

## PEMANFAATAN KATALIS $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ DARI TULANG IKAN TUNA PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK BINTANGGUR (*Callophyllum inophyllum* L)

Rosmawaty, I Wayan Sutapa, Desy Kamanasa

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Pattimura, Ambon

Diterima 28 Oktober 2017/Disetujui 30 Nopember 2017

### ABSTRACT

Biodiesel synthesis from bintanggur oil (*Callophyllum inophyllum* L.) has been done through esterification and transesterification process with  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  catalyst and methanol solvent. Production of  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  catalyst process was conducted by calcination of the Tuna's bone at  $1000^\circ\text{C}$  for 2 hours. The catalyst result was got 58.75% and then been characterized with XRD. The esterification process was performed with methanol and bintanggur oil in molar ration of 1:9 for 2 hours with 1.25%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . The transesterification process was conducted with bintanggur oil and methanol in molar ratio of 1:12 for 9 hours with 10%  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  catalyst. The conversion result by  $^1\text{H-NMR}$  is 73.76% and experimentally was 56.87%. Biodiesel was analyzed with FTIR, GC-MS,  $^1\text{H-NMR}$  and ASTM. ASTM testing result show there are spesific density of  $0.9204 \text{ g/cm}^3$ , kinematic viscosity of  $29.68 \text{ mm}^2/\text{s}$ , flash point at  $188.5^\circ\text{C}$ , pour point at  $6^\circ\text{C}$ , Conradson carbon residue of 0.162%, water content 0.175%, and copper strip corrosion of 1b.

**Keywords:** *biodiesel, bintanggur oil,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  catalyst, esterification, transesterification*

### ABSTRAK

Sintesis biodiesel dari minyak bintanggur (*Callophyllum inaphyllum* L.) telah dilakukan melalui tahap esterifikasi dan transesterifikasi dengan menggunakan katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dan pelarut metanol. Proses pembuatan katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dilakukan melalui kalsinasi tulang ikan tuna pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 2 jam, diperoleh katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  sebesar 58,75%, dan dikarakterisasi dengan XRD. Pada proses esterifikasi dilakukan dengan perbandingan mol metanol dan minyak bintanggur 1:9 selama 2 jam dengan menggunakan katalis asam yaitu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sebesar 1,25%, proses transesterifikasi dengan perbandingan mol minyak bintanggur dan metanol 1:12 selama 9 jam, menggunakan katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  10%. Hasil penelitian menunjukkan konversi biodiesel secara teoritis sebesar 73,76% dan hasil eksperimen sebesar 56,87%. Hasil biodiesel dianalisis dengan FTIR, GC-MS,  $^1\text{H-NMR}$ , dan ASTM. Hasil uji ASTM meliputi kerapatan spesifik sebesar  $0,9204 \text{ g/cm}^3$ , viskositas kinematik  $29,68 \text{ mm}^2/\text{s}$ , titik nyala  $188,5^\circ\text{C}$ , titik tuang  $6^\circ\text{C}$ , sisa karbon Conradson 0,162%, kadar air 0,175%, dan korosi kepingan tembaga 1b.

**Kata kunci :** *biodiesel, esterifikasi, katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , minyak bintanggur, transesterifikasi*

### PENDAHULUAN

Bahan bakar minyak bumi adalah bahan bakar fosil yang tidak dapat diperbaharui dan merupakan sumber energi utama yang banyak digunakan diberbagai negara di dunia pada saat ini. Kebutuhan bahan bakar ini selalu meningkat seiring dengan penggunaannya di bidang industri maupun transportasi. Besarnya kebutuhan akan minyak bumi mengakibatkan ketersediaannya

semakin menipis dan secara otomatis dampak negatif yang ditimbulkan bagi lingkungan juga meningkat. Hal ini merupakan suatu tantangan global yang perlu diantisipasi dengan pencarian alternatif sumber energi lainnya yang ketersediaannya tidak terbatas (dapat diperbaharui) dan ramah lingkungan. Salah satu bahan bakar alternatif yang dapat menggantikan peranan minyak bumi adalah biodiesel.

Biodiesel merupakan sumber energi bahan bakar yang dapat diperbaharui, berasal dari minyak tumbuhan dan lemak hewan. Bahan ini dikonversi menjadi metil ester asam lemak (*fatty acids methyl ester*) yang ramah lingkungan dan dapat membantu ketersediaan minyak diesel. Biodiesel pada umumnya diproduksi melalui proses transesterifikasi minyak nabati atau lemak hewan dengan alkohol rantai pendek (umumnya metanol atau etanol) dengan menggunakan katalis (Ma dan Hanna, 1999; Di Serio dkk., 2008; Huber dkk., 2006) ataupun melalui proses esterifikasi langsung asam lemak hasil hidrolisis minyak dengan alkohol. Katalis yang digunakan dalam proses biodiesel ini umumnya menggunakan katalis homogen. Namun penggunaan katalis ini mengalami beberapa kelemahan yakni, produksi air limbah yang berlebihan dari proses pencucian residu katalis dan tidak dapat digunakan kembali sehingga akan terbuang bersama dengan pengotor serta bersifat korosif (Vicente dkk., 2007; Macleod dkk., 2008). Mengatasi kelemahan yang dimiliki oleh katalis homogen, maka dilakukan pengembangan proses produksi biodiesel menggunakan katalis heterogen.

Katalis heterogen dapat bersifat *reusable* (dapat digunakan kembali) dan tidak terbuang pada akhir reaksi. Selain itu, perlakuan untuk netralisasi katalis sehingga menghasilkan air limbah dalam jumlah besar dapat dihilangkan (Kawashima dkk., 2008). Beberapa katalis heterogen yang telah digunakan untuk produksi biodiesel antara lain MgO, CaO, dan *hydrotalcites* (Zabeti dkk., 2009). Kemampuan katalis heterogen ini dalam mengkonversi minyak atau lemak menjadi biodiesel cukup besar dan sangat baik. Namun pertimbangan harga katalis yang mahal menyebabkan penggunaan katalis ini belum banyak digunakan secara komersial karena menimbulkan biaya produksi yang tinggi dan harga biodiesel yang tidak ekonomis. Untuk memperoleh harga biodiesel yang rendah, namun ramah terhadap lingkungan kini dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan katalis yang bersumber dari limbah kulit telur, kulit kerang, cangkang moluska, dan tulang sebagai sumber kalsium (Empikul dkk., 2010). Chakraborty dkk. (2011) meneliti transesterifikasi minyak kedelai dikatalisis oleh katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari sisik ikan *Labeo rohita* dan menemukan bahwa katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  yang berasal dari sisik ikan *Labeo rohita* aktif dalam produksi biodiesel, di mana kemampuan konversi yang dimiliki katalis ini sebesar 97,73%.

