

**PENGARUH UKURAN BUTIRAN ZEOLIT DAN TEKANAN
FILTRASI DALAM MENGURANGI KADAR AIR DAN
BILANGAN ASAM PADA MINYAK JARAK
MENGUNAKAN MEMBRAN ZEOLIT-KITOSAN**

SKRIPSI

Oleh :
CHORIDA EKA YUANITA
0510920015

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2009

**PENGARUH UKURAN BUTIRAN ZEOLIT DAN TEKANAN
FILTRASI DALAM MENGURANGI KADAR AIR DAN
BILANGAN ASAM PADA MINYAK JARAK
MENGUNAKAN MEMBRAN ZEOLIT-KITOSAN**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
dalam bidang Kimia

Oleh :
CHORIDA EKA YUANITA
0510920015

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG
2009**

i

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**PENGARUH UKURAN BUTIRAN ZEOLIT DAN TEKANAN
FILTRASI DALAM MENGURANGI KADAR AIR DAN
BILANGAN ASAM PADA MINYAK JARAK
MENGUNAKAN MEMBRAN ZEOLIT-KITOSAN**

oleh :
CHORIDA EKA YUANITA
0510920015

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Ir. Bambang Poerwadi, M.S.
NIP. 131 616 318

Akhmad Sabarudin, Dr. Sc.
NIP. 132 158 727

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, M.S.
NIP. 131 653 134

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Chorida Eka Yuanita
NIM : 0510920015
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

” Pengaruh Ukuran Butiran Zeolit dan Tekanan Filtrasi dalam Mengurangi Kadar Air dan Bilangan Asam pada Minyak Jarak Menggunakan Membran Zeolit-Kitosan”

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termasuk di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Mei 2009
Yang menyatakan,

(Chorida Eka Yuanita)
NIM. 0510920015

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak jarak sebagai Bahan Bakar Minyak (BBM) dapat menjadi alternatif yang ideal dalam menekan permintaan bahan bakar minyak karena sifatnya yang dapat diperbarui (*renewable fuels*) dan juga *non edible oil* (bukan merupakan minyak untuk kebutuhan pangan).

Proses yang biasa digunakan untuk konversi minyak nabati menjadi biodiesel adalah transesterifikasi. Proses transesterifikasi ini merupakan konversi trigliserida menjadi metil ester dan gliserol. Namun, minyak jarak berbeda dengan minyak nabati yang lain. Minyak jarak mengandung asam lemak bebas dan air yang relatif tinggi sehingga tidak dapat dilakukan proses transesterifikasi secara langsung. Untuk mengatasi hal tersebut diperlukan proses pemurnian (*refining*) terlebih dahulu (Manjula and Subramanian, 2006). Pemurnian minyak secara konvensional adalah menggunakan esterifikasi atau penambahan asam dan katalis untuk merubah asam lemak bebas menjadi metil ester. Namun proses ini mendatangkan banyak kerugian karena melalui beberapa tahap yang membutuhkan banyak energi dan bahan kimia dalam jumlah besar, selain itu rendemen minyak yang dihasilkan juga menurun (Lin, et al., 1997).

Alternatif lain untuk menghindari kerugian pemisahan secara kimiawi adalah menggunakan teknologi membran yang cukup potensial dan lebih sederhana dibandingkan dengan *refining* konvensional. Konsumsi energi yang rendah dan proses berlangsung pada suhu ruang sehingga kerusakan produk yang tidak stabil secara thermal dapat diminimalisasi. Selain itu tidak ada penambahan bahan dan pengeluaran limbah (Pagliero, 2004). Kinerja dari membran ini bergantung pada temperatur, komposisi membran, tekanan, kecepatan aliran dan interaksi antara komponen minyak dengan permukaan membran (Harimurti, 2007). Membran yang digunakan pada penelitian ini tersusun atas zeolit dan kitosan.

Zeolit merupakan suatu material yang memiliki luas permukaan besar (mencapai $1000 \text{ m}^2/\text{g}$), volume ruang kosong (30% dari volume total zeolit), dan memiliki distribusi pori yang seragam. Zeolit dapat memisahkan molekul berdasarkan ukuran dan

kepolarnya. Karena struktur zeolit yang bepori, maka molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan pori dapat masuk dan terjebak (Anonim, 2008). Penelitian yang dilakukan Sudrajat,dkk (2006), menyebutkan bahwa zeolit dapat digunakan sebagai katalis padat pada proses esterifikasi-transesterifikasi sebagai pengganti katalis HCl. Hasil penelitian menunjukkan penggunaan katalis zeolit berhasil menurunkan keasaman biodiesel lebih baik daripada HCl dan bentonit.

Chandrasekaran (1990) menyatakan bahwa kitosan merupakan polimer yang bersifat hidrofilik, mudah larut dalam asam encer membentuk *hydrogel*, membentuk ikatan hydrogen dengan air, dan memiliki gugus fungsional yang dapat dengan mudah dimodifikasi. Hasil penelitian Sathivel dan Witoon (2004) menunjukkan bahwa kitosan merupakan adsorben asam lemak bebas paling baik dibandingkan dengan karbon aktif dan lumpur aktif.

Pembuatan membran zeolit-kitosan diharapkan akan dapat diperoleh karakteristik yang lebih baik dengan penggabungan kedua sifat zeolit dan kitosan tersebut. Penggabungan kedua sifat dari zeolit dan kitosan ini dapat meningkatkan sifat hidrofilik dari membran. Membran yang hidrofilik dapat digunakan untuk memisahkan air dan asam lemak bebas pada minyak jarak berdasarkan kepolarnya dimana air bersifat polar dan asam lemak bebas memiliki gugus polar sedangkan komponen mayor minyak seperti trigliserida dan fosfolipid merupakan senyawa yang bersifat nonpolar. Membran zeolit-kitosan dalam penelitian ini merupakan modifikasi dari membran zeolit-kitosan yang sudah pernah dibuat. Perbedaannya adalah pada bentuk membran, dimana membran pada penelitian ini berbentuk *pellet* yang disesuaikan dengan penggunaannya dalam proses pemurnian minyak jarak pagar melalui ultrafiltrasi.

Pemurnian minyak jarak menggunakan membran zeolit-kitosan dipengaruhi oleh komposisi membran dan juga tekanan pada saat filtrasi. Komposisi membran mempengaruhi selektifitas dan permeabilitas membran (Nicholson, 1997). Ukuran butiran zeolit merupakan salah satu parameter yang mempengaruhi komposisi membran. Semakin kecil ukuran butiran maka luas permukaannya akan semakin besar, namun pori membran yang terbentuk menjadi lebih kecil. Hal ini akan berpengaruh pada proses adsorpsi asam lemak bebas dan air pada minyak jarak. Selain itu pada sistem ultrafiltrasi, tekanan filtrasi mempengaruhi waktu kontak minyak

jarak dengan membran zeolit-kitosan sehingga berpengaruh juga pada proses adsorpsi asam lemak bebas dan air. Oleh karena itu perlu dikaji pengaruh ukuran butiran zeolit dan tekanan filtrasi terhadap penurunan kadar asam lemak bebas dan air pada minyak jarak.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang penelitian, dapat dirumuskan suatu permasalahan yaitu bagaimana pengaruh ukuran butiran zeolit dan besar tekanan filtrasi terhadap kemampuan membran zeolit-kitosan untuk mengurangi kadar air dan bilangan asam pada minyak jarak pagar?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam Turen dengan variasi ukuran butiran 0,33 mm, 0,21 mm, 0,16 mm, dan 0,14 mm
2. Massa zeolit yang digunakan adalah 6 g.
3. Volume kitosan yang ditambahkan adalah 3 mL dengan konsentrasi 1% dd 68,30.
4. Suhu filtrasi adalah pada suhu kamar (25 °C).

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh ukuran butiran zeolit dan tekanan filtrasi terhadap kemampuan membran zeolit-kitosan untuk mengurangi kadar air dan bilangan asam dalam minyak jarak pagar.

1.5 Manfaat Penelitian

Dengan mengetahui pengaruh ukuran butiran zeolit dan tekanan filtrasi terhadap kemampuan membran zeolit-kitosan untuk mengurangi kadar air dan bilangan asam dalam minyak jarak pagar, diharapkan dapat dikaji fenomena yang terjadi dalam aplikasi teknologi membran.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

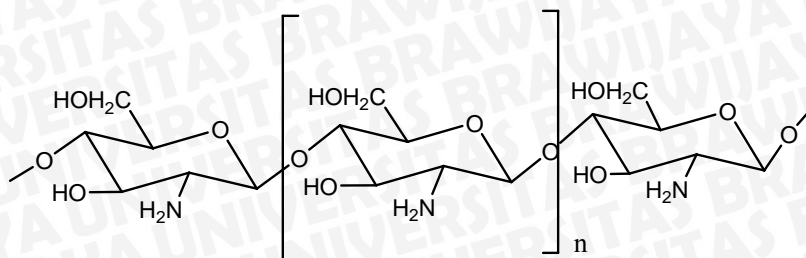
2.1. Kitosan

Kitosan (β -(1,4)-2-amino-2-deoksi-D-glukosa) adalah biopolimer alami yang merupakan senyawa turunan dari kitin. Kitosan disiapkan dalam dua proses, yaitu dari ekstraksi kitin dan deasetilasi kitin dengan basa. Kitosan mempunyai sifat *biocompatible* yaitu aman, tidak beracun dan mudah diuraikan oleh mikroorganisme (*biodegradable*) (Chandrasekaran, 1990). Menurut Krajewska (2001) kitosan merupakan polisakarida yang mengandung gugus amino pada karbon ke-2-nya. Keberadaan gugus amino ini menyebabkan kitosan bersifat basa sehingga dapat menyerap molekul yang bersifat asam. Penelitian lain juga menyebutkan bahwa dengan adanya gugus amino dan gugus hidroksil pada kitosan menyebabkan kitosan dapat menyerap air melalui ikatan hidrogen.

Kitosan tidak larut dalam air, sedikit larut dalam HCl dan HNO₃, 0,5% H₃PO₄ sedangkan dalam H₂SO₄ tidak larut (Hirano, 1986). Kitosan juga tidak larut dalam beberapa pelarut organik seperti alkohol, aseton, dometil formamida dan dimetilsulfoksida tetapi kitosan larut baik dalam asam format berkonsentrasi (0,2-100) % dalam air. Untuk melarutkan kitosan dibutuhkan asam yang mengubah gugus -NH₂ (tidak larut) menjadi gugus -NH₃⁺ yang larut dalam air sehingga dapat mudah berinteraksi membentuk ikatan silang dengan molekul bermuatan negatif. Asam yang banyak digunakan adalah asam asetat dengan konsentrasi 1-4% (v/v) tergantung dari banyaknya polimer kitosan yang digunakan (Suharman, 2001).

Menurut Tokura and Nishi (1995) kitosan merupakan suatu polimer multifungsi karena mengandung 2 jenis gugus fungsi yaitu gugus hidroksil dan asam amino. Dengan adanya kedua gugus fungsi ini menyebabkan kitosan memiliki reaktivitas kimia yang tinggi.





Gambar 2.1. Struktur Kitosan

Penelitian yang dilakukan oleh Sathivel dan Witoon (2004) menunjukkan bahwa kitosan merupakan adsorben asam lemak bebas paling baik dibandingkan dengan karbon aktif dan lumpur aktif. Rismana (2003) juga menyebutkan bahwa kitosan berbeda dengan serat lain yang netral atau asam, karena sebagai serat basa kitosan mampu mengabsorpsi gugus asam dengan adanya gugus amino pada rantai polimernya. Sejumlah pengamatan penelitian mendukung terjadinya mekanisme dasar pengikatan asam lemak bebas oleh kitosan yang melibatkan interaksi tarik menarik antara dua muatan yang berbeda atau berlawanan, layaknya tarikan kutub-kutub magnet. Kitosan yang mempunyai gugus-gugus bermuatan positif akan menarik muatan negatif dari asam-asam lemak dan membentuk suatu ikatan yang sampai saat ini masih dalam penelitian lebih lanjut.

2.2. Zeolit Alam

Zeolit didefinisikan sebagai kristal alumina silika berstruktur tiga dimensi. Terbentuk oleh tetrahedral alumina (AlO_4) dan silika (SiO_4) dengan pori didalam yang terisi ion-ion logam, biasanya logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Struktur zeolit berdasarkan pada unit sel kristal yang paling kecil adalah sebagai berikut (Othmer and Kirk, 1982) :

$$M_{x/n} [(AlO_2)_x \cdot (SiO_2)_y] \cdot wH_2O$$

Dimana :

M : kation (biasanya Na, K, Mg atau Ca)

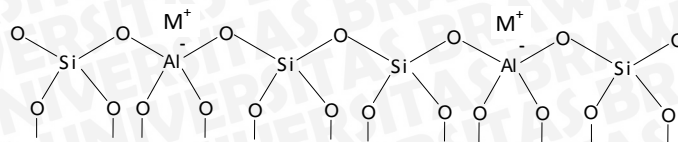
n : valensi kation

x, y : jumlah total tetrahedral per unit sel

w : banyaknya molekul air yang terkandung

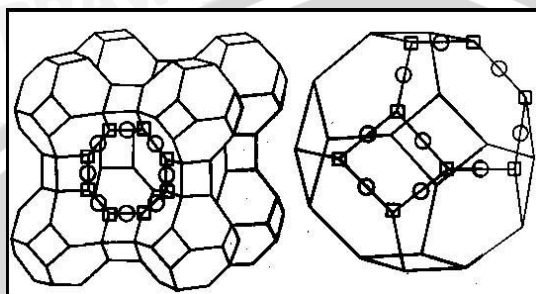
x/n : 1-5

Struktur kerangka zeolit adalah seperti gambar 2.2 berikut (Smart and Moore, 1992):



Gambar 2.2 Struktur Kerangka Zeolit

Struktur bangun zeolit dapat digambarkan sebagai berikut (Anonymous^a, 2008) :



Gambar 2.3 Struktur Bangun Zeolit

Zeolit memiliki sifat fisika dan kimia yang unik sehingga para peneliti banyak menggunakan zeolit sebagai mineral serba guna. Sifat-sifat unik tersebut meliputi dehidrasi, adsorben dan penyaring molekul, katalisator dan penukar ion. Menurut Sujarwadi, 1997, zeolit mempunyai sifat dehidrasi (melepaskan molekul H₂O) apabila dipanaskan. Pada umumnya struktur kerangka zeolit akan menyusut. Tetapi kerangka dasarnya tidak mengalami perubahan secara nyata. Disini molekul H₂O seolah-olah mempunyai posisi yang spesifik dan dapat dikeluarkan secara reversibel. Sifat zeolit sebagai adsorben dan penyaring molekul, dimungkinkan karena struktur zeolit yang bepori, sehingga zeolit mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran porinya. Akibat struktur zeolit bepori, anion atau molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan pori dapat masuk dan terjebak. Selain itu kristal zeolit yang telah terdehidrasi merupakan adsorben yang selektif dan

mempunyai efektifitas adsorpsi yang tinggi. Sifat zeolit sebagai penukar ion karena adanya kation logam alkali dan alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas didalam pori dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama (Prayitno, 1989).

Potensi zeolit alam indonesia cukup besar dan yang telah diketahui tersebar luas sekitar 46 lokasi seperti Bayah, Tasikmalaya, Sukabumi, Bogor, Pacitan, Malang dan Lampung, umumnya mengandung mineral klipnoptilot, modernit, smektit dengan kandungan total zeolit yang bervariasi. Kegunaan zeolit sangat luas dimana didasarkan atas kemampuannya melakukan pertukaran ion, daya serap, daya saring molekuler dan daya katalisnya (Suyartono dan Husaini, 1992).

Zeolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit alam Turen. Zeolit alam tersebut mempunyai komposisi jenis modernit ($\text{Na}_8(\text{AlO}_2)_8(\text{SiO}_2)_{40} \cdot 24 \text{H}_2\text{O}$) 84,2% dan klinoptilolit 1,2%. Selain itu terkandung senyawa lain seperti feldspar, kuarsa, dan plagioklas. Sedangkan zeolit alam jenis modernit mempunyai kimia terbesar silika (SiO_2) 64,63%, alumina (Al_2O_3) 13,66%, (CaO) 3,41%, (Na_2O) 2,09%, (K_2O) 2,05%, lain-lain 11,56% (Suyartono dan Husaini, 1992).

2.2.1 Zeolit Alam Sebagai Adsorben

Zeolit dikenal sebagai adsorben yang selektif dan mempunyai efektifitas adsorpsi yang tinggi yaitu dapat memisahkan molekul berdasarkan ukuran dan kepolarannya. Zeolit memiliki daya serap yang lebih tinggi dibandingkan dengan silika gel dan alumina teraktivasi, serta dari segi ekonomi lebih murah dibandingkan karbon aktif. Zeolit memiliki kemampuan yang tinggi sebagai penyerap karena zeolit dapat memisahkan molekul-molekul berdasarkan ukuran molekulnya dimana molekul yang memiliki ukuran lebih kecil dari ukuran pori zeolit akan teradsorpsi (Ribiero, *et al*, 1984).

Menurut Sastiono (1991) ukuran zeolit yang memiliki kemampuan penyerapan (adsorpsi) dan kapasitas tukar ion yang paling baik adalah pada ukuran 60-200 mesh. Dalam proses adsorpsi ini zeolit berperan sebagai adsorben yang menyediakan permukaan sebagai tempat untuk menempelnya suatu zat atau komponen lain (Leu, 2003).

Faktor yang mempengaruhi daya adsorpsi (Sutarti, 1994):

1. Kualitas adsorben
Kualitas adsorben ditentukan oleh keaktifan dari adsorben yang meliputi ukuran partikel, jenis kepolaran, luas permukaan, banyaknya pori-pori persatuan adsorben, serta kandungan air kristal.
2. Jumlah adsorben
Banyaknya konsentrasi adsorben tergantung dari kualitas larutan. Semakin jelek kualitas dari larutan yang akan dimurnikan, maka konsentrasi adsorben akan semakin banyak. Begitu pula sebaliknya, semakin bagus kualitas dari larutan yang akan dimurnikan maka akan semakin sedikit konsentrasi adsorben.
3. Waktu pengadukan
Jika kualitas dari larutan yang akan dimurnikan jelek dan kereaktifannya rendah, maka waktu dari pengadukan akan semakin lama.
4. Komposisi kimia
Komposisi kimia memegang peranan penting untuk penyerapan SiO_2 . Apabila SiO_2 terdapat dalam jumlah adsorben tersebut maka kapasitas penyerapannya akan semakin kecil. Menurut Davis (1992), suatu adsorben dapat dikatakan baik jika memiliki kadar SiO_2 sekitar 50%. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Praswanto (2001), data analisis menunjukkan kandungan Si dalam zeolit alam Turen sebesar 0,381 g/g dan Al sebesar $2,285 \times 10^{-3}$ g/g sehingga perbandingan Si/Al sebesar 159,2. Hal ini berarti bahwa zeolit alam Turen merupakan adsorben yang baik karena memiliki kandungan silika yang tinggi.

Zeolit juga sering disebut sebagai *molecular sieve* atau *molecular mesh* (saringan molekuler) karena zeolit memiliki struktur pori yang unik dan sensitivitas yang tinggi terhadap suatu ukuran dan bentuk molekul sehingga dapat memisahkan atau menyaring molekul dengan ukuran tertentu. *Molecular sieve* sendiri dapat diartikan sebagai suatu material yang tersusun atas pori-pori kecil yang membentuk suatu ukuran tertentu yang dapat digunakan sebagai adsorben untuk gas dan cairan. Molekul-molekul kecil atau molekul yang sesuai dengan ukuran pori dalam zeolit inilah yang akhirnya

dapat melalui zeolit sedangkan molekul yang berukuran lebih besar dari ukuran pori akan tertahan di atas permukaan (Flanigen, 1980).

Molecular sieve merupakan sintesis berpori dari kristal zeolit dan logam aluminosilikat. Adsorben ini dapat menyerap semua air yang ada karena luas permukaannya yang cukup luas. Sangkar kristal adsorben ini dapat menjebak adsorbat sehingga dapat teradsorpsi. Ukuran diameter dipengaruhi oleh komposisi kristal sehingga menentukan ukuran molekul yang dapat terserap. Selain dapat memisahkan berdasarkan ukuran molekul, *molekular sieve* juga dapat memisahkan berdasarkan tingkat polaritas molekul dan derajat kejenuhan (Treybal, 1980).

2.3. Membran

Membran berfungsi sebagai penghalang tipis yang sangat selektif diantara dua fase, hanya dapat melewatkan komponen tertentu dan menahan komponen lain dari suatu aliran fluida yang dilewatkan melalui membran. Proses pemisahan membran berupa perpindahan materi secara selektif karena gaya dorong atau penggerak yang berupa perbedaan konsentrasi, tekanan, potensial listrik atau suhu (Mulder, 1996).

Teknologi membran dalam sejarah perkembangannya, seiring dengan beberapa keunggulan yang dimilikinya, yaitu dapat memisahkan spesi-spesi kimia secara spesifik, dapat beroperasi pada suhu rendah, hemat energi, prosesnya tidak destruktif terhadap zat-zat yang dipisahkan, dan tidak menimbulkan dampak yang negatif terhadap lingkungannya. Oleh karena itu, teknologi ini mendapat banyak perhatian di kalangan industri, rumah tangga, laboratorium, rumah sakit, dan lain-lain. Peranannya menjadi sangat besar, misalnya dalam desalinasi air, penyediaan air yang siap diminum, pengolahan air buangan industri, bioteknologi, industri farmasi, dan sebagainya (Mulder, 1996).

Berdasarkan struktur dan prinsip pemisahannya, membran dapat dibagi menjadi (Mulder, 1996):

a. Membran berpori

Membran jenis ini memiliki ruang terbuka atau ruang kosong, terdapat berbagai macam jenis pori dalam membran. Pemisahan berdasarkan ukuran pori. Selektifitas ditentukan lewat hubungan antara ukuran pori dan ukuran partikel yang

dipisahkan. Jenis membran ini biasanya digunakan untuk pemisahan mikrofiltrasi dan ultrafiltrasi.

Berdasarkan kerapatan ukuran pori, membran dapat dibedakan menjadi tiga, yaitu:

1. Makropori : membran dengan ukuran pori > 50 nm
 2. Mesopori : membran dengan ukuran pori $2 - 50$ nm.
 3. Mikropori : membran dengan ukuran pori < 2 nm
- b. Membran non-pori

Membran non pori berupa lapisan film tipis dengan ukuran pori kurang dari $0,001\mu\text{m}$ dan kerapatan pori rendah.. Membran ini dapat memisahkan spesi yang memiliki ukuran sangat kecil yang tidak dapat dipisahkan oleh membran berpori. Membran non-pori digunakan untuk pemisahan gas dan pervaporasi, jenis membran dapat berupa membran komposit atau membran asimetrik. Pemisahan berdasarkan pada kelarutan dan perbedaan kecepatan difusi dari partikel.

c. Membran *carrier*

Mekanisme perpindahan massa pada membran jenis ini tidak ditentukan oleh membran (atau material dari membran) tetapi ditentukan oleh molekul pembawa yang spesifik yang memudahkan perpindahan spesifik terjadi. Ada dua konsep mekanisme perpindahan dari membran jenis ini, yaitu : *carrier* tidak bergerak di dalam matriks membran atau *carrier* bergerak ketika dilarutkan dalam suatu cairan. Dalam beberapa kasus belakangan ini, zat antara yang mengandung cairan ditempatkan didalam pori pada membran berpori. Dengan menggunakan *carrier* khusus, selektifitas yang tinggi dapat dicapai. Komponen yang akan dipisahkan dapat berupa gas atau cairan, ionik atau non-ionik.

Membran juga dapat diklasifikasikan berdasarkan morfologinya dimana akan menentukan mekanisme pemisahan dan aplikasinya, yaitu (Mulder, 1996):

1. Membran simetrik

Membran ini dapat mengandung pori atau tidak mengandung pori dengan ketebalan $10-200\mu\text{m}$. Membran ini memiliki struktur pori yang homogen di seluruh bagian membran. Jenis membran ini kurang efektif karena memungkinkan lebih cepat terjadinya

penyumbatan pori dan mengakibatkan fouling atau penyumbatan pori pada penggunaannya.

2. Membran asimetrik

Membran ini terdiri dari dua lapisan, yaitu kulit yang tipis dan rapat dengan ketebalan 0,1-0,5 μm dan lapisan pendukung berpori besar dengan ketebalan 50-150 μm . Membran asimetrik menghasilkan selektifitas yang lebih tinggi disebabkan oleh rapatnya lapisan atas membran dan mempunyai kecepatan permeasi yang tinggi karena tipisnya membran. Tingginya laju filtrasi pada membran asimetrik ini disebabkan mekanisme penyingkapan permukaan. Partikel yang ditolak tertahan pada permukaan membran.

Tingkat penyingkapan membran asimetrik jauh lebih tinggi daripada membran simetrik pada ketebalan yang sama. Hal ini disebabkan karena pada membran simetrik, partikel yang melewati pori akan menyumbat pori-pori membran sehingga kecepatan penyingkapan membran menurun drastis (Mulder, 1996).

2.4. Adsorpsi

Adsorpsi adalah peristiwa penyerapan / pengayaan (*enrichment*) suatu komponen di daerah antar fasa. Pada peristiwa adsorpsi, komponen akan berada di daerah antar muka, tetapi tidak masuk ke dalam fasa ruah. Komponen yang terserap disebut adsorbat (*adsorbate*), sedangkan daerah tempat terjadinya penyerapan disebut adsorben (*adsorbent / substrate*). Berdasarkan sifatnya, adsorpsi dapat digolongkan menjadi adsorpsi fisik dan kimia (Castellan, 1983).

Adsorpsi secara garis besar dapat dibedakan menjadi dua, yaitu (Castellan, 1983):

a. Adsorpsi Fisik

Yaitu suatu adsorpsi dimana molekul terikat pada adsorben oleh gaya *van der Waals* dan membentuk lapisan multilayer. Memiliki entalpi reaksi antara 4-40 kJ/mol dan adsorpsi hanya dapat terjadi pada suhu di bawah titik didih adsorbat. Adsorpsi fisik ini tidak melibatkan energi aktivasi tertentu dan bersifat tidak spesifik.

b. Adsorpsi kimia

Yaitu suatu adsorpsi dimana molekul terikat pada adsorben oleh ikatan kimia sehingga dapat membentuk lapisan monolayer. Adsorpsi kimia dapat terjadi pada suhu tinggi dan memiliki entalpi reaksi antara 40-800 kJ/mol. Melibatkan energi katifikasi tertentu dan bersifat spesifik.

Adsorpsi fisik memiliki kecenderungan desorpsi yang lebih mudah dibandingkan dengan adsorpsi kimia. Desorpsi adalah proses kebalikan dari proses adsorpsi, yaitu pelepasan kembali molekul adsorbat yang ada di permukaan adsorben (Considine dan Considine, 1989). Mekanisme desorpsi terjadi ketika molekul adsorbat yang menempel terlepas dari permukaan adsorben dan molekul adsorbat berpindah ke fasa larutan.

Kekuatan interaksi adsorbat dengan adsorben dipengaruhi oleh sifat dari adsorbat maupun adsorbennya. Parameter yang umumnya dipakai untuk meramalkan komponen mana yang diadsorpsi lebih kuat adalah kepolaran adsorben dengan adsorbatnya. Apabila adsorbennya bersifat polar, maka komponen yang bersifat polar akan teradsorpsi lebih kuat dibandingkan dengan komponen yang kurang polar. Porositas adsorben juga mempengaruhi daya adsorpsi dari suatu adsorben. Adsorben dengan porositas yang besar mempunyai kemampuan untuk menjerap adsorbat lebih tinggi dibandingkan dengan adsorben yang memiliki porositas kecil (Castellan, 1983).

Jumlah zat yang diadsorpsi merupakan proses berkesetimbangan, sebab laju peristiwa adsorpsi disertai dengan terjadinya desorpsi. Pada awal reaksi, peristiwa adsorpsi lebih dominan dibandingkan dengan peristiwa desorpsi, sehingga proses adsorpsi berlangsung cepat. Pada waktu tertentu, proses adsorpsi berjalan lebih lambat dan sebaliknya laju desorpsi meningkat. Ketika laju adsorpsi sama dengan laju desorpsi, keadaan ini disebut dengan kesetimbangan adsorpsi (Castellan, 1983).

2.5. Minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas L.*)

Menurut Openshaw, 2000, jarak pagar (*Jatropha curcas L.*) merupakan jenis tanaman yang dapat digunakan sebagai sumber minyak nabati untuk dijadikan biodiesel. Budidaya dari tanaman ini memiliki banyak keuntungan karena mudah tumbuh di daerah kering

atau bercurah hujan rendah maupun di tempat yang memiliki curah hujan yang tinggi.

Minyak jarak diperoleh melalui proses ekstraksi biji jarak kering secara mekanis maupun kimiawi. Kandpal dan Madan, 1995, mengemukakan bahwa kandungan minyak pada biji jarak utuh adalah berkisar 30-40%, sedangkan dalam kernel berkisar antara 40-50%. Minyak jarak merupakan trigliserida yang tersusun oleh asam lemak palmitat, stearat, oleat, linoleat, dan asam lemak lainnya dimana asam lemak yang paling dominan adalah asam lemak linoleat 40,2% dan asam lemak oleat 37,1%. Dengan adanya asam lemak tidak jenuh yang memiliki ikatan rangkap satu, dua dan tiga, tersebut menyebabkan mudahnya proses oksidasi terhadap ikatan rangkap dalam asam lemak sehingga minyak jarak pagar mudah menjadi sangat asam (Sudrajat dkk., 2006).

Minyak dapat menimbulkan bau dan rasa yang tidak enak atau biasa disebut tengik. Minyak akan menjadi tengik jika dibiarkan lama di udara. Menurut Binkley, 1971, hal ini terjadi karena beberapa asam lemak dalam minyak mengalami hidrolisis yang diakselerasi oleh enzim yang direduksi oleh mikroorganisme di udara. Hidrolisis ini menghasilkan asam lemak, asam butirat, yang menyebabkan bau tengik.

