acquisition Mode : Scan  
 MS Information  
 Solvent Delay : 3.00 min  
 EM Absolute : False  
 EM Offset : 0

General Information  
 Tune File : ATUNE.U  
 Acquisition Mode : Scan  
 MS Information  
 Solvent Delay : 3.00 min  
 EM Absolute : False  
 EM Offset : 0

General Information  
 Tune File : ATUNE.U  
 Acquisition Mode : Scan  
 MS Information  
 Solvent Delay : 3.00 min  
 EM Absolute : False  
 EM Offset : 0

General Information  
 Tune File : ATUNE.U  
 Acquisition Mode : Scan  
 MS Information  
 Solvent Delay : 3.00 min  
 EM Absolute : False  
 EM Offset : 0

FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)  
 Mode: Split  
 Initial temp: 300 °C (On)  
 Pressure: 2.88 psi (On)  
 Split ratio: 25:1  
 Split flow: 13.3 mL/min  
 Total flow: 16.7 mL/min  
 Gas saver: On  
 Saver flow: 20.0 mL/min  
 Saver time: 2.00 min  
 Gas type: Helium

BACK INLET (UNKNOWN)  
 Mode: Split  
 Initial temp: 300 °C (On)  
 Pressure: 2.88 psi (On)  
 Split ratio: 25:1  
 Split flow: 13.3 mL/min  
 Total flow: 16.7 mL/min  
 Gas saver: On  
 Saver flow: 20.0 mL/min  
 Saver time: 2.00 min  
 Gas type: Helium

FRONT DETECTOR (NO DET)  
 Model Number: Agilent 19091S-433  
 HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane  
 Max temperature: 325 °C  
 Nominal length: 30.0 m  
 Nominal diameter: 250.00 um  
 Nominal film thickness: 0.25 um  
 Mode: constant flow  
 Initial flow: 0.5 mL/min  
 Nominal inlet pressure: 2.88 psi  
 Average Velocity: 27 cm/sec  
 Inlet: MSD  
 Outlet Pressure: vacuum

BACK DETECTOR (NO DET)  
 Model Number: Agilent 19091S-433  
 HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane  
 Max temperature: 325 °C  
 Nominal length: 30.0 m  
 Nominal diameter: 250.00 um  
 Nominal film thickness: 0.25 um  
 Mode: constant flow  
 Initial flow: 0.5 mL/min  
 Nominal inlet pressure: 2.88 psi  
 Average Velocity: 27 cm/sec  
 Inlet: MSD  
 Outlet Pressure: vacuum

FRONT DETECTOR (NO DET)  
 Model Number: Agilent 19091S-433  
 HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane  
 Max temperature: 325 °C  
 Nominal length: 30.0 m  
 Nominal diameter: 250.00 um  
 Nominal film thickness: 0.25 um  
 Mode: constant flow  
 Initial flow: 0.5 mL/min  
 Nominal inlet pressure: 2.88 psi  
 Average Velocity: 27 cm/sec  
 Inlet: MSD  
 Outlet Pressure: vacuum

BACK DETECTOR (NO DET)  
 Model Number: Agilent 19091S-433  
 HP-5MS 5% Phenyl Methyl Siloxane  
 Max temperature: 325 °C  
 Nominal length: 30.0 m  
 Nominal diameter: 250.00 um  
 Nominal film thickness: 0.25 um  
 Mode: constant flow  
 Initial flow: 0.5 mL/min  
 Nominal inlet pressure: 2.88 psi  
 Average Velocity: 27 cm/sec  
 Inlet: MSD  
 Outlet Pressure: vacuum



Resulting EM Voltage : 1176.5

[Scan Parameters]

Low Mass : 30.0  
 High Mass : 600.0  
 Threshold : 150  
 Sample # : 2 A/D Samples 4  
 Plot 2 Low mass : 50.0  
 Plot 2 High mass : 550.0

[MSzones]

MS Quad : 150 C maximum 200 C  
 MS Source : 200 C maximum 250 C

END OF ME ACQUISITION PARAMETERS

TUNE PARAMETERS for SN:-----

EMISSION : 34.610  
 ENERGY : 69.522  
 REFELER : 24.929  
 IONFOCUS : 90.157  
 ENTRANCE\_DE : 28.500  
 ERVOLT : 1176.471  
 AMUGAIN : 1514.000  
 AMUOFFSET : 122.750  
 FILAMENT : 1.000  
 DCFOCALITY : 0.000  
 ENLENSOFFS : 18.573  
 MASSGAIN : -736.000  
 MASSOFFSET : -34.000

END OF TUNE PARAMETERS-----

END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS-----