Minyak nabati merupakan bahan baku produksi biodiesel yang menjanjikan, sifatnya dapat diperbaharui, ramah lingkungan, dapat diproduksi dalam skala besar, dan proses pembuatannya mudah serta cepat. Minyak nabati terdiri dari *edible oil* (dapat dikonsumsi) dan *non-edible oil* (tidak dapat dikonsumsi). Lebih dari 95% dari bahan baku produksi biodiesel berasal dari *edible oil* karena memiliki sumber yang cukup banyak (Patil dan Deng, 2009). Berbagai *edible oil* seperti minyak bunga matahari (Antolin dan Tinaut, 2002; Mohamed dkk., 2003), minyak biji kapas (Kose dkk., 2002), dan minyak kelapa (Darnoko dan Cheryan, 2000) dapat digunakan sebagai sumber biodiesel. Namun, penggunaan *edible oil* memiliki kelemahan yakni persaingan dengan konsumsi manusia sehingga dapat meningkatkan biaya produksi biodiesel. Untuk mengatasi kelemahan ini, banyak peneliti tertarik pada pengembangan minyak *non-edible*. Hal ini disebabkan beberapa keunggulan yang dimiliki oleh minyak *non-edible* yaitu : tidak cocok untuk konsumsi manusia karena adanya beberapa komponen beracun dalam minyak, tanaman yang menghasilkan minyak *non-edible* tidak membutuhkan kondisi tanah yang khusus untuk dapat tumbuh seperti halnya tanaman pangan, dan biaya budidaya jauh lebih rendah karena tanaman ini masih dapat dipertahankan dengan hasil yang cukup tinggi tanpa intensif perawatan (Kumar dkk., 2007; Gui dkk., 2008). Selain jarak pagar yang dapat digunakan sebagai bahan dasar biodiesel yang berasal dari *non-edible oil*, dapat juga digunakan buah biji bintanggurr (*Calophyllum inophyllum* L.), hal ini disebabkan karena komposisi minyak bintanggurr memiliki kemiripan komposisi dengan minyak jarak pagar dan minyak sawit yang

sudah biasa digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel, selain itu biji bintanggur mempunyai rendamen minyak yang tinggi (bisa mencapai 74%) (Bustomi dkk., 2008).

Berdasarkan uraian di atas, maka perlu untuk dilakukan penelitian tentang Pemanfaatan Katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari Tulang Ikan Tuna pada Pembuatan Biodiesel dari Minyak Bintanggur (*Callophyllum inophyllum* L.).

## METODE PENELITIAN

### 1. Preparasi katalis

Mula-mula limbah tulang ikan tuna dibersihkan dari sisa-sisa daging dan dicuci dengan air panas beberapa kali hingga bebas dari daging dan lemak-lemak yang menempel. Kemudian bahan dikeringkan di dalam oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Sebanyak 700 g bahan dasar katalis ditumbuk kemudian digerus dengan menggunakan lumpang hingga halus dan diayak hingga ukuran tidak melewati  $\pm 100$  mesh.

### 2. Sintesis katalis $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dari tulang ikan tuna

Limbah tulang ikan tuna yang telah diayak kemudian ditimbang sebanyak 100 g. Proses sintesis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari tulang ikan dilakukan dengan memasukkan padatan yang telah ditimbang ke dalam alat kalsinasi. Proses kalsinasi dilakukan dengan pemanasan pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 2 jam dan dialiri gas  $\text{N}_2$  secara perlahan-lahan. Selanjutnya suhu alat kalsinasi diturunkan hingga dingin dan katalis dimasukkan ke dalam botol dan ditutup rapat agar tidak terkontaminasi udara bebas. Kemudian dikarakterisasi menggunakan Difraktometer Sinar-X.

### 3. Preparasi minyak bintanggur

Biji bintanggur dibersihkan dari kotoran dan dipisahkan daging biji dan tempurungnya. Biji bintanggur dikeringkan dengan alat pengeringan dan dengan cara dijemur di bawah sinar matahari sampai cukup kering sehingga berwarna kecoklatan kemudian dipres menggunakan mesin pres untuk memisahkan minyak dan ampas biji. Tahap ini menghasilkan minyak bintanggur kasar.

### 4. Proses deguming

Proses *deguming* dilakukan dengan menambahkan asam fosfat 20% sebesar 0,5% (b/b) minyak, dipanaskan pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 15 menit, sehingga akan terbentuk senyawa fosfatida yang mudah terpisah dari minyak. Kemudian senyawa tersebut dipisahkan berdasarkan berat jenis yaitu senyawa fosfatida berada di bagian bawah dari minyak tersebut. Senyawa fosfatida yang terbentuk dipisahkan, kemudian minyak dicuci dengan air hangat suhu  $60^\circ\text{C}$  sampai jernih. Selanjutnya air diuapkan dari minyak dengan pengering vakum pada suhu  $80^\circ\text{C}$  agar tidak terjadi reaksi oksidasi yang bisa mengubah warna minyak tersebut menjadi gelap kembali. Selanjutnya minyak di-karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR.

### 5. Analisis asam lemak bebas

Sampel sebanyak 20 g dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, ditambahkan 50 mL etanol 95%. Selanjutnya dilakukan pemanasan dalam penangas air sampai mendidih. Kemudian didinginkan dan ditambahkan beberapa tetes indikator fenolftalein. Setelah itu dilakukan titrasi dengan  $\text{KOH}$  0,1 N sampai tepat warna merah jambu. Dihitung asam lemak bebasnya menggunakan persamaan:

$$\text{Kadar FFA} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times 282 \times 100}{\text{g} \times 1000}$$

$$\text{Bilangan asam} = \frac{\text{mL KOH} \times \text{N KOH} \times 56,1}{\text{g sampel}}$$

## 6. Sintesis biodiesel dari minyak bintanggur

Minyak bintanggur yang telah dipanaskan dan bersih dimasukkan ke dalam alat refluks, kemudian diesterifikasi asam lemak bebasnya dengan metanol (perbandingan minyak dan metanol 1:9) dan ditambahkan dengan katalis  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 M sebanyak 1,25%. Campuran direfluks pada temperatur  $65^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Kemudian minyak hasil esterifikasi dipisahkan dari katalis dan metanol.

Selanjutnya minyak hasil esterifikasi, ditransesterifikasi dengan metanol (perbandingan minyak dan metanol 1:12) dan ditambahkan dengan katalis basa alkali  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari tulang ikan tuna dengan variasi berat 10%, dari berat minyak dan metanol. Campuran direfluks kembali pada temperatur  $65^\circ\text{C}$  selama 9 jam. Campuran hasil reaksi didinginkan dan terbentuk 3 lapisan, yaitu berturut-turut dari atas ke bawah metil ester, gliserol, dan katalis. Kemudian katalis dipisahkan dari lapisan metil ester dan gliserol, selanjutnya lapisan metil ester dan gliserol dipisahkan dengan menggunakan corong pisah. Kemudian metil ester dievaporasi untuk menghilangkan sisa metanol. Metil ester selanjutnya dicuci dengan akuades dalam corong pisah untuk melarutkan sisa gliserol. Langkah terakhir adalah dengan penambahan  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  *anhidrat* untuk mengikat sisa-sisa air, kemudian disaring dengan kertas saring Whatman 40.