2.5.1. Minyak Jarak Pagar Sebagai Biodiesel

Biodiesel adalah cairan berwarna kuning terang atau kuning gelap, dengan titik didih tinggi dan tekanan uap rendah. Kepekannya lebih rendah dari air, yaitu 0.86 g/cm^3 . Biodiesel yang memiliki kekentalan seperti solar (bahan bakar diesel yang dihasilkan dari petroleum) dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif untuk mesin diesel, atau sebagai zat aditif atau zat tambahan solar untuk melicinkan bahan bakar Ultra-Low Sulfur Diesel (ULSD), namun biodiesel tidak akan meningkatkan sulfur di atas 15 ppm. Karakteristik biodiesel sama dengan solar, maka biodiesel dapat digunakan secara murni atau dicampur solar untuk menggantikan solar (Pinto, et al., 2005)

Salah satu sumber minyak nabati yang sangat potensial untuk dimanfaatkan sebagai input biodiesel adalah biji jarak pagar (*Jatropha curcas* L). Hal ini dikarenakan minyak jarak pagar tidak termasuk dalam kategori *edible oil*. Dengan demikian, pemanfaatan

minyak jarak pagar sebagai input biodiesel tidak akan mengganggu stok minyak pangan nasional, kebutuhan industri oleokimia, dan ekspor CPO. Komposisi biaya input dalam biaya produksi biodiesel mencapai 60-80%. Dengan komposisi yang begitu besar, sebaiknya input yang menjadi tulang punggung industri biodiesel adalah minyak nonpangan sehingga tidak akan mengganggu persediaan minyak pangan (Pinto, et al., 2005).

Minyak jarak pagar tidak dapat digunakan secara langsung sebagai bahan bakar atau biodiesel karena memiliki viskositas yang tinggi dan mengandung fosfolipid. Sifat tersebut akan berpengaruh terhadap kinerja mesin (Forson et al., 2004). Proses yang biasa dilakukan untuk mengolah minyak nabati adalah transesterifikasi, pirolisis, dan emulsifikasi. Proses transesterifikasi merupakan proses pemurnian yang paling banyak digunakan dalam mengurangi viskositas yang tinggi dan trigliserida dalam minyak nabati. Selain dengan transesterifikasi, pengurangan viskositas minyak nabati dapat juga dilakukan dengan mencampur diesel dengan minyak nabati dalam komposisi tertentu seperti yang telah dilakukan Forson, et al., 2004.

Tabel 2.1. Perbandingan minyak jarak dengan biodiesel (menurut ASTM PS-121)

Parameter minyak	Minyak jarak pagar	Biodiesel
Densitas pada 15 ⁰ C	0,9181 (g/cm ³)	0,85 - 0,89c
Viskositas pada 40 ⁰ C	51 cSt	1,9 - 6,0 cSt
Titik nyala	260 ⁰ C	min 100 ⁰ C
Bilangan asam	1,0 - 38,2 mg KOH/mg	maks 0,80 mg KOH/mg
Kadar air	1,02%	maks 0,050 %

2.6. Asam Lemak Bebas

Asam lemak bebas merupakan bahan non-trigliserida yang terlarut dalam minyak. Keberadaan asam lemak bebas dalam minyak akan mengurangi kestabilan minyak selama penyimpanan serta mengganggu proses konversi minyak menjadi metil ester (Yuliani dkk., 2006).

Bilangan asam menunjukkan banyaknya asam lemak bebas yang terkandung di dalam metil ester. Bilangan asam ini

mempengaruhi mutu metil ester dalam penggunaannya sebagai bahan bakar karena asam memiliki sifat yang korosif. Bilangan asam yang terlalu tinggi tidak dikehendaki, karena pada suhu yang tinggi asam lemak bebas akan bereaksi dengan logam seperti besi, seng, timah, timbal, mangan, kobalt, dan logam lainnya (Sangha, et al., 2005) Kondisi seperti ini akan dapat merusak komponen mesin diesel ataupun burner minyak tanah yang pada umumnya terbuat dari logam

Penyebab utama dari keasaman minyak jarak adalah faktor internal, yaitu kandungan asam lemak tidak jenuh dengan rantai rangkap, keberadaan enzim pemecah lemak seperti lipase, lipoksidase atau lipolitik serta keberadaan mikroba alami dari jenis bakteri, jamur dan *yeast* yang semuanya bisa sendiri-sendiri atau saling berinteraksi dalam menyebabkan keasaman pada minyak jarak. Ketika faktor internal ini bertemu dengan faktor eksternal seperti udara, aerasi, pemanasan, air, kation logam atau bahan kimia, maka akan terjadi proses oksidasi. Proses oksidasi menghasilkan senyawa peroksida atau hidroperoksida yang kemudian memecah lemak menjadi asam lemak dan gliserol, disertai terbentuknya gugus aldehida, keton, dan hidrokarbon lain. Karena minyak jarak cenderung didominasi asam lemak tidak jenuh seperti oleat dan linoleat yang memiliki ikatan rangkap, maka proses oksidasi pada ikatan rangkap tersebut menyebabkan minyak jarak mudah menjadi sangat asam (Sudrajat dkk., 2006).

Nilai bilangan asam yang semakin tinggi menunjukkan semakin rendahnya kualitas minyak tersebut. Perhitungan bilangan asam adalah (Yuliani dkk., 2006):

$$\text{Bilangan asam} = \frac{V \times N \times Mr \text{ KOH}}{w}$$

dimana : V = Volume KOH (mL) – Volume titrasi blanko
 N = Normalitas KOH (mg/mL)
 w = berat sampel

2.7. Analisa Kadar Air

Titration Karl Fisher merupakan metode analisa kuantitatif untuk penentuan kadar air dalam berbagai macam sampel. Prinsip dasar metode ini didasarkan pada reaksi Bunsen antara iodine dengan

sulfur dioksida. Metode *Karl Fischer* terbagi menjadi dua yaitu titrasi volumetri dan titrasi kolorimetri. Metode titrasi kolorimetri sangat baik digunakan untuk sampel yang mengandung kadar air sekitar 0-5 %. Pertama, iodin dihasilkan melalui proses elektrolisis dari reagen yang mengandung ion iodida, kemudian kadar air dalam sampel ditentukan dengan mengukur jumlah elektrisitas atau muatan yang dibutuhkan untuk proses elektrolisis dimana 1 mg H₂O setara dengan 10,72 Coulomb. Muatan dihitung dari perkalian antara arus yang diberikan dengan waktu elektrolisis (Anonymous^b, 2008). Kelemahan dari metode titrasi *Karl Fischer* ini adalah menggunakan alat khusus dan bahan yang lebih mahal dibandingkan destilasi maupun gravimetri.

Metode destilasi memiliki prinsip dasar perbedaan titik didih antara air dengan sampel. Sampel dididihkan pada titik didih dimana air menguap tetapi sampel tidak ikut teruapkan. Kadar air dihitung dari massa/volume destilat yang didapatkan dibandingkan dengan massa/volume sampel awal. Metode ini digunakan pada sampel yang mengandung kadar air 0-25% (ASTM D-95, 2008).

Metode lain untuk penentuan kadar air dalam minyak adalah gravimetri. Metode ini menggunakan prinsip dasar perbedaan massa sampel sebelum dan sesudah dilakukan pemanasan. Kadar air dihitung dengan membagi selisih massa sampel sebelum dan sesudah dipanaskan. Pemanasan dilakukan pada suhu 110^o C (Herlina dan Hendra, 2002).

2.7 Hipotesis

Berdasarkan tinjauan pustaka yang diperoleh maka hipotesis yang dapat diajukan:

- a. Ukuran butiran zeolit dan tekanan filtrasi berpengaruh terhadap proses adsorpsi asam lemak bebas pada minyak jarak. Adsorpsi asam lemak bebas meningkat dengan ukuran butiran yang kecil dan semakin kecil dengan tekanan yang meningkat.
- b. Ukuran butiran zeolit dan tekanan filtrasi berpengaruh terhadap proses adsorpsi air pada minyak jarak. Adsorpsi air semakin besar dengan ukuran butiran yang kecil dan menurun dengan adanya peningkatan tekanan.

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Malang, selama lima bulan, dimulai bulan Oktober 2008 sampai dengan bulan Februari 2009.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Sampel Penelitian

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak jarak pagar (*Jatropha curcas L.*) yang diperoleh dari Balai Penelitian Tanaman dan Serat di Malang. Biji jarak yang diekstrak didapatkan dari perkebunan tanaman jarak pagar di Muktiharjo Pati Jawa Tengah.

3.2.2. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zeolit, akuades, kitosan, larutan asam asetat, larutan asam oksalat, larutan NaOH, minyak jarak, etanol 96% teknis, glutaraldehid 4% dan indikator pp 1%.

3.2.3. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan zeolit dengan ukuran 40 mesh; 60 mesh; 80 mesh; 100 mesh; dan 120 mesh, tabung filtrasi, *ultrasonic cleaner*, kompresor, pipa U, oven, kawat kasa, botol akuades, alat pencetak zeolit (mesin press pelet), *shaker*, *stirer*, loyang plastik, neraca digital, dan alat-alat gelas lainnya.

3.3. Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap meliputi

- 1.1 Preparasi membran
 - a) Preparasi zeolit sebagai support material
 - b) Pembuatan *dope* kitosan
 - c) Pencetakan membran zeolit-kitosan

- 2.1 Proses filtrasi minyak jarak
- 3.1 Uji sifat kimia
 - a) Bilangan asam awal dan akhir
 - b) Kadar air awal dan akhir
- 4.1 Analisa data
 - a) Pengaruh tekanan filtrasi dan ukuran butiran zeolit terhadap penurunan bilangan asam dalam minyak jarak
 - b) Pengaruh tekanan filtrasi dan ukuran butiran zeolit terhadap penurunan kadar air dalam minyak jarak

3.4. Cara Kerja Penelitian

3.4.1. Preparasi Membran

3.4.1.1. Preparasi Zeolit Sebagai *Support Material*

Mineral zeolit diayak dengan variasi ukuran 0,33 mm, 0,21 mm, 0,16 mm, dan 0,14 mm. Ukuran ini sudah dikonversikan dari ukuran mesh. Mineral zeolit ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 40 mesh. Zeolit yang lolos pada ayakan pertama ini diayak menggunakan ayakan 60 mesh, dimana zeolit yang tertahan pada ayakan 60 mesh merupakan zeolit dengan ukuran butiran 0,33 mm. Kemudian zeolit yang lolos pada ayakan 60 mesh diayak lagi dengan menggunakan ayakan berukuran 80 mesh sehingga zeolit yang tertahan pada ayakan 80 mesh merupakan ukuran 0,21 mm. Selanjutnya zeolit yang lolos pada ayakan 80 mesh diayak lagi dengan ayakan 100 mesh. Zeolit yang tertahan pada ayakan 100 mesh berukuran 0,16 mm. Zeolit yang lolos pada ayakan 100 mesh diayak lagi dengan ayakan ukuran 120 mesh sehingga zeolit yang tertahan pada ayakan 120 mesh berukuran 0,14 mm. Setelah didapatkan zeolit dengan berbagai variasi ukuran, zeolit dicuci dengan akuades dan dimasukkan dalam *ultrasonic cleaner* selama 5 menit. Kemudian dikeringkan pada suhu 110⁰C selama ± 24 jam.

3.4.1.2. Pembuatan *Dope Kitosan*

Butiran kitosan sebanyak 0,25 g dilarutkan dalam 24,5 mL larutan asam asetat 2% untuk mendapatkan *dope kitosan* 1%. *Magnetic stirrer* dimasukkan kedalam gelas beaker dan stirrer

dihidupkan selama kurang lebih 1 jam. Kemudian *dope* kitosan yang sudah bening ditambahkan glutaraldehid 4% sebanyak 0,5 mL.

3.4.1.3. Pencetakan Membran Zeolit-Kitosan

Zeolit dengan berbagai ukuran butiran yang telah dicuci, ditimbang sebanyak 6 g. Kemudian dicampurkan dengan 3 mL *dope* kitosan dan diaduk hingga homogen dan terbentuk pasta. Pasta ini dituangkan di atas matras dan diatur sehingga permukaannya rata agar tidak ada lubang pada membran yang terbentuk. Matras yang telah berisi pasta campuran zeolit-kitosan di-*press* menggunakan mesin *press* dengan tekanan 120 kN selama 10 menit. Membran yang terbentuk dikeringkan pada suhu 110 °C selama 1 hari.

3.4.2. Proses Filtrasi minyak jarak

3.4.2.1. Penentuan bilangan asam awal dan akhir

Kandungan asam lemak bebas di dalam minyak jarak ditentukan sebagai bilangan asam. Sampel (2 g) dimasukkan kedalam erlenmeyer, lalu ditambahkan alkohol 96% (25 ml). Setelah ditambahkan indikator fenolftalein (3 tetes), sampel dititrasi dengan KOH 0.1 N hingga tampak warna merah muda yang stabil. Sebagai pembanding, sebuah blanko dipersiapkan melalui prosedur yang sama. Volume KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas merupakan selisih antara volume KOH untuk titrasi sampel dan blanko.

$$\text{Bilangan asam} = \frac{V \times N \times Mr_{\text{KOH}}}{w}$$

Dimana: V = Volume KOH (ml) – Volume titrasi blanko (ml)
 N = Normalitas KOH (mg/ml)
 w = berat sampel (g)

Untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas minyak jarak pagar setelah melalui proses filtrasi dapat dilakukan dengan prosedur yang sama.

3.4.2.2. Uji kadar air awal dan akhir

Berdasarkan pada keterbatasan alat dan sedikitnya jumlah sampel, maka metode penentuan kadar air dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri. Cawan penguap yang kosong dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C agar bebas dari air yang mungkin masih ada dalam cawan penguap. Setelah dikeluarkan dari oven, cawan diletakkan di dalam desikator kemudian ditimbang sampai berat konstan. Setelah itu, sampel minyak dimasukkan ke dalam cawan penguap sebanyak 1-2 g dan diletakkan di dalam oven pada suhu 110 °C selama 4 jam, dan ditimbang sampai didapatkan berat konstan. Kadar air dalam sampel dapat dihitung dengan rumus (Sudarmadji, 1989):