## 7. Karakterisasi biodiesel

Metil ester yang dihasilkan dari proses reaksi transesterifikasi dianalisis dengan spektrofotometer IR, GC-MS, dan  $^1\text{H-NMR}$ . Sifat-sifat fisik biodiesel selanjutnya diuji dengan metode ASTM. Karakteristik biodiesel yang dianalisis dengan metode ASTM adalah kerapatan spesifik  $60/60^\circ\text{F}$  (ASTM D 1298), viskositas kinematik  $40^\circ\text{C}$  (ASTM D 445), titik tuang (ASTM D 97), titik nyala (ASTM D 93), sisa karbon Conradson (ASTM D 189), kadar air (ASTM D 95), dan korosi kepingan tembaga (ASTM D 130).

## HASIL PENELITIAN

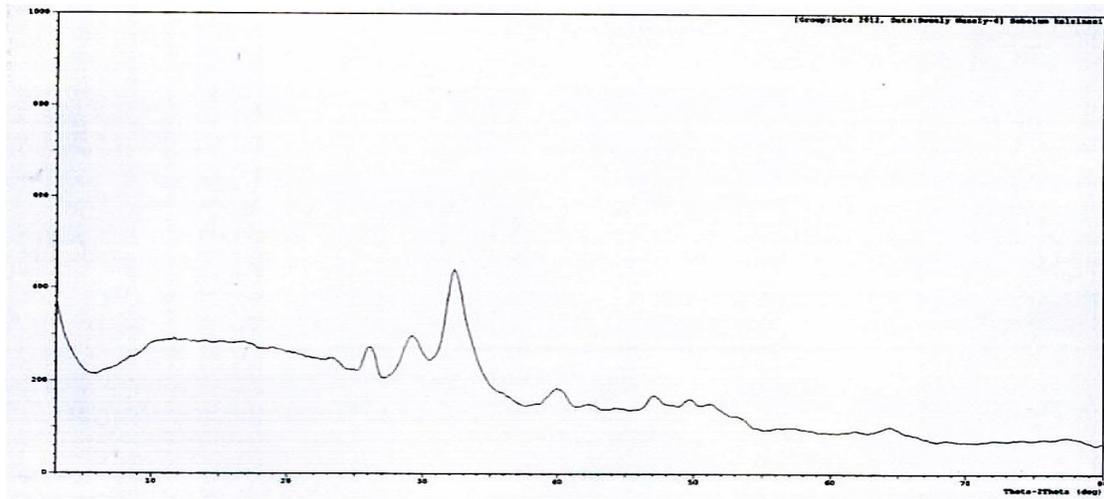
### 1. Preparasi dan Kalsinasi Katalis $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ dari Tulang Ikan Tuna

Preparasi katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  diawali dengan proses pencucian tulang ikan tuna untuk menghilangkan kotoran, selanjutnya proses pengeringan dalam oven pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 24 jam untuk menghilangkan air. Tulang ikan tuna yang sudah benar-benar kering, kemudian ditumbuk dan selanjutnya digerus dengan lumpang dan diayak hingga ukuran  $\pm 100$  mesh. Tujuan pengayakan adalah untuk memperbesar luas permukaan padatan. Padatan tulang ikan tuna yang telah diayak kemudian dikalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 2 jam untuk mensintesis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ . Setelah kalsinasi, tulang ikan tuna yang berwarna kekuningan berubah menjadi warna putih yang mengindikasikan bahwa terjadi penghilangan  $\text{H}_2\text{O}$  dan senyawa yang lain dari  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ . Hasil konversi  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  yang diperoleh dari 50,0114 g tulang ikan tuna adalah 58,7534%.

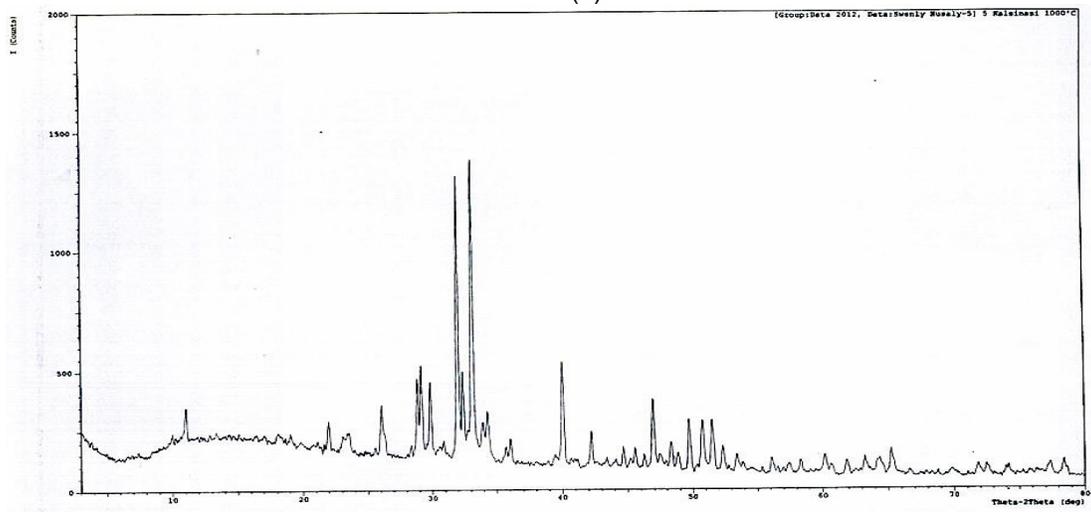
### 2. Karakterisasi Katalis

Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X dalam penelitian ini bertujuan untuk mengkaji data kristal  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari tulang ikan tuna yang digunakan. Hasil XRD pada tulang ikan tuna sebelum dikalsinasi diperlihatkan pada difraktogram (Gambar 1a). Diperlihatkan munculnya puncak-puncak yang kuat dengan intensitas tertinggi yaitu pada  $2\theta = 32,4200$  dengan intensitas 148,  $2\theta = 29,1750$  dengan intensitas 50, dan  $2\theta = 26,0900$  dengan intensitas 39. Tulang ikan tuna umumnya diketahui mempunyai komponen utama yaitu hidroksiapatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) dan diperlukan suhu  $> 600^\circ\text{C}$  untuk diubah menjadi  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  (Hamada dan Mikuni., 1990). Puncak-puncak difraksi pada tulang ikan tuna menghilang secara signifikan setelah dilakukan proses kalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  dan muncul puncak-puncak paling kuat dengan intensitas yang tinggi yaitu pada  $2\theta = 33,1159$

dengan intensitas 934,  $2\theta = 31,9842$  dengan intensitas 878, dan  $2\theta = 40,034$  dengan intensitas 352 (Gambar 1b).