$$\text{Kadar air} = \frac{A - F}{A} \times 100\%$$

Dimana A = Berat sampel sebelum dikeringkan

F = Berat sampel setelah pengeringan

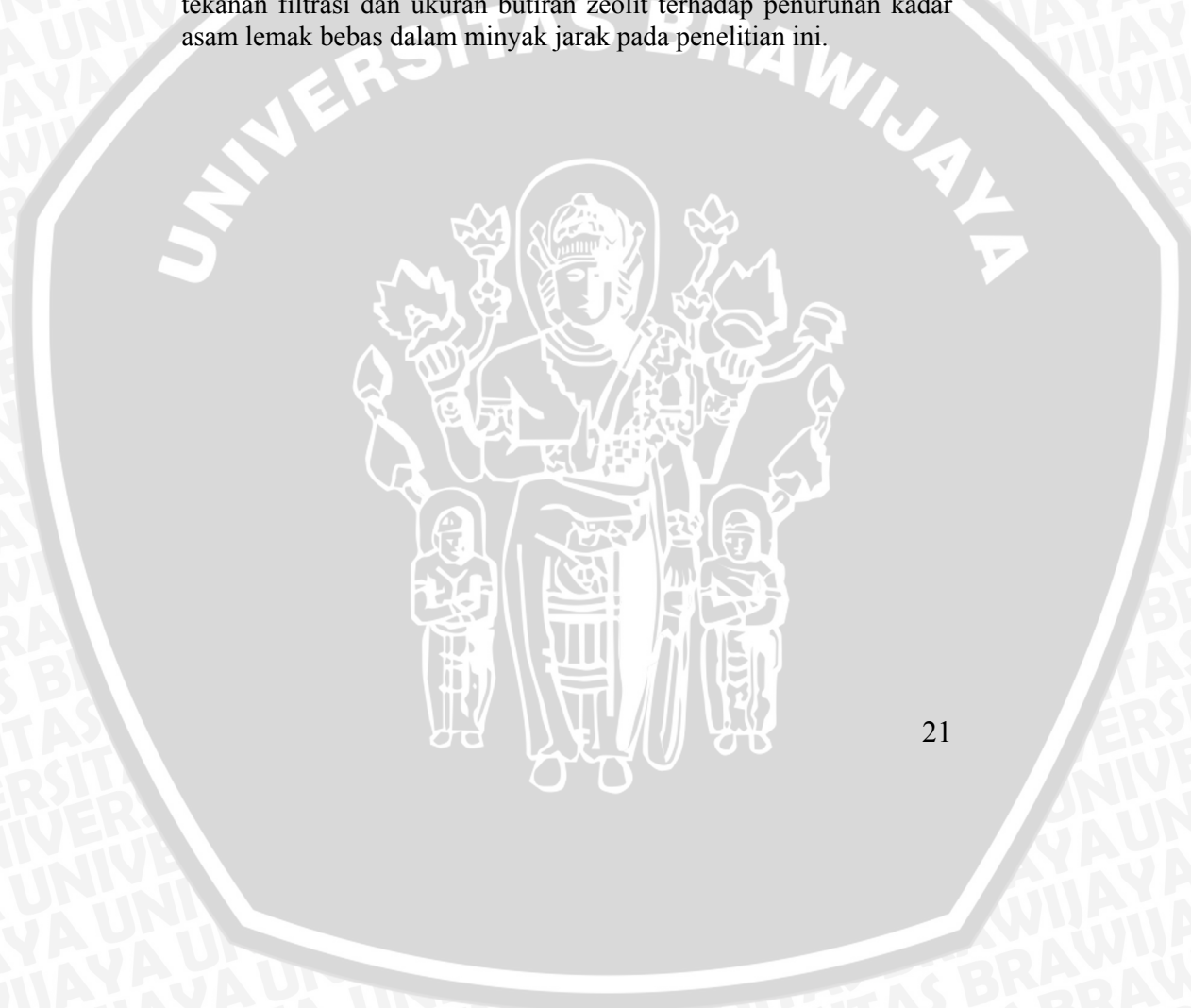
3.5. Pengolahan Data

3.5.1. Pengaruh Ukuran Butiran Zeolit dan Tekanan Filtrasi terhadap Perubahan Kadar Air

Penentuan perubahan kadar air dilakukan dengan menghitung kadar air minyak sebelum difiltrasi oleh membran zeolit-kitosan kemudian dibandingkan dengan kadar air minyak setelah difiltrasi. Dari kedua nilai ini akan terlihat perubahan kadar air awal dan akhir yang dinyatakan dalam % penurunan kadar air. Apabila hasil penelitian menunjukkan penurunan kadar air dalam minyak jarak, maka membran zeolit-kitosan dapat dikatakan berhasil menurunkan kadar air dalam minyak jarak. Kemudian dibuat grafik hubungan antara tekanan filtrasi (sebagai sumbu x) terhadap % penurunan kadar air (sebagai sumbu y). dalam grafik ini juga terdapat beberapa seri ukuran butiran zeolit, sehingga dapat terlihat pengaruh tekanan filtrasi dan ukuran butiran zeolit terhadap penurunan kadar air dalam minyak jarak pada penelitian ini.

3.5.2. Pengaruh Ukuran Butiran Zeolit dan Tekanan Filtrasi terhadap Perubahan Bilangan Asam

Untuk mengetahui pengaruh tekanan filtrasi dan ukuran butiran terhadap penurunan bilangan asam dalam minyak jarak yang terlebih dahulu ditentukan perubahan kandungan asam lemak bebas dengan menghitung besarnya bilangan asam awal sebelum difiltrasi oleh membran zeolit-kitosan kemudian dibandingkan dengan bilangan asam minyak setelah difiltrasi. Dari kedua nilai ini terlihat perubahan nilai bilangan asam minyak awal dan akhir yang dinyatakan dalam % penurunan bilangan asam. Apabila hasil penelitian menunjukkan penurunan bilangan asam setelah difiltrasi, maka membran dapat dikatakan berhasil menurunkan kadar asam lemak bebas dalam minyak jarak. Kemudian dibuat grafik hubungan antara tekanan filtrasi (sebagai sumbu x) terhadap % penurunan bilangan asam (sebagai sumbu y) dimana dalam grafik ini terdapat beberapa seri ukuran butiran zeolit, sehingga dapat terlihat pengaruh tekanan filtrasi dan ukuran butiran zeolit terhadap penurunan kadar asam lemak bebas dalam minyak jarak pada penelitian ini.



BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

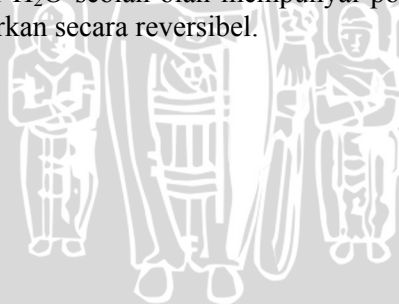
4.1 Pembuatan Membran Zeolit-Kitosan

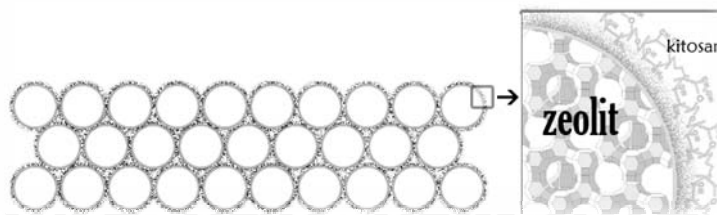
Membran zeolit-kitosan tersusun dari zeolit yang dilapisi dengan kitosan. Berdasarkan struktur dan prinsip pemisahannya, membran zeolit-kitosan ini dapat digolongkan sebagai membran berpori. Menurut Mulder (1996), membran jenis ini memiliki ruang terbuka atau ruang kosong, terdapat berbagai macam jenis pori dalam membran. Variasi ukuran butiran zeolit berfungsi untuk mengetahui pengaruh ukuran butiran terhadap selektifitas membran dalam proses pemurnian minyak jarak.

Tahapan optimasi awal diperlukan untuk memperoleh membran yang dapat digunakan untuk proses pemisahan asam lemak bebas dan air pada minyak jarak. Optimasi awal meliputi variasi massa zeolit, variasi waktu pencetakan, variasi tekanan mesin press dan variasi volume kitosan. Dari optimasi ini diperoleh massa zeolit minimum untuk dibuat membran adalah 6 g dan 3 mL *dope* kitosan 1% dengan waktu pencetakan selama 10 menit dan tekanan mesin press sebesar 120 kN.

Pada proses pembuatan membran, zeolit dicampur dengan *dope* kitosan membentuk pasta. Kitosan berfungsi sebagai pelapis dan perekat antara molekul zeolit yang satu dengan yang lain sehingga dapat memperkuat membran yang terbentuk. Selain itu kitosan juga berperan mengikat asam lemak bebas dan air yang ada di dalam minyak jarak dengan adanya gugus fungsional pada rantai cincin polimernya.

Sebelum digunakan untuk proses filtrasi, membran dikeringkan di dalam oven pada suhu 110 °C. Perlakuan ini biasa disebut dengan dehidrasi yang bertujuan untuk mempertinggi aktivitas dari zeolit dalam penggunaannya sebagai penyerap atau adsorben. Setelah proses dehidrasi, air pada pori-pori zeolit dapat teruapkan. Disini molekul H₂O seolah-olah mempunyai posisi yang spesifik dan dapat dikeluarkan secara reversibel.



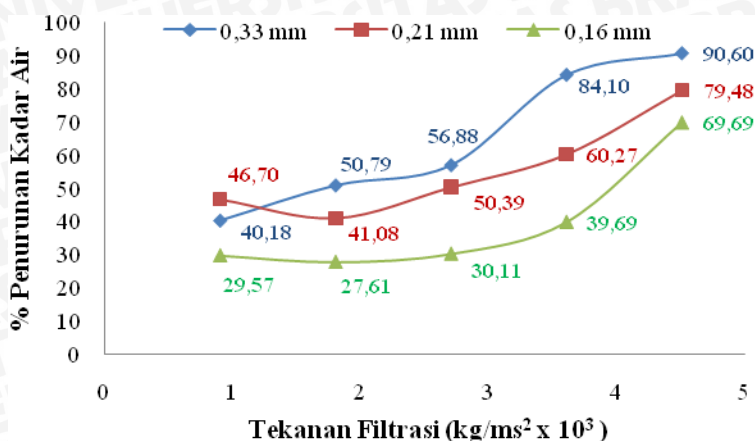


Gambar 4.1 Membran Zeolit-Kitosan

4.2 Pengaruh Ukuran Butiran Zeolit Dan Tekanan Filtrasi Terhadap Perubahan Kadar Air

Zeolit pada membran zeolit-kitosan berfungsi sebagai adsorben. Potensi zeolit sebagai adsorben ini dikarenakan oleh porositas dan polaritasnya. Porositas yang dimiliki zeolit menyebabkan zeolit hanya dapat menjebak atau menyerap molekul dengan ukuran tertentu, yaitu molekul dengan ukuran lebih kecil atau sama dengan ukuran porinya. Molekul dengan ukuran besar sulit dapat masuk ke dalam pori atau ruang-ruang yang terdapat dalam zeolit jika ukuran porinya lebih kecil dibanding molekulnya. Molekul dengan ukuran kecil lebih mudah melakukan penetrasi ke dalam pori. Jari-jari molekul asam lemak bebas (asam oleat) dan air berturut-turut adalah $11,19 \text{ \AA}$ dan $0,74 \text{ \AA}$, sedangkan jari-jari pori zeolit alam Turen ini adalah sebesar $11,97 \text{ \AA}$. Ukuran molekul erat kaitannya dengan bentuk geometri molekul, sehingga bentuk molekul juga berpengaruh terhadap adsorpsi. Sedangkan polaritas zeolit berfungsi untuk menarik molekul yang memiliki polaritas yang hampir sama dengan polaritasnya. Dengan prinsip inilah zeolit mampu menjebak atau menyerap asam lemak bebas dan air pada minyak jarak, dimana asam lemak bebas merupakan senyawa yang memiliki gugus polar dan air merupakan senyawa polar yang memiliki ukuran dan bentuk molekul lebih kecil atau sesuai dengan pori-pori pada zeolit. Namun, kemampuan adsorpsi dari zeolit ini dapat berkurang akibat adanya minyak, olefin dan diolefin. Molekul minyak, olefin dan diolefin yang bersifat nonpolar menyebabkan polaritas dari zeolit menjadi terganggu. Oleh karena itu dalam

membran zeolit-kitosan, efek dari kitosan menjadi lebih terlihat dalam menyerap air dan asam lemak bebas.



Gambar 4.2 Pengaruh Ukuran Butiran Zeolit dan Tekanan Filtrasi Terhadap Perubahan Kadar Air

Gambar 4.2 menunjukkan kecenderungan berkurangnya prosentase penurunan kadar air sebanding dengan kecilnya ukuran butiran zeolit. Pada umumnya semakin kecil ukuran butiran maka luas permukaan menjadi semakin besar dan pori membran yang terbentuk menjadi lebih kecil, sehingga selektifitas membran menjadi lebih baik. Namun data hasil penelitian tidak menunjukkan hal tersebut. Ada beberapa hal yang diduga menjadi penyebab terjadinya fenomena ini. Pertama, ukuran butiran zeolit berpengaruh terhadap komposisi kitosan yang melapisi butiran zeolit. Zeolit dengan ukuran butiran kecil memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan zeolit yang memiliki ukuran butiran besar. Sehingga dibutuhkan *dope* kitosan dengan volume tertentu yang cukup untuk melapisi semua permukaan dari butiran zeolit tersebut. Sedangkan pada penelitian ini, volume kitosan yang ditambahkan dibuat sama untuk semua ukuran butiran zeolit, memungkinkan tidak terlapisnya semua butiran zeolit dengan ukuran yang lebih kecil karena luas permukaannya lebih besar. Jika pada membran zeolit-kitosan komposisi kitosan yang melapisi zeolit terlalu sedikit atau

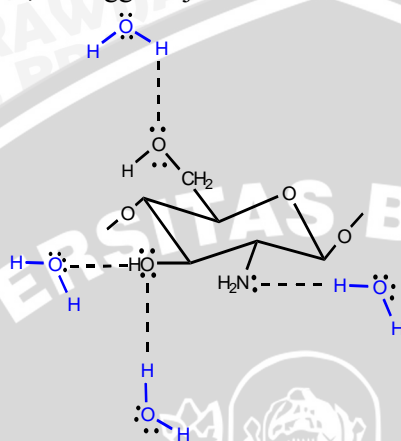
kurang, maka ada kemungkinan molekul air kontak dengan butiran zeolit yang tidak terlapisi oleh kitosan. Hal ini menyebabkan jumlah air yang dapat terikat menjadi berkurang. Pada ukuran butiran yang lebih besar, luas permukaannya lebih kecil sehingga dengan volume *dope* kitosan yang tetap sama, maka butiran zeolit akan lebih terlapisi secara keseluruhan.

Ukuran butiran zeolit juga berpengaruh pada pori membran yang terbentuk. Jika ukuran butirannya besar maka pori membran yang dibentuk juga besar. Sebaliknya, jika ukuran butiran zeolit kecil maka pori membran yang terbentuk juga kecil. Semakin kecil pori membran menyebabkan semakin sedikit kitosan yang berada pada pori tersebut karena ruang yang tersedia semakin sempit. Dengan berkurangnya komposisi kitosan pada pori membran menyebabkan berkurangnya gugus amino dan hidroksil yang berfungsi mengikat air pada minyak jarak. Selain itu, sempitnya celah antara molekul zeolit menyebabkan kemampuan *swelling* dari kitosan mengalami keterbatasan. Jika derajat *swelling* terbatas, maka hanya sedikit air yang dapat terikat oleh kitosan tersebut.

Namun terlihat sedikit perbedaan pada membran dengan ukuran butiran zeolit 0,21 mm pada tekanan $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$. Prosentase penurunan kadar air pada membran ini berada diatas prosentase penurunan kadar air pada membran 0,33 mm pada tekanan yang sama. Hal ini disebabkan adanya perbedaan homogenitas antara membran yang satu dengan membran yang lain. Dengan perbedaan rentang ukuran pori sebesar 0,08 mm menyebabkan berkurangnya homogenitas dari membran. Membran yang tidak homogen ini menyebabkan distribusi ukuran pori antara satu membran dengan membran yang lain menjadi tidak sama meskipun berada pada rentang ukuran butiran yang sama. Sehingga komposisi kitosan yang ada dalam membran zeolit-kitosan juga ikut terpengaruh. Perbedaan komposisi kitosan menyebabkan kemampuan pengikatan molekul air menjadi berbeda pula.