(a)



(b)

**Gambar 1.** (a) difraktogram tulang ikan tuna sebelum kalsinasi dan (b) difraktogram  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  hasil kalsinasi

Pola XRD tulang ikan tuna yang telah dikalsinasi menunjukkan puncak yang jelas dan tajam. Hasil ini menunjukkan bahwa hidroksiapatit (HAP) diubah menjadi  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  oleh adanya kalsinasi yang dilakukan pada tulang ikan tuna pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  sehingga terjadi penghilangan  $\text{H}_2\text{O}$  dan senyawa-senyawa lainnya. Difraktogram pada tulang ikan tuna setelah dikalsinasi terdapat puncak difraksi yang sempit dan tajam atau kuat yaitu pada daerah  $2\theta = 33,1159$  dengan intensitas 934 yang menunjukkan bahwa katalis yang diperoleh memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi.

### 3. Minyak Bintanggurr

Minyak bintanggurr dihasilkan dengan mengekstraksi biji bintanggurr. Cara ekstraksi biji bintanggurr yang digunakan adalah pengepresan dengan alat pres. Cara ini paling sesuai untuk memisahkan minyak dari bahan yang kadar minyaknya di atas 10%. Menurut Bustomi dkk. (2008) ampas dari proses pengepresan biji bintanggurr masih memiliki rendamen minyak yang cukup tinggi sekitar 48,8%. Minyak yang dihasilkan dari proses pengepresan yang dilakukan dengan menggunakan mesin pres berwarna hitam karena masih banyak mengandung kotoran yang berasal dari kulit dan senyawa kimia seperti alkaloid, fosfatida, karotenoid, dan lain-lain yang berwarna gelap. Sehingga minyak tersebut harus dipisahkan terlebih dahulu.

### 4. Proses *Deguming*

Tujuan dari proses *deguming* adalah untuk memisahkan minyak dari getah yang terdiri dari fosfatida, protein, karbohidrat, residu, air, dan resin. Proses *deguming* dilakukan dengan menambahkan asam fosfat 20% sebesar 0,5% (b/b) minyak. Kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 15 menit disebabkan pengumpulan protein terjadi pada suhu tinggi sehingga fungsi emulsifernya hilang, setelah itu dipisahkan dengan corong pisah. Kotoran-kotoran atau senyawa-senyawa kimia yang terkandung di dalam minyak bintanggurr berada pada bagian bawah sedangkan minyak bintanggurr sendiri terdapat pada bagian atas, sehingga hal ini akan memudahkan pada proses pemisahan. Setelah kotoran-kotoran atau sisa-sisa senyawa kimia dipisahkan, minyak bintanggurr yang dihasilkan kemudian dicuci dengan akuades yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu 60°C, hal ini dimaksud agar sisa kotoran yang masih terkandung dalam minyak bintanggurr yang belum terpisah dengan baik dapat dihilangkan.

Hasil *deguming* akan memperlihatkan perbedaan yang sangat jelas dengan minyak asli yaitu warna jernih kemerah-merahan. Setelah proses *deguming* warna minyak akan mengalami perubahan dari warna hijau kehitaman menjadi warna kekuningan. Hal ini disebabkan pigmen warna dominan pada minyak yaitu klorofil mengalami kerusakan saat proses digantikan dengan pigmen karotenoid yang berwarna kekuningan, selanjutnya minyak bintanggurr hasil *deguming* dilakukan analisis asam lemak bebas.

Hasil analisis asam lemak bebas yang diperoleh sebesar 9,52% dan bilangan asamnya sebesar 18,93 mg KOH/g sampel. Dari hasil yang diperoleh maka dilakukan penelitian dengan dua proses yaitu proses esterifikasi dengan katalis asam dan dilanjutkan dengan proses transesterifikasi dengan katalis basa heterogen.

### 5. Sintesis Biodiesel melalui Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi

Reaksi esterifikasi asam lemak bebas pada minyak bintanggurr merupakan langkah pertama untuk mengurangi adanya asam lemak bebas. Esterifikasi asam lemak bebas minyak bintanggurr mengurangi jumlah asam lemak bebas, karena asam lemak bebas sebagian telah diubah menjadi metil ester (Widayat dan Haryani, 2009).

Minyak bintanggurr hasil ekstraksi, kemudian diesterifikasi dengan metanol (perbandingan minyak dan metanol 1:9) dan penambahan katalis asam ( $H_2SO_4$  1M) 1,25% dari berat total minyak dengan metanol, selama 2 jam pada suhu 65°C. Hasil yang diperoleh setelah esterifikasi adalah metanol, air, dan metil ester.

Proses reaksi esterifikasi sendiri bertujuan untuk mengubah asam lemak bebas menjadi ester dengan bantuan asam, oleh karena air yang terbentuk akan larut dalam metanol dan tidak menghambat proses reaksi dan laju hidrolisis dalam basa terhadap ester. Hal ini disebabkan metanol dalam bentuk ion metoksida bereaksi cepat dengan trigliserida menghasilkan metil ester. Hasil dari proses esterifikasi terbentuk 2 lapisan berturut-turut dari atas ke bawah, metanol dan minyak. Selanjutnya setelah dipisahkan lapisan bawahnya kemudian ditransesterifikasi.

Metil ester hasil esterifikasi kemudian digunakan untuk proses reaksi transesterifikasi. Reaksi transesterifikasi dengan katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dilakukan pada suhu  $65^\circ\text{C}$  selama 9 jam dengan perbandingan minyak dan metanol 1:12, sehingga terbentuk 3 lapisan berturut-turut dari atas ke bawah biodiesel, gliserol, dan katalis, kemudian dipisahkan. Katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  sendiri bersifat heterogen sehingga mudah untuk dipisahkan dari biodiesel dan gliserol, sedangkan biodiesel dan gliserol dipisahkan dengan menggunakan corong pisah. Biodiesel yang terbentuk kemudian dievaporasi untuk menghilangkan sisa metanol. Hasil evaporasi kemudian dicuci dengan akuades yang sebelumnya telah dipanaskan pada suhu  $60^\circ\text{C}$  ini dilakukan untuk mengatasi agar pada proses pencucian tidak terjadi emulsi dan terbentuk karamel.

Proses pencucian bertujuan untuk menghilangkan gliserol, dan sisa-sisa metanol yang masih terdapat di dalam metil ester, proses pencucian akan terbentuk 2 lapisan bagian atas metil ester dan bagian bawah adalah akuades dan sisa gliserol. Setelah metil ester dipisahkan dari akuades kemudian diberi  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhidrat yang bertujuan untuk mengikat sisa-sisa air yang terkandung dalam metil ester, selanjutnya dilakukan penyaringan dengan kertas saring Whatman 40 sehingga diperoleh biodiesel dengan berat 56,8717%. Hasil biodiesel tersebut kemudian dianalisis dengan FT-IR, GC-MS  $^1\text{H-NMR}$  dan ASTM.