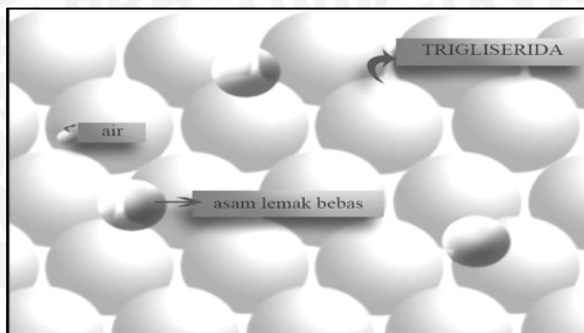
Gugus NH_2 , NH_3^+ dan gugus hidroksil pada kitosan memungkinkan terbentuknya ikatan hidrogen dengan molekul air. Gambar pembentukan ikatan hidrogen terlihat pada Gambar 4.3. Ikatan hidrogen yang terbentuk menyebabkan terjadinya *swelling* atau pengembangan pada molekul kitosan. Semakin banyak ikatan hidrogen yang terbentuk, maka semakin besar pula derajat *swelling* dari membran tersebut. Ikatan hidrogen merupakan ikatan yang

dibentuk oleh adanya interaksi antara atom hidrogen yang terikat secara kovalen pada atom atau unsur yang elektronegatif dengan atom elektronegatif yang memiliki pasangan elektron bebas seperti N, O dan F. Dengan kata lain, ikatan hidrogen terjadi apabila atom hidrogen terikat oleh dua atom yang memiliki keelektronegatifan yang tinggi minimal 3 seperti N, O dan F (elektronegatifitas masing-masing adalah 3 ; 3,5; dan 4). Adanya pasangan elektron bebas pada atom N, O dan F mempengaruhi inti atom hidrogen sehingga atom hidrogen dapat tertarik mendekat. Selain itu, ukuran atom hidrogen yang relatif kecil menyebabkan atom H mudah menempati kedudukan yang sangat dekat dengan pasangan elektron bebas dari atom elektronegatif, sehingga terjadi tarikan elektrostatik yang kuat.



Gambar 4.3 Pembentukan Ikatan Hidrogen

Pengaruh tekanan terhadap penurunan kadar air, berbeda dengan pengaruh tekanan terhadap penurunan bilangan asam. Pada Gambar 4.2 terlihat bahwa secara garis besar prosentase penurunan kadar air meningkat dengan ditambahnya tekanan filtrasi. Air yang berada dalam minyak merupakan air dalam keadaan bebas dengan jumlah yang relatif sangat sedikit yaitu sekitar 0,5 – 1%. Dengan demikian dapat diduga bahwa molekul air dalam minyak jarak berada ditengah-tengah atau diselimuti oleh molekul-molekul trigliserida yang berukuran lebih besar seperti terlihat pada Gambar 4.4. Hal ini menyebabkan kemampuan zeolit untuk menyerap air berdasarkan kepolarannya menjadi terganggu.



Gambar 4.4 Perbandingan ukuran molekul air, asam lemak bebas dan trigliserida

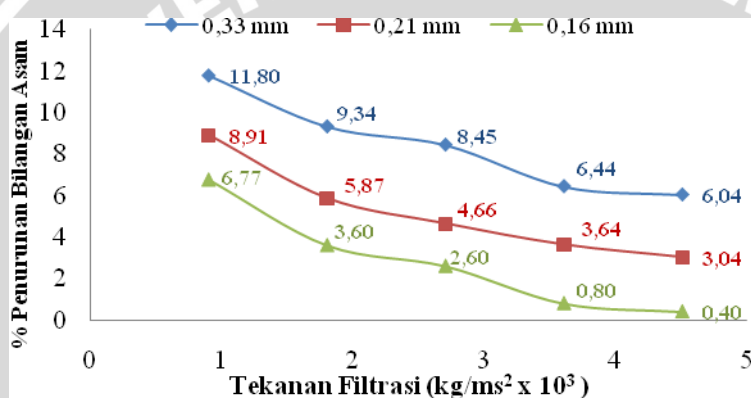
Pada tekanan paling rendah ($0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$), molekul air yang diselubungi oleh molekul-molekul trigliserida tidak semuanya dapat keluar dari kerumunan molekul trigliserida. Sedangkan molekul asam lemak bebas yang jumlahnya lebih banyak dari molekul air menjadi lebih leluasa untuk teradsorpsi oleh zeolit maupun terikat oleh kitosan. Namun ketika tekanan ditingkatkan, waktu kontak antara asam lemak bebas dengan zeolit menjadi kurang maksimal sehingga tidak terjadi kesetimbangan adsorpsi, dan asam lemak bebas yang seharusnya terjebak menjadi keluar melewati membran. Di sisi lain, dengan adanya tekanan atau gaya dorong yang semakin besar menyebabkan semakin banyak molekul air yang dapat terdorong keluar dari selimutnya. Hal ini menyebabkan jumlah air yang diadsorpsi zeolit maupun membentuk ikatan hidrogen dengan kitosan menjadi lebih banyak. Selain itu molekul air lebih kecil ukurannya dan lebih polar daripada molekul asam lemak bebas, sehingga zeolit lebih memilih untuk mengadsorpsi molekul air. Hal ini menunjukkan bahwa air tidak saja membentuk ikatan hidrogen dan menyebabkan *swelling* terhadap kitosan, namun juga diadsorpsi oleh zeolit berdasarkan sifat kepolarannya. Kecenderungan ini sesuai dengan prinsip *like dissolve like*. Molekul air yang teradsorpsi dan berikatan dengan zeolit berdasarkan sifat kepolarannya menyebabkan interaksi antara zeolit dengan air menjadi lebih kuat dibandingkan dengan interaksi antara zeolit dengan molekul asam lemak bebas yang tingkat kepolarannya lebih rendah daripada kepolaran air sehingga dengan adanya tekanan yang tinggi, molekul air yang teradsorpsi tidak mudah terlepas lagi. Kepolaran dan ukuran molekul yang dimiliki air yang menyebabkan kadar air dalam minyak jarak

menjadi lebih mudah untuk dikurangi (mencapai 90%) jika dibandingkan dengan penurunan bilangan asam yang hanya mencapai 11,80%.

Ikatan hidrogen yang terbentuk antara O-H---N adalah ikatan yang kuat, karena atom H terikat pada atom O yang lebih elektronegatif sehingga atom H lebih elektropositif. Sedangkan atom N yang kurang elektronegatif dibandingkan dengan atom O memudahkan pendonoran pasangan elektron bebas yang dimilikinya ke atom lain. Kombinasi ini menyebabkan ikatan hidrogen yang terbentuk menjadi cukup kuat dengan energi sekitar 7 kkal/mol (Fessenden and Fessenden, 1994).

4.3 Pengaruh Tekanan Filtrasi Dan Ukuran Butiran Zeolit Terhadap Perubahan Bilangan Asam

Data yang diperoleh dari hasil penelitian menunjukkan bahwa terjadi perubahan bilangan asam setelah melalui proses filtrasi. Kandungan asam lemak bebas pada minyak jarak mengalami penurunan yang ditandai dengan menurunnya bilangan asam seperti ditunjukkan pada gambar 4.5.



Gambar 4.5 Pengaruh Tekanan Filtrasi dan Ukuran Butiran Terhadap Perubahan Bilangan Asam

Pada Gambar 4.5, terlihat bahwa semakin kecil ukuran butiran zeolit maka kemampuan membran zeolit-kitosan untuk mengurangi bilangan asam mengalami penurunan. Diduga ada beberapa aspek yang menyebabkan terjadinya fenomena ini. Aspek

pertama ditinjau dari komposisi kitosan yang terdapat pada membran tersebut. Seperti dijelaskan sebelumnya, zeolit dengan ukuran butiran kecil memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan zeolit yang memiliki ukuran butiran besar. Sehingga dibutuhkan *dope* kitosan dengan volume tertentu yang cukup untuk melapisi semua permukaan dari butiran zeolit tersebut. Hal ini memungkinkan tidak terlapisnya semua butiran zeolit dengan ukuran yang lebih kecil dengan volume *dope* kitosan yang tetap sama. Jika pada membran zeolit-kitosan komposisi kitosan yang melapisi zeolit terlalu sedikit atau kurang, maka ada kemungkinan molekul asam lemak bebas kontak dengan butiran zeolit yang tidak terlapisi oleh kitosan sehingga jumlah asam lemak bebas yang terikat menjadi berkurang. Pada ukuran butiran yang lebih besar, luas permukaannya lebih kecil sehingga dengan volume *dope* kitosan yang sama akan lebih terlapisi secara keseluruhan.

Aspek kedua yang diperkirakan menyebabkan penurunan selektifitas membran zeolit-kitosan pada ukuran butiran yang lebih kecil adalah pori membran yang terbentuk. Zeolit dengan ukuran butiran yang besar membentuk membran dengan pori membran yang besar pula. Demikian juga dengan ukuran butiran zeolit kecil membentuk pori membran yang kecil. Pori membran yang kecil berarti bahwa jarak antara butiran zeolit yang satu dengan yang lain menjadi semakin dekat. Sempitnya ruang atau pori membran yang dibentuk oleh zeolit dengan ukuran butiran kecil menyebabkan jumlah kitosan yang ada pada pori itu juga semakin sedikit. Sehingga kemampuan gugus amino yang berfungsi untuk mengikat asam lemak bebas menjadi berkurang. Hal ini menyebabkan selektifitas membran menurun.

Penelitian juga dilakukan pada ukuran butiran zeolit 0,14 mm, namun ukuran butiran ini terlalu kecil, sehingga minyak jarak tidak dapat melewati membran dengan tekanan $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2 - 3,6 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$. Minyak mulai dapat turun melewati membran dengan adanya tekanan sebesar $4,5 \text{ kg/m.s}^2$. Fenomena ini menunjukkan bahwa semakin kecil ukuran butiran zeolit menyebabkan semakin sedikit celah antar molekul zeolit sehingga minyak yang tersusun atas sebagian besar asam lemak yang memiliki ukuran molekul besar menjadi tidak dapat melewati membran. Dibutuhkan tekanan yang cukup tinggi untuk mendorong minyak melewati membran. Dengan kata lain, semakin kecil ukuran butiran

zeolit, maka semakin kecil pula pori membran yang terbentuk sehingga kemungkinan terjadinya penyumbatan pori (*fouling*) pada membran menjadi semakin besar.

Proses adsorpsi yang terjadi merupakan adsorpsi fisik dimana asam lemak bebas teradsorpsi melalui gaya *van der Waals*. Hal ini dapat diketahui berdasarkan sifat dari adsorpsi fisik yaitu proses adsorpsinya hanya dapat terjadi pada suhu di bawah titik didih adsorbat, sesuai dengan apa yang dilakukan pada penelitian ini yaitu pada suhu kamar 25°C yang berada jauh di bawah titik didih minyak jarak yaitu 260°C .

Mekanisme adsorpsi pada umumnya melibatkan tahap – tahap (Castellan, 1983):

1. difusi oleh reaktan pada permukaan adsorben
2. adsorpsi oleh reaktan pada permukaan adsorben
3. desorpsi produk
4. difusi produk dari permukaan

Berdasarkan tahapan mekanisme adsorpsi yang umum terjadi, maka dapat diperkirakan proses adsorpsi yang terjadi pada penelitian ini. Mula-mula minyak jarak berdifusi melalui pori membran, asam lemak bebas yang terdapat di dalam minyak jarak keluar dari kerumunan molekul trigliserida dengan bantuan tekanan. Kemudian dengan sifatnya yang polar, molekul asam lemak bebas tertarik dengan zeolit dan kitosan yang juga bersifat polar. Zeolit akan mengadsorpsi asam lemak bebas dengan gaya *van der Waals* dan dengan sifatnya sebagai *molecular sieving* zeolit akan menyaring atau menyeleksi asam lemak bebas sehingga hanya molekul asam lemak bebas yang memiliki ukuran yang sama atau lebih kecil dari ukuran pori zeolit dan yang memiliki orientasi yang sama dengan pori zeolit dapat teradsorpsi. Sedangkan kitosan akan mengikat asam lemak bebas dengan adanya gugus amino pada rantai polimernya. Selanjutnya, molekul-molekul asam lemak bebas dan komponen lain dalam minyak jarak yang tidak terjebak pada pori zeolit dan tidak terikat oleh kitosan akan keluar dari membran melalui pori membran dengan jalan berdifusi. Molekul asam lemak bebas dapat teradsorpsi oleh membran zeolit-kitosan karena memiliki gugus polar, sedangkan molekul minyak jarak yang sebagian besar tersusun atas molekul trigliserida dengan sifat nonpolar akan ditolak oleh membran yang bersifat polar, sehingga dapat keluar melewati celah-celah membran.

Pada penelitian ini juga dipelajari pengaruh tekanan terhadap selektifitas membran zeolit-kitosan. Pada Gambar 4.5 dapat dikatakan bahwa semakin besar tekanan filtrasi, maka prosentase penurunan bilangan asam menjadi semakin kecil. Hal ini terjadi karena adanya tekanan menyebabkan mekanisme adsorpsi akan terjadi dalam waktu yang lebih singkat. Semakin besar tekanan pada saat proses filtrasi berarti bahwa semakin besar gaya dorong reaktan melalui membran sehingga semakin singkat pula waktu kontak antara minyak jarak dengan membran. Berkurangnya waktu kontak antara asam lemak bebas dengan zeolit dan kitosan mengakibatkan proses adsorpsi menjadi kurang maksimal. Waktu kontak yang lebih lama memungkinkan proses difusi dan penempelan molekul adsorbat berlangsung lebih baik sehingga proses adsorpsi lebih maksimal. Selain itu, adsorpsi asam lemak bebas yang terjadi adalah adsorpsi fisik melalui gaya *van der Waals* sehingga ikatan yang terbentuk antara molekul asam lemak bebas dengan zeolit dan kitosan tidak cukup kuat. Dengan adanya peningkatan tekanan, maka molekul asam lemak bebas yang telah teradsorpsi menjadi terdorong dan terlepas dari adsorbatnya.

Aspek lain yang diduga mempengaruhi penurunan adsorpsi asam lemak bebas dengan meningkatnya tekanan adalah adanya kompetisi antara molekul asam lemak bebas dengan molekul air. Seperti yang terlihat pada Gambar 4.2, adsorpsi air meningkat seiring dengan naiknya tekanan. Jika Gambar 4.2 dan 4.4 dibandingkan, maka akan terlihat bahwa prosentase penurunan kadar air meningkat seiring dengan menurunnya prosentase penurunan bilangan asam. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi kompetisi antara air dan asam lemak bebas untuk dapat diadsorpsi oleh membran. Molekul air yang lebih kecil dan lebih bersifat polar dibandingkan dengan molekul asam lemak bebas menyebabkan air lebih mudah untuk teradsorpsi oleh zeolit dan terikat oleh kitosan membentuk ikatan hidrogen.

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa ukuran butiran zeolit dan tekanan filtrasi berpengaruh pada penurunan kadar air dan bilangan asam dalam minyak jarak. Selektifitas membran zeolit-kitosan berkurang pada ukuran butiran zeolit lebih kecil dan tekanan filtrasi yang lebih besar. Penurunan bilangan asam dan kadar air optimum pada ukuran butiran zeolit 0,33 mm. Sedangkan tekanan filtrasi yang optimum untuk menurunkan bilangan asam dan kadar air diperoleh pada tekanan filtrasi yang berbeda, dimana penurunan bilangan asam optimum pada tekanan $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ dan penurunan kadar air optimum pada tekanan filtrasi $4,5 \text{ kg/m.s}^2$. Tingkat keberhasilan penurunan bilangan asam mencapai 11,80%, dan untuk penurunan kadar air mencapai 90,60%. Prosentase penurunan asam lemak bebas dan kadar air dalam minyak jarak adalah per 6 g zeolit dan 3 mL *dope* kitosan 1%, dengan diameter membran sebesar 6 cm dan ketebalan $\pm 1,05 \text{ mm}$.