## 6. Karakterisasi Biodiesel

### a. Analisis biodiesel dengan spektroskopi infra merah (FT-IR)

Analisis hasil biodiesel dengan spektrofotometer FT-IR untuk membuktikan adanya ester pada produk transesterifikasi. Hasil identifikasi spektrofotometer FT-IR minyak bintanggur dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Perbandingan FT-IR minyak bintanggur dan biodiesel minyak bintanggur

Daerah Serapan FT-IR minyak bintanggur ( $\text{cm}^{-1}$ )	Daerah Serapan FT-IR Biodiesel minyak bintanggur ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus Fungsi
1165,00	1165,02	C-O
1743,65	1731,14-1735,00	C=O
2854,65-2924,09	2851,80-2964,03	C-H
1458,18	1436,99-1458,21	$\text{CH}_2$
1356,60	1354,05-1378,16	$-\text{CH}_3$
725,23	722,35	$\text{CH}=\text{CH}$
3464,16	3469,03	O-H

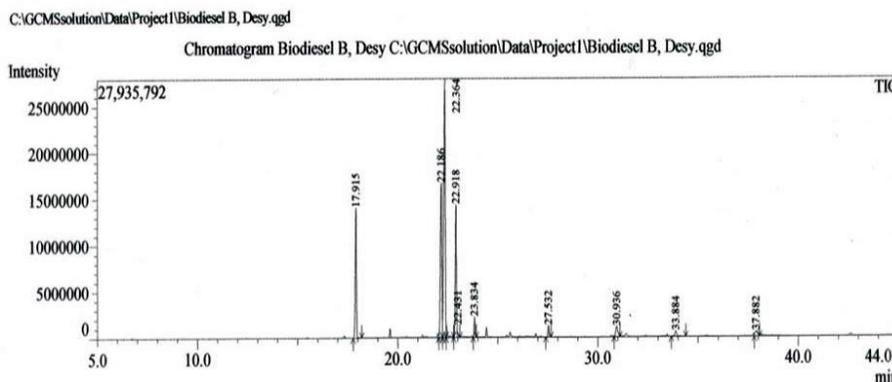
Tabel 1 memperlihatkan adanya perubahan serapan dari gugus karbonil C=O, gugus ester C-O. Pada minyak bintanggur gugus karbonil (C=O) memiliki serapan kuat pada  $1743,65 \text{ cm}^{-1}$  berubah menjadi  $1731,14 \text{ cm}^{-1}$  pada metil ester, sedangkan untuk gugus C-O terjadi perubahan dari pergeseran  $1165,00 \text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1165,02 \text{ cm}^{-1}$ . Perubahan juga terjadi pada daerah serapan tajam  $725,23 \text{ cm}^{-1}$  menjadi  $722,35 \text{ cm}^{-1}$  daerah ini merupakan serapan untuk gugus alkena ( $\text{CH}=\text{CH}$ ) dari rantai asam lemak tak jenuh. Serapan pada daerah  $2964,03 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2851,80 \text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan untuk gugus C-H alifatik (*stretching*) diperkuat dengan serapan pada  $1458,21 \text{ cm}^{-1}$ – $1418,70 \text{ cm}^{-1}$  yang merupakan serapan untuk  $\text{CH}_2$  dan  $1354,05 \text{ cm}^{-1}$ – $1378,16 \text{ cm}^{-1}$  merupakan serapan untuk  $\text{CH}_3$ . Pergeserannya antara  $1033,85 \text{ cm}^{-1}$  menjadi  $1062,80 \text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah rentang C-O yang berdekatan dengan  $\text{CH}_3$  yang menunjukkan adanya gugus metil ester. Serapan pada  $3469,03 \text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah serapan khas untuk OH dari gliserol.

### b. Analisis biodiesel dengan spektroskopi GC-MS

Biodiesel hasil reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis basa,  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  10% kemudian dilakukan analisis GC-MS. Melalui GC-MS dapat diketahui jenis metil ester yang terkandung dalam biodiesel minyak bintanggurr yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi tersebut. Jumlah puncak pada hasil kromatogram (Gambar 2) menunjukkan jumlah metil ester hasil transesterifikasi yang masing-masing terpisah sempurna menghasilkan puncak-puncak dengan waktu retensi yang berbeda-beda.

Puncak yang terlebih dahulu keluar adalah ester dengan rantai karbon yang pendek. Setelah itu diikuti dengan rantai karbon yang lebih panjang. Dasar pemisahan secara kromatografi gas adalah penyebaran cuplikan di antara dua fase. Salah satu fase adalah fase diam yang permukaannya luas dan fase yang lain ialah gas yang melewati fase diam (Sastrohamidjojo, 2001).

Sesuai hukum *like dissolve like* ester dengan rantai yang lebih panjang akan tertahan dalam kolom sedangkan ester rantai pendek akan lolos bersama fasa gerak keluar dari kolom. Kandungan metil ester hasil analisis GC-MS pada biodiesel minyak bintanggurr dapat ditunjukkan pada Gambar 2 dan Tabel 2.



**Gambar 2.** Kromatogram metil ester minyak bintanggurr hasil analisis GC-MS

**Tabel 2.** Kandungan metil ester dari minyak bintanggurr hasil analisis GC-MS

No	Nama Senyawa	Puncak Ke-	% Area Senyawa
1	Metil palmitat	1	14,76
2	Metil linoleat	2	22,24
3	Metil oleat	3	38,62
4	Metil oktadekanoat	4	1,53
5	Metil stearat	5	15,02
6	Metil arakidat	7	1,28
7	Metil 9 oktadekanoat	10	1,25

Kromatogram hasil pengujian GC-MS (Gambar 2) menunjukkan adanya 10 puncak tetapi hanya 7 puncak yang terdeteksi sebagai metil ester asam lemak (Tabel 2). Empat puncak dengan persen area terbesar dihasilkan oleh puncak ke 1 yaitu metil palmitat ( $\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ) sebesar 14,76% dengan waktu retensi 17,915 menit dan  $m/z = 270$ ; puncak ke 2 yaitu metil linoleat ( $\text{C}_{19}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ) sebesar 22,24% dengan waktu retensi 22,186 menit dan  $m/z = 294$ ; puncak ke 3 yaitu metil oleat ( $\text{C}_{19}\text{H}_{36}\text{O}_2$ ) sebesar

38,62% dengan waktu retensi 22,364 menit dan  $m/z = 296$ ; dan puncak ke 5 yaitu metil stearat ( $C_{19}H_{38}O_2$ ) sebesar 15,02% dengan waktu retensi 22,918 menit dan  $m/z = 298$ . Dalam ketentuan biodiesel terdapat syarat adanya bilangan setana di mana memiliki atom C sebanyak 16 atau lebih. Jadi keempat jenis metil ester ini yaitu, metil palmitat, metil linoleat, metil oleat, dan metil stearat memenuhi ketentuan untuk dikatakan sebagai biodiesel karena memiliki atom C lebih dari 16. Metil palmitat mempunyai rantai karbon yang paling pendek sehingga puncaknya muncul lebih awal dibandingkan metil linoleat, metil oleat, dan metil stearat. Sedangkan puncak oleat muncul lebih dahulu dari metil stearat karena berat molekul metil stearat lebih besar dari pada berat molekul metil oleat.