5.2. Saran

Adsorpsi sangat ditentukan oleh sifat adsorben, sehingga perlu dilakukan penelitian lanjut mengenai komposisi optimum membran zeolit-kitosan serta sifat homogenitas dari membran tersebut agar diperoleh tingkat keberhasilan penurunan kadar air dan bilangan asam pada minyak jarak pagar lebih maksimal. Selain itu perlu ditinjau kembali metode analisa kadar air pada minyak jarak pagar agar diperoleh hasil yang lebih akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2008, **Zeolit**, artikel dari <http://www.chem-is-try.org>
- Anonymous^a, 2008, **What is Zeolite?**, artikel dari <http://www.stcloudmining.com/what-is-zeolite.html>
- Anonymous^b, 2008, **Karl Fischer Titration Basic**, EMD Chemicals Inc., Gibbston, New York, diakses dari <http://www.emdchemicals.com>
- ASTM D-95, 2008, **Standard Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation**, diakses dari <http://www.petroleum-standards.html>
- Binkley, 1971, **The Merck Index**, Merck and Co., New Jersey
- Castellan G.M., 1983, **Physical Chemistry, 5th edition**, Mc. Graw Hill Book Company, Singapore , pp:867-868
- Chandrasekaran R., 1992, **Frontiers in Carbohydrate Research-2**, Elsevier Applied Science, London
- Considine, D.M., and Considine, 1989, **Encyclopedia of Chemistry**, Fourth Edition, Van Nostrand and Reinhold Company New York.
- Davis, M. E., 1992, **Zeolite and Molecular Sieve, not just ordinary catalyst**, Ind. Eng. Chem. Press. Vol. 30, No: 8, 1967-7968
- Fessenden, R.J. and J.S., Fessenden, 1994, **Kimia Organik**, diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H., Jilid 1, Ed. III, Erlangga, Jakarta.
- Flanigen, Edith M., 1980, **Molecular Sieve Zeolite Technology First Twenty-five Years.**, Pure & Application Chemistry vol.52, Pergamon Press Ltd., Tarrytown, New York, pp. 2191 - 2211
- Forson, F.K., E.K. Oduro, and E.H. Donkoh, 2004, **Performance of Jatropa Oil Blends in a Diesel Engine**, Technical note, Renewable Energy 29 : 1135-1145.

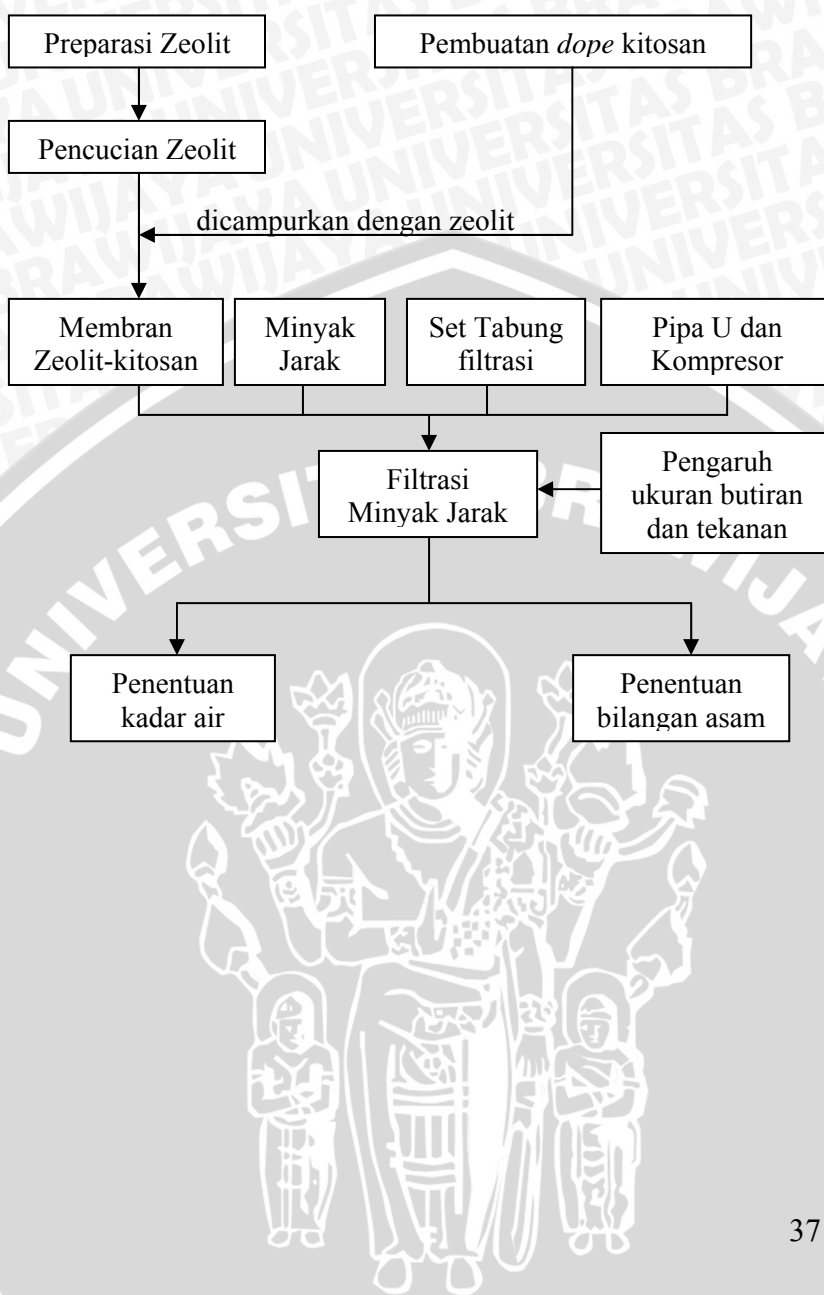
- Harimurti, Niken, 2007, **Pemanfaatan Teknologi Membran Dalam Proses Pemisahan Gum (Degumming) dari Minyak Jarak Pagar Kasar (Crude *Jatropha curcas L.* oil)**, Balai Besar penelitian dan Pengembangan Pascapanen Pertanian, Bogor
- Herlina, Netti, dan M. Hendra S. Ginting, 2002, **Lemak dan Minyak**, Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara, USU digital library
- Hidayat, Tatang., Djajeng Sumangat., dan Risfaheri, 2004, **Studi Proses Transesterifikasi Minyak Jarak Pagar(*Jatropha Curcas L.*)**, Balai Besar penelitian dan Pengembangan Pascapanen Pertanian, Bogor
- Hirano S., 1986, **Chitin and Chitosan**, Ulmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Republica of Germany, 5th ed., A 6:pp 231 – 232
- Kandpal, J. B. and M. Madan, 1995, ***Jatropha curcas* : a renewable source of energy for meeting future energy needs**, Technical note. Renewable Energy, 6 (2) : 159-160.
- Krajewska , B., 2001, **Diffusional Properties of Chitosan Hydrogel Membran**, Journal Chemical Technology Biotechnology 76: 636-642
- Leu M., 2003, **Application of Natural Zeolit in Holticulture and Environmental**, Supersorb Environmental, Australia <http://www.supersorb.com.au/PDF/zeolite.molecule.pdf>
- Lin, L., K.C., Rhee, S.S., Koseoglu, 1997, **Bench scale membran degumming of crude vegetable oil : Process optimization**, Journal of Membran Science 134, p. 101 – 108.
- Manjula, S and R., Subramanian, 2006, **Membran Technology in degumming, dewaxing, deacidifying and decolorization edible oils**. Critical Review in Food Science and Nutrition, 46, p. 569 – 592
- Mulder, M., 1996, **Basic Principles of Membran technology**, Kluwer Academic Publisher, London
- Nicholson, John W., 1997, **The Chemistry of Polymers, 2nd ed.**, The royal society of Chemistry Cambridge, United Kingdom

- Openshaw, K., 2000, **A Review of Jatropha curcas: an oil Plant of Unfulfilled Promise**, Biomass and bioenergy, 19 : 1-15.
- Othmer D.F., and Kirk, 1982, **Encyclopedia of Chemical Technology, Vol 15**, John Wiley and Sons Inc., New York pp. 638-651
- Pagliari, Cecilia, 2004, **Vegetable Oil Degumming With Polyimide and Polyvinylidene fluoride Ultrafiltration Membranes**, Journal of Chemical technology and Biotechnology 79, 148-152
- Pinto, A.C., L.L.N. Guarieiro, M.J.C. Rezende, N.M. Ribeiro, E.A. Torres, W.A. Lopes, P.A.P. Pereira, and J. B. de Andrade, 2005, **Biodiesel: An Overview**, J. Braz. Chem. Soc., 16 : (6B) : 1313-1330.
- Praswanto, Seno Aji, 2001, **Studi Pengaruh Perbandingan mol Si/P terhadap Fosfatasi Zeolit Alam Turen**, Skripsi FMIPA Kimia, Universitas Brawijaya, Malang
- Prayitno K.B., 1989, **Zeolit sebagai Industri Komoditi Mineral di Indonesia**, majalah BPPT No. XXXV, Bandung hal. 14-25
- Ribeiro R.F., Rodrigues, A.E., L.D., Rollman, and C., Naccache, 1984, **Zeolites: Science and Technology**, Martinus Nijhoff Publishers, Netherlands, pp. 3-12
- Rismana, Eriawan, 2003, *Serat Kitosan Mengikat Lemak*, <http://www.kompas.com/kompascetak.htm>, tanggal akses : 23 Oktober 2008
- Sangha, M.K., P.K. Gupta, V.K. Thapar, and S.R. Verma, 2005, **Storage Studies on Plant Oil and Their Methyl Esters**, College of Agricultural Engineering, Punjab Agricultural University, Ludhiana, India, <http://dspace.library.cornell.edu/bitstream.pdf>, tanggal akses 15 desember 2008
- Sathivel, Subramaniam and Witoon P., 2004, **Adsorption of FFA in Crude Catfish Oil onto Chitosan, Ativated Carbon, and Activated Earth: A Kinetics Study**, JAOCS 81 no. J10665, 493-496

- Sastiono A., 1991, **Karakterisasi mineral Zeolit dan Pemanfaatan diBidang Pertanian**, Jurnal Ilmu Pengetahuan Indonesia, hal 20-28
- Smart, L., and E., Moore, 1992, **Solid State Chemistry an Introduction**, 1st Edition, Chapman and Hall, london.
- Sudarmadji, 1989, **Analisa Bahan Makanan dari Pertanian**, Liberty, Jakarta
- Sudrajat R., D. Setiawan, Y. Widyawati, R. Ariatmi, dan Sahirman, 2006, **Permasalahan dalam teknologi Pengolahan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar**, Pusat Litbang Hasil Hutan, Bogor
- Suharman G., 2001, **Pembentukan Senyawa Kitosan oleh Ion Logam**, http://www.library.usu.ac.id/digital_library/kitosan
- Sujarwadi, 1997, **Sekilas tentang Zeolit**, Pusat Pengembangan Teknologi Mineral, Bandung
- Sutarti, 1994, **Zeolite**, Balai Penelitian Bandung, Bandung
- Suyartono P., dan Husaini, 1992, **Kegiatan Litbang Zeolit Indonesia**, Periode 1990-1991, Majalah Pertambangan dan Energi, Jakarta, hal 1041
- Tokura S., and N., Nishi, 1995, **Spesification and Characterization of Chitin and Chitosan**, Collection of working Papers, 28, University kebangsaan Malaysia 8; pp.67-78
- Treybal, R. E., 1980, **Mass Transfer Operations**, McGraw Hill Inc., New York
- Yuliani, Sri, A. Chairunisa, N. Harimurti, dan D. Sumangat, 2006, **Pemisahan Gum Dari Minyak Jarak dengan cara Penambahan Air dan Asam**, Balai Besar Penelitian dan pengembangan Pascapanen Pertanian, Akademi Kimia Analisis, Bogor

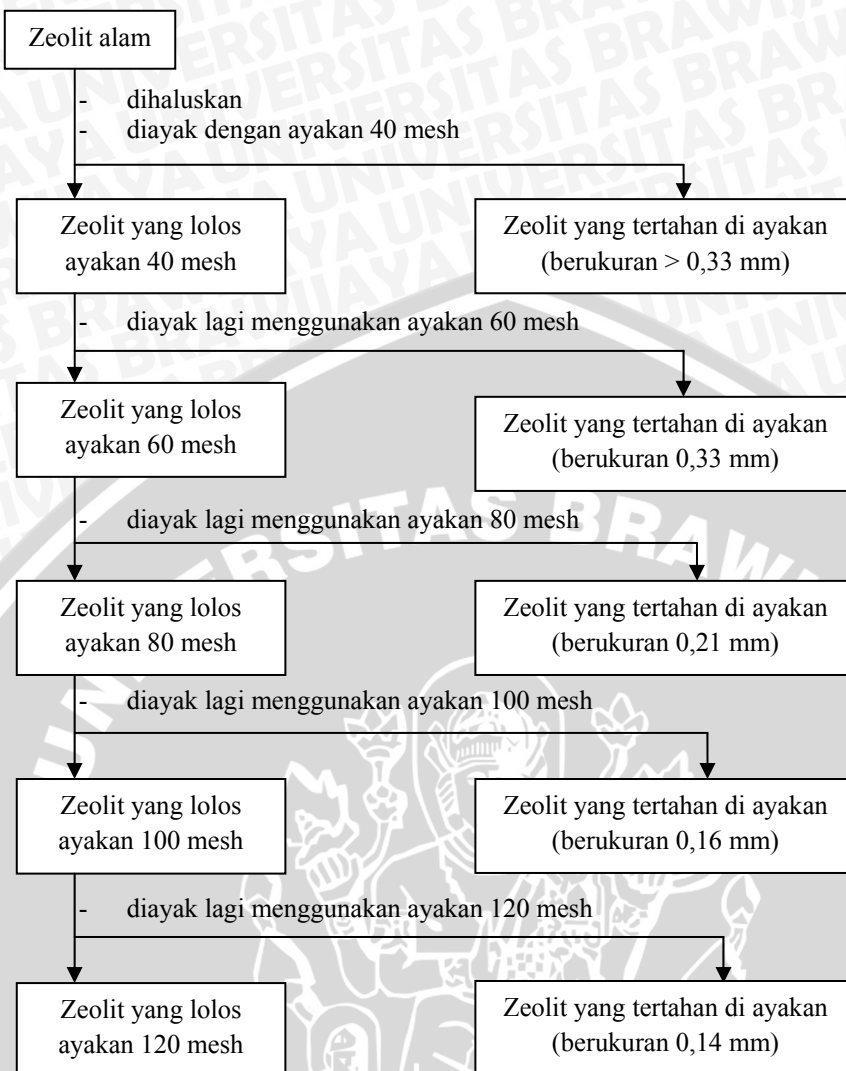
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian

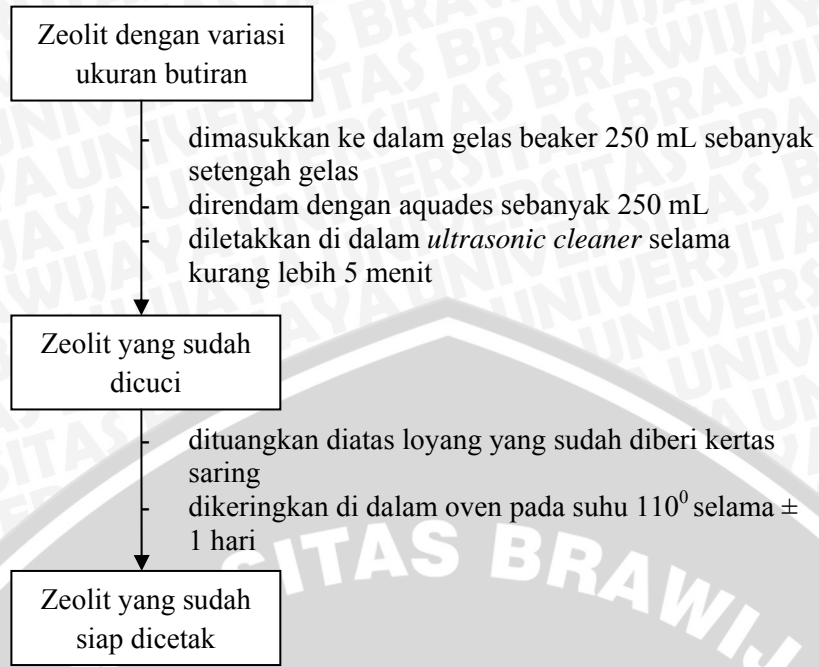


Lampiran 2. Preparasi Membran Zeolit-Kitosan

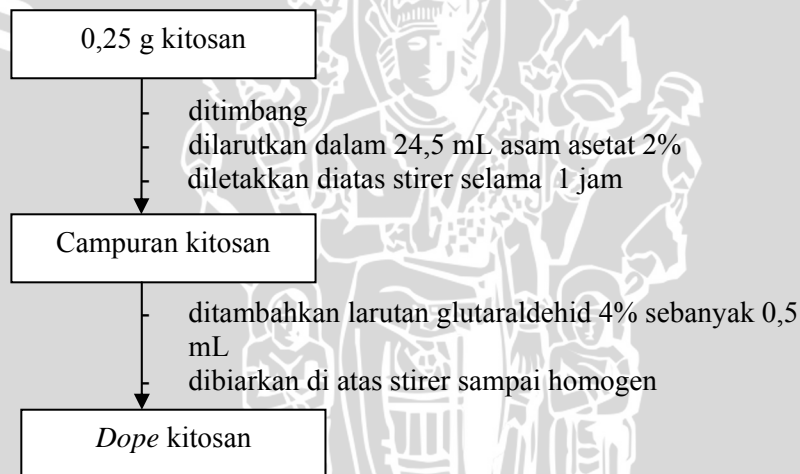
L.2.1 Variasi Ukuran Zeolit Alam



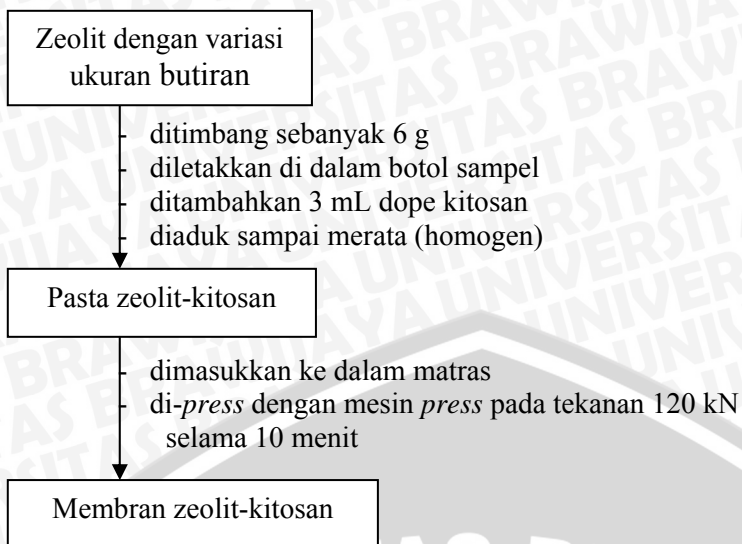
L.2.2 Pencucian Zeolit Alam



L.2.3 Pembuatan *Dope* Kitosan

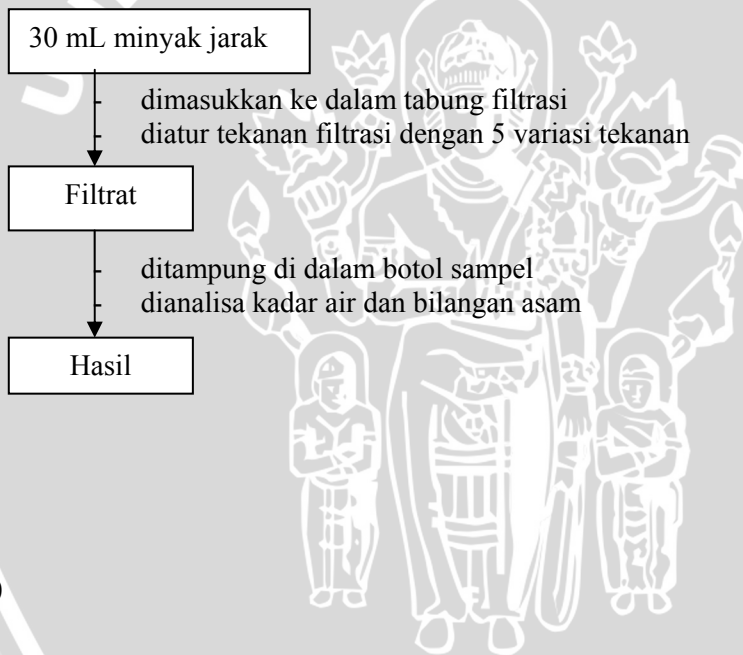


Lampiran 3. Pencetakan Membran Zeolit-Kitosan



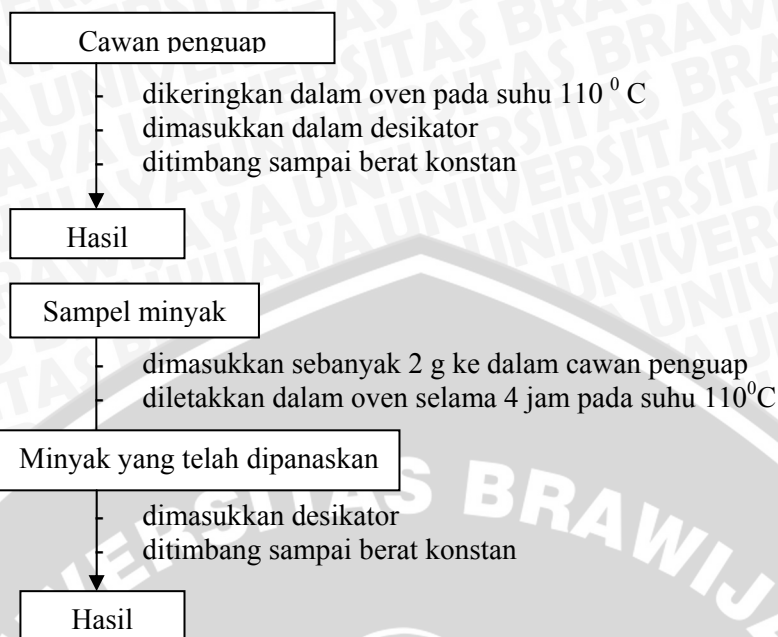
Lampiran 4. Proses Filtrasi

Filtrasi Minyak Jarak

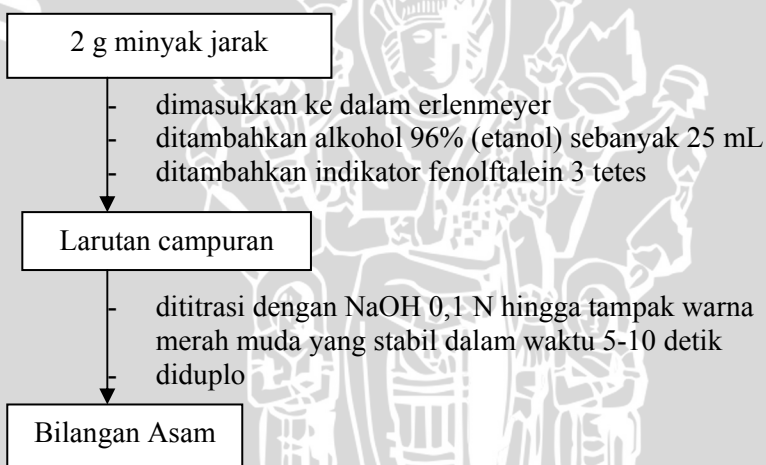


Lampiran 5. Analisa Sifat Kimia

L.5.1 Analisa Kadar Air dalam Minyak Jarak



L.5.2 Penentuan Bilangan Asam



Lampiran 6. Preparasi Larutan dan Pembakuan

L.6.1 Preparasi Larutan Asam Asetat 2% (CH_3COOH)

Larutan asam asetat 2% dibuat dengan cara mengambil larutan asam asetat glasial sebanyak 2 mL, menggunakan pipet ukur dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan aquades sampai tanda batas. Dikocok sampai homogen.

L.6.2 Preparasi Larutan Glutaraldehid 1%

Larutan glutaraldehid 25% diambil 4 mL, kemudian diletakkan di dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan menggunakan aquades sampai tanda batas. Dikocok sampai homogen.

L.6.3 Preparasi Larutan Indikator Fenolftalein 1 %

Larutan indikator fenolftalein 1 % dibuat dengan cara menimbang fenolftalein sebanyak 5 g, lalu dilarutkan dengan 30 mL etanol 96% dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditanda-bataskan dengan penambahan etanol 96%.

L.6.4 Preparasi Larutan NaOH 0,1 N

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ekivalen NaOH} = 1$$

$$\text{Mol ekivalen NaOH} = \text{mol NaOH}$$

Jadi massa NaOH yang dibutuhkan untuk membuat larutan NaOH 0,1 N adalah :

$$\begin{aligned} \text{Massa} &= \text{Mr} \times N_{\text{NaOH}} \times V \\ &= 40 \text{ g/mol} \times 0,1 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \\ &= 4 \text{ g} \end{aligned}$$

Larutan NaOH 0,1 N dibuat dengan cara menimbang padatan NaOH sebanyak 4 g, kemudian dilarutkan dengan aquades sebanyak 100 mL dalam beaker gelas 250 mL. Setelah semua padatan NaOH larut, larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 1 L, dan ditambahkan aquades sampai tanda batas.

L.6.5 Preparasi Larutan Asam Oksalat ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) 0,1 N

$$Mr C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O = 126,07 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ekivalen } C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O = 2$$

$$\text{Mol ekivalen } C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O = \text{mol } C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$$

Jadi massa $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ 0,1 N adalah :

$$\begin{aligned} \text{Massa} &= Mr \times N_{C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O} \times V \\ &= 126,07 \text{ g/mol} \times 0,1/2 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 0,63035 \text{ g} \end{aligned}$$

Dalam penelitian, massa $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ yang ditimbang adalah sebesar 0,6576 g, sehingga

$$\begin{aligned} \text{Normalitas } C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O &= \frac{\text{Massa reaktif}}{Mr \times V} \\ &= \frac{0,6576 \text{ gram} \times 2}{126,07 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} \times 0,1 \text{ L}} \\ &= 0,1043 \text{ N} \end{aligned}$$

Larutan asam oksalat 0,1 N dibuat dengan cara menimbang asam oksalat sebanyak 0,6576 g, lalu dilarutkan dengan 50 mL aquades dalam gelas beaker. Kemudian dipindahkan ke labu ukur 100 mL dan ditanda-bataskan dengan penambahan aquades. Sehingga didapat larutan asam oksalat dengan konsentrasi 0,1043 N.

L.6.6 Standarisasi Larutan NaOH 0,1 N

Standarisasi larutan NaOH alkoholis 0,1 N dilakukan dengan titrasi menggunakan asam oksalat 0,1043 N. Sebanyak 5 mL Larutan asam oksalat 0,1043 N dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan ditambah dengan 3 tetes indikator fenolftalein. Kemudian larutan tersebut dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N dan dicatat volume NaOH yang diperlukan. Dilakukan duplo, lalu dihitung Normalitas larutan NaOH :

$$\begin{aligned} \text{Ekiv } H_2C_2O_4 &= \text{Ekiv } NaOH \\ [H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O] &= [NaOH] \\ [N_{H_2C_2O_4} \cdot V_1] &= [N_{NaOH} \cdot V_2] \\ 0,1043 \text{ N} \times 5 \text{ mL} &= [NaOH] \times 5,43 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$[\text{NaOH}] = 0,0961 \text{ N}$$

Lampiran 7. Perhitungan

L.7.1 Konversi Pipa U

Rumus yang digunakan adalah rumus bejana berhubungan yaitu :

$$P_1 - P_2 = (\rho_f - \rho) g \cdot d$$

Dimana $P_1 - P_2$: tekanan pada tabung filtrasi

ρ_f : massa jenis minyak jarak

ρ : massa jenis udara

g : gaya gravitasi

d : perbedaan tinggi minyak pada 2 sisi pipa U

Contoh:

- untuk $d = 10 \text{ cm} = 0,1 \text{ m}$

$$\begin{aligned} P_1 - P_2 &= (\rho_f - \rho) g \cdot d \\ &= (0,92 \times 10^3 - 1,29) \text{ kg/m}^3 \cdot 9,81 \text{ m/s}^2 \cdot 0,1 \text{ m} \\ &= 918,71 \text{ kg/m}^3 \cdot 9,81 \text{ m/s}^2 \cdot 0,1 \text{ m} \\ &= 901,25 \text{ kg/m} \cdot \text{s}^2 \end{aligned}$$

L.7.2 Konversi mesh ke milimeter

Ukuran mesh	Ukuran dalam mm
40	0,4191
60	0,2489
80	0,1778
100	0,1498
120	0,1245

Tabel L.7.1 Tabel konversi ukuran mesh ke milimeter

- 40-60 mesh = $\frac{0,4191 \text{ mm} + 0,2489 \text{ mm}}{2} = 0,3340 \text{ mm}$
- 60-80 mesh = $\frac{0,2489 \text{ mm} + 0,1778 \text{ mm}}{2} = 0,2134 \text{ mm}$
- 80-100 mesh = $\frac{0,1778 \text{ mm} + 0,1498 \text{ mm}}{2} = 0,1638 \text{ mm}$
- 100-1200 mesh = $\frac{0,1498 \text{ mm} + 0,1245 \text{ mm}}{2} = 0,1372 \text{ mm}$

Lampiran 8. Data Hasil Penelitian

Tabel L.8.1 Data Bilangan Asam untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,3340 mm

Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Volume titrasi (mL)		Volume rata-rata (mL)	Bilangan Asam
		V ₁	V ₂		
0,3340	0,901	4,2	4	4,1	11,0888
	1,803	4,54	4	4,27	11,3982
	2,704	4,64	4,66	4,65	11,7335
	3,605	4,8	4,7	4,75	11,9914
	4,506	4,74	4,8	4,77	12,0429

Tabel L.8.2 Data Bilangan Asam untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,2134 mm

Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Volume titrasi (mL)		Volume rata-rata (mL)	Bilangan Asam
		V ₁	V ₂		
0,2134	0,901	4,6	4,6	4,6	11,9750
	1,803	4,74	4,76	4,75	12,3742
	2,704	4,8	4,82	4,81	12,5339
	3,605	4,9	4,82	4,86	12,6669
	4,506	4,88	4,9	4,89	12,7467



Tabel L.8.3 Data Bilangan Asam untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,1638 mm

Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Volume titrasi (mL)		Volume rata-rata (mL)	Bilangan Asam
		V ₁	V ₂		
0,1638	0,901	4,8	4,72	4,76	12,5367
	1,803	4,92	4,92	4,92	12,9629
	2,704	4,98	4,96	4,97	13,0974
	3,605	5,02	5,1	5,06	13,3395
	4,506	5,1	5,1	5,1	13,4470

Tabel L.8.4 Data Bilangan Asam untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,1372 mm

Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Volume titrasi (mL)		Volume rata-rata (mL)	Bilangan Asam
		V ₁	V ₂		
0,1372	0,901	-	-	-	-
	1,803	-	-	-	-
	2,704	-	-	-	-
	3,605	-	-	-	-
	4,506	5,12	5,12	5,12	0,3972

Contoh perhitungan Bilangan Asam

- Untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,3340 mm dengan tekanan 0,901 x 10³ kg/m.s²:

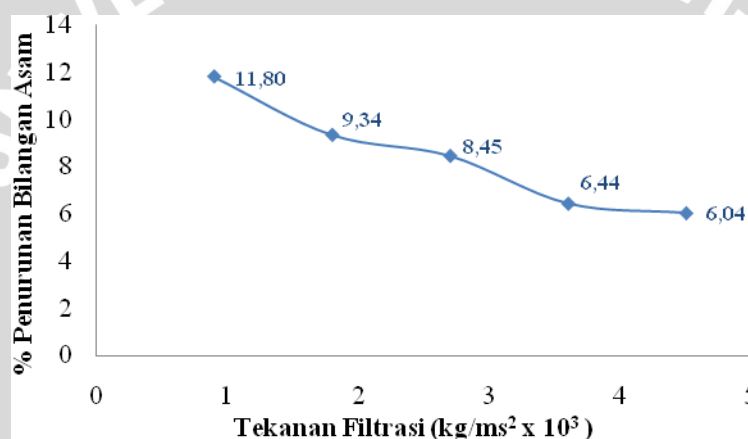
$$\text{Bilangan asam} = \frac{V \times N \times Mr \text{ KOH}}{w}$$

$$= \frac{(4.1 - 0.1) \times 0.0989 \text{ N} \times 66 \text{ g/mol}}{2 \text{ gram}}$$

$$= 11,0888$$

Tabel L.8.5 Penurunan Bilangan Asam untuk ukuran butiran zeolit 0,3340 mm

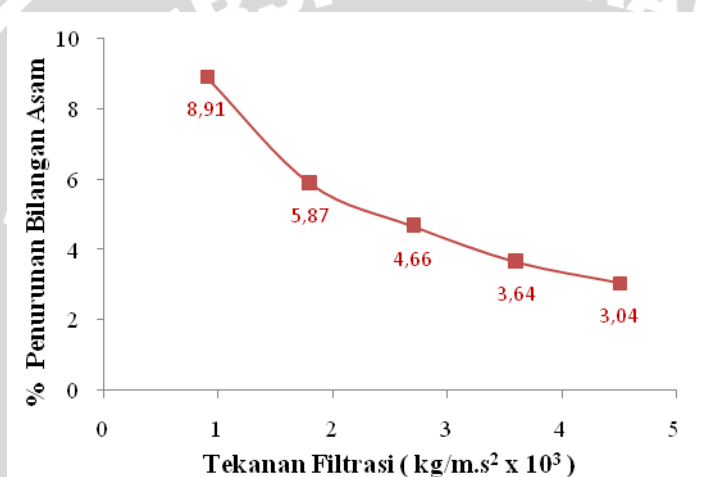
Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Bilangan Asam		Penurunan Bilangan Asam (%)
		Awal	Akhir	
0,3340	0,901	12,572	11,0888	11,7976
	1,803	12,572	11,3982	9,3366
	2,704	12,8166	11,7335	8,4507
	3,605	12,8166	11,9914	6,4385
	4,506	12,8166	12,0429	6,0367



Gambar L.8.1 Grafik penurunan bilangan asam ukuran butiran zeolit 0,3340 mm

Tabel L.8.6 Penurunan Bilangan Asam untuk ukuran butiran zeolit 0,2134 mm

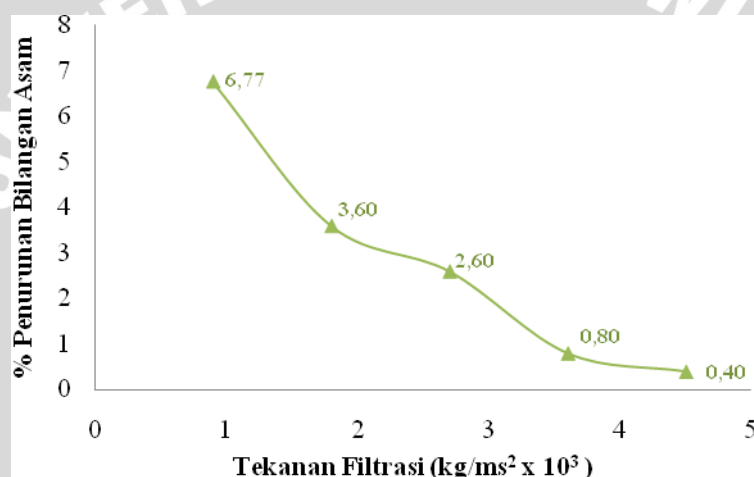
Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Bilangan Asam		Penurunan Bilangan Asam (%)
		Awal	Akhir	
0,2134	0,901	13,1459	11,9750	8,9069
	1,803	13,1459	12,3742	5,8702
	2,704	13,1459	12,5339	4,6554
	3,605	13,1459	12,6669	3,6437
	4,506	13,1459	12,7467	3,0367



Gambar L.8.2 Grafik penurunan bilangan asam ukuran butiran zeolit 0,2134 mm

Tabel L.8.7 Penurunan Bilangan Asam untuk ukuran butiran zeolit 0,1638 mm

Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Bilangan Asam		Penurunan Bilangan Asam (%)
		Awal	Akhir	
0,1638	0,901	13,447	12,5367	6,7695
	1,803	13,447	12,9629	3,6000
	2,704	13,447	13,0974	2,5998
	3,605	13,447	13,3395	0,7994
	4,506	13,447	13,4470	0,3985



Gambar L.8.3 Grafik penurunan bilangan asam ukuran butiran zeolit 0,1638 mm

Tabel L.8.8 Penurunan Bilangan Asam untuk ukuran butiran zeolit 0,1372 mm

Ukuran butiran zeolit (mm)	Tekanan filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Bilangan Asam		Penurunan Bilangan Asam (%)
		Awal	Akhir	
80-100	0,901	-	-	-
	1,803	-	-	-
	2,704	-	-	-
	3,605	-	-	-
	4,506	13,6053	13,5513	0,3972

Contoh perhitungan % penurunan bilangan asam

- Untuk zeolit dengan ukuran butiran 0,3340 dengan tekanan 0,901 x 10³ kg/m.s²:

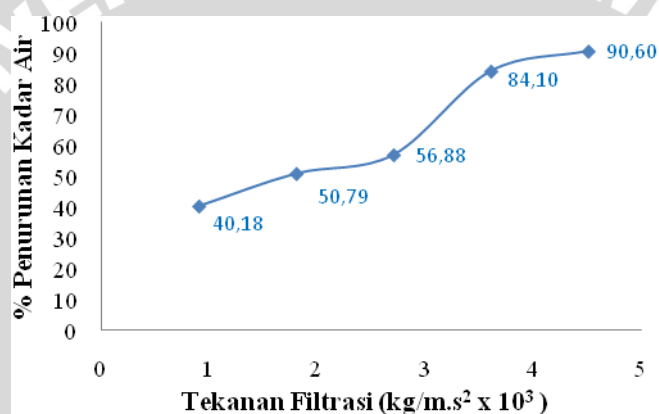
$$\begin{aligned} \text{Penurunan bilangan asam} &= (\text{Bilangan Asam})_{\text{awal}} - \text{akhir} \\ &= 8,98 - 7,9206 \\ &= 1,0594 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan bil. Asam} &= \frac{\text{Penurunan Bilangan Asam}}{\text{Bilangan Asam awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{1,0594}{8,98} \times 100 \% \\ &= 11,7976 \% \end{aligned}$$



Tabel L.8.9 Data kadar air untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,3340 mm

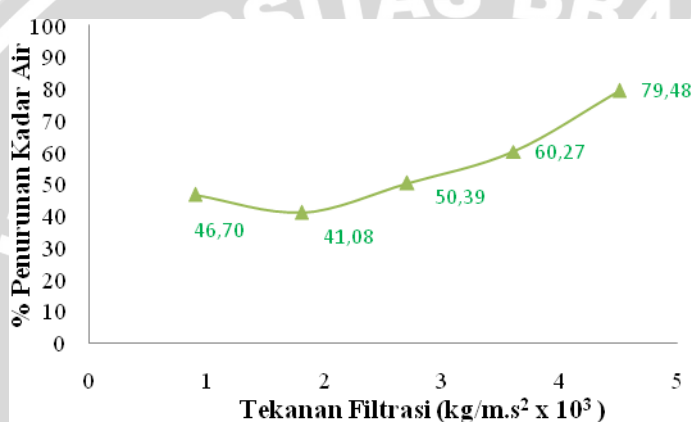
Tekanan Filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Massa cawan (g)	Massa cawan + minyak (g)		Kadar air akhir (%)	Kadar air awal (%)	Penurunan kadar air (%)
		awal	akhir			
0,901	36,507	37,554	37,551	0,2865	0,479	40,1810
1,803	36,631	38,752	38,747	0,2357	0,479	50,7854
2,704	36,503	38,924	38,919	0,2065	0,479	56,8839
3,605	36,327	38,953	38,951	0,0762	0,479	84,0999
4,506	35,991	38,212	38,211	0,0450	0,479	90,6003



Gambar L.8.4 Grafik penurunan kadar air, ukuran butiran zeolit 0,3340 mm

Tabel L.8.10 Data kadar air untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,2134 mm

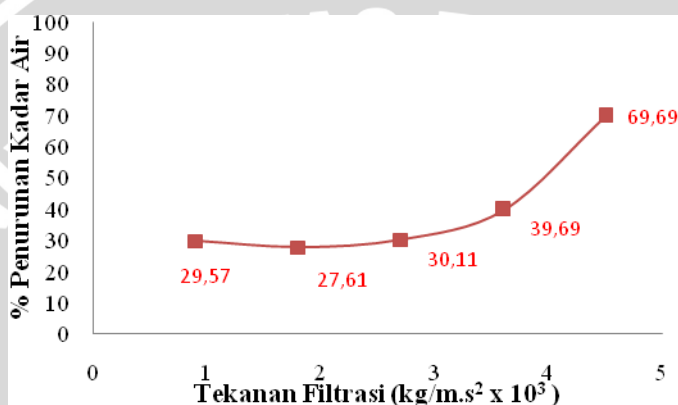
Tekanan Filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Massa cawan (g)	Massa cawan + minyak (g)		Kadar air akhir (%)	Kadar air awal (%)	Penurunan kadar air (%)
		awal	akhir			
0,901	36,433	38,508	38,501	0,3373	0,479	29,5722
1,803	36,257	38,564	38,556	0,3468	0,479	27,6053
2,704	35,924	38,015	38,008	0,3348	0,479	30,1111
3,605	27,915	29,992	29,986	0,2889	0,479	39,6914
4,506	26,856	28,922	28,919	0,1452	0,479	69,6851



Gambar L.8.5 Grafik penurunan kadar air, ukuran butiran zeolit 0,2134 mm

Tabel L.8.11 Data kadar air untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,1638 mm

Tekanan Filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Massa cawan (g)	Massa cawan + minyak (g)		Kadar air akhir (%)	Kadar air awal (%)	Penurunan kadar air (%)
		awal	akhir			
0,901	36,622	38,972	38,966	0,2553	0,479	46,6975
1,803	36,499	38,625	38,619	0,2822	0,479	41,0814
2,704	36,323	38,427	38,422	0,2376	0,479	50,3878
3,605	35,99	38,092	38,088	0,1903	0,479	60,2725
4,506	27,966	30,001	29,999	0,0983	0,479	79,4822



Gambar L.8.6 Grafik Penurunan kadar air, ukuran butiran zeolit 0,1638 mm

Tabel L.8.12 Data kadar air untuk membran dengan ukuran butiran zeolit 0,1372 mm

Tekanan Filtrasi (kg/m.s ² x 10 ³)	Massa cawan (g)	Massa cawan + minyak (g)		Kadar air akhir (%)	Kadar air awal (%)	Penurunan kadar air (%)
		awal	akhir			
0,901	-	-	-	-	-	-
1,803	-	-	-	-	-	-
2,704	-	-	-	-	-	-
3,605	-	-	-	-	-	-
4,506	35,993	38,098	38,095	0,1425	0,479	70,2505

Contoh perhitungan kadar air

- Untuk membran dengan ukuran butiran 0,3340 mm dengan tekanan 0,901 x 10³ kg/m.s²:

$$\begin{aligned}
 \text{- Kadar air} &= \frac{\text{Massa awal} - \text{massa akhir}}{\text{massa sampel}} \times 100 \% \\
 &= \frac{(37,994 - 37,991) \text{ gram}}{1,047 \text{ gram}} \times 100 \% \\
 &= 0,2865 \%
 \end{aligned}$$

Contoh perhitungan % penurunan kadar air

- Untuk membran dengan ukuran butiran 0,3340 mm dengan tekanan 0,901 x 10³ kg/m.s²:

$$\begin{aligned}
 \text{- Penurunan kadar air} &= (\text{kadar air}) \text{ awal} - \text{akhir} \\
 &= 0,479 \% - 0,2865 \% \\
 &= 0,1925 \% \\
 \text{- \% penurunan kadar air} &= \frac{\text{penurunan kadar air}}{\text{kadar air awal}} \times 100 \% \\
 &= \frac{0,1925 \%}{0,479 \%} \times 100 \% \\
 &= 40,181 \%
 \end{aligned}$$

Lampiran 9. Membran Zeolit-Kitosan



Membran 1
Ukuran Butiran 0,33 mm



Membran 2
Ukuran Butiran 0,21 mm

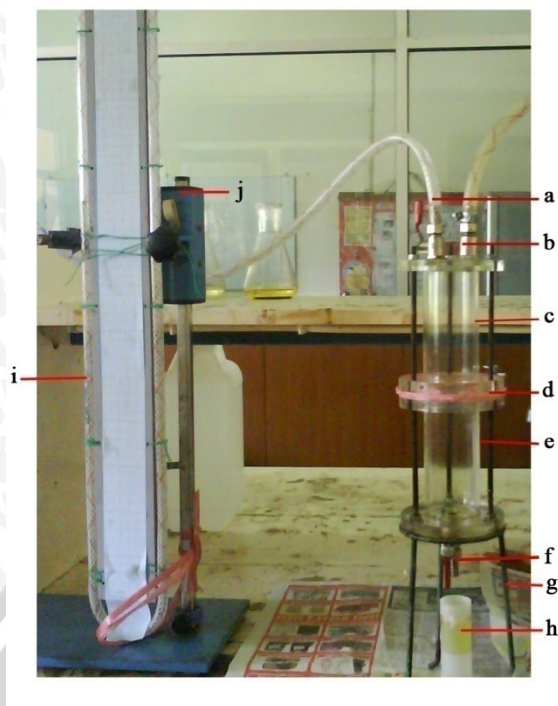


Membran 3
Ukuran Butiran 0,16 mm



Membran 4
Ukuran Butiran 0,14 mm

Lampiran 10. Gambar Alat Filtrasi



Keterangan :

- a. Selang penghubung dengan pipa U
- b. Selang penghubung dengan kompresor
- c. Tabung input minyak jarak
- d. Membran Zeolit-Kitosan
- e. Tabung output minyak jarak
- f. Kran output minyak jarak
- g. Kaki tiga penyangga tabung filtrasi
- h. Minyak jarak hasil filtrasi
- i. Pipa U
- j. Penyangga Pipa U