### c. Analisis biodiesel menggunakan spektroskopi $^1H$ -NMR

Analisa dengan  $^1H$ NMR, bertujuan untuk mengetahui seberapa besar kemurnian biodiesel yang terbentuk dari hasil reaksi transesterifikasi minyak bintanggurr dengan metanol. Hasil analisis  $^1H$ -NMR minyak bintanggurr menggunakan  $^1H$ -NMR 60 MHz, sedangkan hasil analisis  $^1H$ -NMR biodiesel minyak bintanggurr menggunakan  $^1H$ -NMR 500 MHz. Pada spektra  $^1H$ -NMR minyak bintanggurr terlihat adanya proton gugus gliserida yang ditunjukkan pada daerah 4-5 ppm. Gliserida ini akan diubah menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi. Kemurnian biodiesel dilihat dari besarnya presentase metil ester yang terbentuk. Proton metil ester dilihat pada daerah singlet 3,6 ppm, dan triplet proton  $\alpha$ -CH<sub>2</sub> berada pada daerah 2,7 ppm. Sedangkan proton gugus gliserida ditunjukkan oleh spektra pada daerah 4,1-4,2 ppm. Spektra yang muncul pada daerah 5,3 ppm merupakan proton di sekitar gugus aldehyd pada rantai panjang asam lemak, posisinya berada paling jauh dengan TMS karena gugus ini tidak terlindungi. Kondisi ini disebabkan adanya elektron *phi* yang menyebabkan rapat elektron menjadi kecil sehingga proton ini tidak terlindungi. Pada daerah 1–1,6 ppm muncul puncak yang lebar dan tinggi, puncak ini terjadi karena proton-proton pada CH<sub>2</sub> asam lemak berada terlalu dekat sehingga geseran kimia juga menjadi terlalu dekat akibatnya puncak-puncak akan bergabung menjadi suatu *singlet* dimana puncak-puncak tengah suatu *multiplet* makin tinggi sementara puncak-puncak pinggir akan mengecil (Monteiro dkk., 2009).

Puncak–puncak tersebut digunakan sebagai acuan dalam menentukan dan mengetahui persentase konversi metil ester dengan menggunakan Persamaan 1 dan Persamaan 2. Pada Persamaan 1 (teoritik 1) puncak yang digunakan untuk menentukan konversi metil ester adalah puncak pada pergeseran kimia 3,6 ppm yang merupakan spektra proton metil ester dan pergeseran kimia 4,1-4,2 ppm merupakan tipe proton yang terdapat dalam gliserida.

Dari Persamaan 2 (teoritik 2) diperoleh konversi metil ester 73,7606%, puncak yang diperhitungkan untuk menentukan konversi metil ester adalah puncak pada pergeseran kimia 3,6 ppm yang merupakan spektra proton metil ester dan pergeseran kimia 2,7 ppm yang merupakan spektra dari gugus  $\alpha$ -CH<sub>2</sub>. Perhitungan berdasarkan hasil eksperimen (bobot biodiesel dibagi bobot minyak) diperoleh konversi biodiesel sebesar 56,8717%. Trigliserida yang terkandung dalam minyak bintanggurr tidak terkonversi seluruhnya. Dapat dilihat pada spektra  $^1H$ -NMR biodiesel masih muncul puncak pada 4,1-4,2 ppm yang merupakan proton gugus gliserida.

### 7. Analisis Sifat Fisik Biodiesel dengan Metode ASTM

Analisis sifat fisik biodiesel dari minyak bintanggurr diperoleh melalui metode pemeriksaan ASTM dan dibandingkan dengan standar SNI biodiesel seperti yang dapat dilihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Hasil analisis biodiesel dengan metode ASTM

No	Jenis Pemeriksaan	Biodiesel Minyak Bintanggurr	Metode Pemeriksaan	SNI Biodiesel *)
1	kerapatan spesifik 60/60 °F (g/ml)	0,9204	ASTM D1298	0,850 - 0,890
2	viskositas kinematis 40 °C (mm <sup>2</sup> /s)	29,68	IKU/5.4/TK-02	2,3 – 6,0
3	titik nyala (°C)	188,5	IKU/5.4/TK-03	Min 100
4	titik tuang (°C)	6	IKU/5.4/TK-04	Maks 18
5	Sisa Karbon Conradson	0,162	ASTM D189	Maks 0,30
6	Kadar air	0,175	ASTM D95	Maks 0,05
7	Korosi kepingan tembaga (100°C)	1b	ASTM D130	Maks. No 3

\*) = SNI-04-7182-2006 diterbitkan oleh Badan Standarisasi Nasional (BSN) tanggal 22 Februari 2006

#### a. Kerapatan spesifik

Kerapatan spesifik biodiesel dari minyak bintanggurr diukur pada suhu 60/60°F dengan menggunakan metode pemeriksaan ASTM (ASTM D1298) dengan standar SNI biodiesel yaitu 0,850-0,980 g/cm<sup>3</sup> dan memberikan hasil 0,9204 g/cm<sup>3</sup>. Nilai ini lebih tinggi dibandingkan hasil penelitian Husein (2011) yaitu 0,8889 g/cm<sup>3</sup> dan Samual (2012) yaitu 0,8878 g/m<sup>3</sup> dan menunjukkan hasil ini tidak memenuhi spesifikasi SNI biodiesel. Peningkatan kerapatan spesifik juga menunjukkan penurunan panjang rantai karbon dan peningkatan ikatan rangkap. Data hasil analisis terhadap kerapatan spesifik dapat digunakan untuk menghitung panas pembakaran. Panas pembakaran yang tinggi menunjukkan kualitas pembakaran biodiesel yang baik. Jika biodiesel mempunyai kerapatan spesifik melebihi ketentuan, akan terjadi reaksi tidak sempurna pada konversi minyak nabati. Biodiesel seperti ini akan meningkatkan keausan mesin, emisi, dan menyebabkan kerusakan pada mesin.

#### b. Viskositas kinematik

Viskositas kinematik yang diperoleh dari biodiesel minyak bintanggurr yaitu sebesar 29,68 mm<sup>2</sup>/s, hasil ini melebihi standar SNI biodiesel yaitu 2,3-6,0 mm<sup>2</sup>/s. Nilai ini juga lebih tinggi dibandingkan penelitian Husein (2011) yaitu 5,582 mm<sup>2</sup>/s dan Samual (2012) yaitu 5,572 mm<sup>2</sup>/s. Viskositas biodiesel dipengaruhi oleh kandungan trigliserida yang tidak ikut bereaksi dan komposisi asam lemak penyusunnya. Viskositas yang terlalu rendah maupun terlalu tinggi akan mengurangi daya pembakaran dan dapat menyebabkan konsumsi bahan bakar meningkat. Viskositas merupakan faktor yang penting dalam mekanisme terpecahnya serta atomisasi bahan bakar dalam ruang bahan bakar (Soerawidjaja dkk, 2006). Viskositas berkaitan dengan komposisi asam lemak dan tingkat kemurnian biodiesel (Mittelbach dan Remschmidt, 2004). Viskositas naik dengan kenaikan panjang rantai karbon asam lemak jenuh, kenaikan panjang rantai karbon alkohol, penurunan panjang rantai karbon asam lemak tidak jenuh dan adanya kenaikan sisa mono-, di- dan trigliserida dalam biodiesel. Viskositas juga dipengaruhi oleh tingkat polimerisasi sebagai akibat proses degradasi oksidasi (Canakci dan van Gerpen, 1999).

Viskositas kinematik biodiesel yang dihasilkan dari minyak bintanggurr cukup tinggi sehingga tidak memenuhi kualifikasi SNI biodiesel maka penggunaan biodiesel dari minyak bintanggurr 100% tidak mungkin, viskositas yang terlalu tinggi dapat mempengaruhi kerja cepat alat injeksi bahan bakar dan mempersulit pengkabutan bahan bakar minyak sehingga pembakaran menjadi kurang

sempurna, sehingga perlu dilakukan pencampuran dengan solar sampai memenuhi persyaratan yang dikehendaki. Beberapa mesin diesel menghendaki persyaratan minimal viskositas, karena viskositas biodiesel yang tinggi akan menyebabkan atomisasi yang jelek dan diasosiasikan dengan kenaikan deposit pada mesin (Kinast dan Tyson, 2003).

**c. Titik nyala (*flash point*)**

Titik nyala atau *flash point* diukur dengan metode ASTM (ASTM D93). Penentuan titik nyala ini berkaitan dengan keamanan dalam penyimpanan dan penanganan bahan bakar (Prihandana, dkk., 2006). Titik nyala yang tinggi akan memudahkan dalam proses penanganan, penyimpanan, dan pengangkutan karena dapat mengurangi resiko penyalaaan. Apabila titik nyala rendah mengakibatkan bahan bakar tersebut mudah terbakar dalam penyimpanannya. Data hasil pengujian menunjukkan bahwa titik nyala biodiesel dari minyak bintanggur ini adalah 188,5°C dan telah memenuhi spesifikasi minyak diesel dan SNI biodiesel yaitu minimum 100°C.

**d. Titik tuang (*pour point*)**

Titik tuang diukur dengan metode analisa ASTM D 97. Titik tuang adalah suatu angka yang menunjukkan suhu terendah di mana bahan bakar masih dapat mengalir atau dituang apabila didinginkan pada kondisi tertentu (Prihandana, dkk., 2006). Titik tuang dari biodiesel minyak bintanggur adalah 6°C dan nilai ini lebih rendah dibandingkan penelitian Husein (2011) yaitu 18°C, dan Samuel (2012) yaitu 9°C. Semakin rendah titik tuang tentunya lebih baik karena mengurangi kecenderungan bahan bakar untuk membeku pada temperatur yang dingin. Titik tuang dipengaruhi oleh panjang rantai karbon. Semakin panjang rantai karbon, semakin tinggi titik tuangnya. Data hasil pengujian menunjukkan bahwa titik tuang biodiesel dari minyak bintanggur telah memenuhi spesifikasi SNI biodiesel yaitu maksimal 18°C.

**e. Sisa Karbon Conradson (*Conradson carbon residue*)**

Hasil uji sisa karbon *Conradson* biodiesel dari minyak bintanggur yaitu sebesar 0,162% telah memenuhi spesifikasi SNI biodiesel yaitu maksimal 0,30%. Sisa karbon *Conradson* adalah nilai karbon yang tertinggal setelah penguapan dan pembakaran habis. Tingkatan residu karbon tergantung pada jumlah asam lemak bebas, jumlah trigliserida (Prihandana dkk, 2006). Pada karakter ini berhubungan dengan kebersihan biodiesel yang cenderung untuk meninggalkan deposit karbon pada mesin setelah pembakaran. Semakin kecil sisa karbon, maka proses pembakaran biodiesel lebih sempurna, karena tanpa meninggalkan residu karbon yang mengganggu operasi mesin diesel.

**f. Kadar air (*water content*)**

Metode kadar air ini digunakan untuk menganalisa kadar air yang terkandung dalam minyak. Schindlbauer (1998) menyebutkan bahwa *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) bersifat higroskopis dan dapat mengandung air sampai 1600 ppm yang terlarut sempurna dengan biodiesel. Kadar air yang tinggi dapat menyebabkan korosi, memberi ruang bagi mikroba untuk tumbuh sehingga akan menjadi pengotor bagi biodiesel dan pada suhu rendah terjadi proses pemisahan dalam biodiesel.

Hasil pengujian nilai kadar air dari biodiesel minyak bintanggur menunjukkan sebesar 0,175% volume. Nilai tersebut tidak memenuhi kriteria standar biodiesel menurut SNI yaitu sebesar 0,05% volume.

**g. Korosi kepingan tembaga (*cooper strip corrosion*)**

Korosi kepingan tembaga (*Cooper Strip Corrosion = CCR*) biodiesel dari minyak bintanggur pada 100°C adalah 1b sehingga memenuhi standar ASTM (ASTM D 130) yaitu maksimal no 3. Tes ini dilakukan untuk mengukur pengaruh bahan bakar terhadap tingkat korosi tembaga yang berkaitan dengan kadar asam lemak bebas biodiesel. Tingkatan korosi kepingan tembaga tergantung dari kadar asam lemak bebas, gliserida, logam alkali sebagai katalis yang sudah dalam bentuk sabun dan dari ketiga penyebab tersebut pengotor dari sisa katalis lebih banyak

berpengaruh terhadap nilai CCR. Disamping komponen tersebut menurut Mittelbach dan Remschmidt (2004) nilai CCR ditentukan pula oleh metil ester dari asam lemak tidak jenuh dengan ikatan rangkap lebih dari satu dan polimer yang terbentuk selama proses.

## KESIMPULAN

1. Proses pembuatan minyak bintanggur menjadi biodiesel dengan katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari tulang ikan tuna dapat berlangsung. Presentase katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  dari tulang ikan tuna melalui proses kalsinasi pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  diperoleh  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  sebesar 58,7534%.
2. Konversi biodiesel yang diperoleh berdasarkan hasil teoritis dari  $^1\text{H-NMR}$  sebesar 73,7606% dan secara eksperimen sebesar 56,8717% pada reaksi transesterifikasi katalis  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  10%.
3. Karakteristik biodiesel minyak bintanggur yang memenuhi standar ASTM yaitu titik nyala  $188,5^\circ\text{C}$ , titik tuang  $6^\circ\text{C}$ , sisa Carbon Conradson 0,162%, dan korosi kepingan tembaga 1b. Sedangkan biodiesel minyak bintanggur yang belum memenuhi standar ASTM yaitu kerapatan spesifik  $0,9204 \text{ g/cm}^3$ , viskositas kinematik  $29,68 \text{ mm}^2/\text{s}$  dan kadar air 0,175%.

## DAFTAR PUSTAKA

- Antolin, G. dan Tinaut F. V., 2002, Optimization of Biodiesel Production by Sunflower Oil Transesterification, *Bioresour. Technol.*, 83, 2, 11-14.
- Bustomi, Sofian, Tati, R., Sudradjat, R., Budi, L., Kosasih, A. S., dan Illa, A., 2008, *Nyamplung (Calophyllum inophyllum L) Sumber Energi Biofuel yang Potensial*, Badan Litbang Kehutanan, Jakarta.
- Canakci, M. dan Van Gerpen, J., 1999. Biodiesel Production Via Acid Catalysis, *Trans Am Soc Agric Eng*, 42, 1203–1210.
- Chakraborty, R., S. Bepari, dan A. Banerjee, 2011, Application of Calcined Waste Fish (*Labeo rohita*) Scale as Low-cost Heterogeneous Catalyst for Biodiesel Synthesis, *Bioresource Technology*, 102, 3610-3618.
- Darnoko, D. dan Cheryan M, 2000, Kinetics Oil Transesterification in A Batch Reactor, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 77, 1263-1267.
- Di Serio, M., Tesser, R., Pengmei, L., dan Santacesaria, E., 2008, Heterogeneous Catalysts for Biodiesel Production, *Energy Fuels*, 22, 207–217.
- Empikul., N. Viriya, dan P. Krasae, 2010, Waste Shells of Mollusk and Egg As Biodiesel Production Catalysts, *Biosource Technology*, 101, 3765-3767.
- Gui, M. M., Lee, dan K. T., Bhatia, S., 2008, Feasibility of Edible Oil vs. non-Edible Oil vs. Waste Edible Oil As Biodiesel Feedstock, *Energy*, 33, 16, 46–53.
- Huber, G. W., Iborra, S., dan Corma, A., 2006, Synthesis of Transportation Fuels from Biomass Chemistry, Catalysts and Engineering, *Chem. Rev.*, 106, 4044–4098.
- Husein, A., 2011, Kalsium Oksida ( $\text{CaO}$ ) dari Kulit Telur Ayam Ras sebagai Katalis dalam Sintesis Biodiesel dari Minyak Bintanggur (*Callophyllum inophyllum L*), *Skripsi*, Fakultas MIPA Kimia, Universitas Pattimura, Ambon.
- Kawashima, A., Matsubara, K., dan Honda, K., 2008, Development of Heterogeneous Base Catalysts for Biodiesel Production, *Bioresour. Technol*, 99, 3439–3443.
- Kinast, J. A., dan Tyson, K. S., 2003. *Production of Biodiesel from Multiple Feedstocks and Properties of Biodiesel and Biodiesel/Diesel Blends*. NREL US Departement of Energy Laboratory.
- Kose, O., Tuter, M., dan Aksoy H. A., 2002, Immobilized *Candida Antarctica* Lipase-Catalyzed Alcoholysis of Cotton Seed Oil in A Solvent-free Medium, *Bioresour. Technol*, 83, 12-59.

- Kumar. T. A., Kumar A., dan Raheman, H., 2007, Biodiesel Production from Jatropha Oil (*Jatropha curcas*) with High Free Fatty Acids: An Optimized Process, *Biomass Bioenergy*, 315, 69–75.
- Ma, F. dan Hanna, M. A., 1999, Biodiesel Production: A Review, *Biores. Technol.*, 70, 1–15.
- Macleod, C. S., Harvey, A. P., Lee, A. F., dan Wilson, K., 2008, Evaluation of The Activity and Stability of Alkali-Doped Metal Oxide Catalysts for Application to An Intensified Method of Biodiesel Production, *Chem. Eng. J.*, 135, 63-70.
- Mittelbach, M. dan C. Remschmidt, 2004, Biodiesel: The Comprehensive Handbook, *Martin Mittelbach, Graz, Austria (dalam Prosiding Seminar Nasional Tatang H. Soerawidjaja)*.
- Mohamed, M., Soumanoua, B., Uwe, T., dan Bornscheuer, A., 2003, Improvement in Lipase Catalyzed Synthesis of Fatty Acid Methyl Esters from Sunflower Oil, *Enzyme Microb Technol*, 33, 97–103.
- Monteiro, M. R., A. R. P., Ambrozin, L. M., Liao, dan A. G. Ferreira, 2009, Determination of Biodiesel Blend Levels in Different Diesel Samples by <sup>1</sup>H-NMR, *Fuel*, 88, 691–696.
- Patil, P. D. dan Deng, S., 2009, Optimization of Biodiesel Production from Edible and Nonedible Vegetable Oils, *Fuel*, 88, 1302–1306.
- Prihandana, R., Hendroko, R., dan Nuramin, M., 2006, *Menghasilkan Biodiesel Murah*, Penerbit Agromedia, Bogor.
- Sastrohamidjojo, H., 2001, *Spektroskopi*, Edisi Kedua, Liberty, Yogyakarta.
- Samual, I., 2012, Pembuatan Biodiesel dari Minyak Bintanggur (*Callophyllum inophyllum* L) Menggunakan Katalis Kalsium Oksida, *Skripsi*, Fakultas MIPA Kimia, Universitas Pattimura, Ambon.
- Schindlbauer, H., 1998, Standardization and Analysis of Biodiesel: What Specifications are Important di dalam: *Proceeding of The 1998 PORIM International Biofuel and Lubricant Conference*, Kuala Lumpur.
- Soerawidjaja, T. H., 2006, *Fondasi-Fondasi Ilmiah dan Keteknikan dari Teknologi Pembuatan Biodiesel*, Handout Seminar Nasional, Biodiesel Sebagai Energi Alternatif Masa Depan, UGM, Yogyakarta.
- Vicente, G., Martinez, M., dan Aracil, J., 2007, Optimization of Integrated Biodiesel Production, Part I. A Study of The Biodiesel Purity and Yields, *Bioresource Technology*, 98, 1724-1733.
- Widayat, S. dan Haryani, K., 2009, Optimasi Proses Adsorpsi Minyak Goreng Bekas dengan Adsorbent Zeolit Alam, Studi Pengurangan Bilangan Asam *Jurnal Teknik Gelagar*, 17, 1, 77 – 82.
- Zabeti, M., Wan Daud, W. M. A., dan Aroua, M. K., 2009, Activity of Solid Catalysts for Biodiesel Production, A Review, *Fuel Process. Technol.*, 90, 770–777.