

**PENGARUH KADAR KITOSAN PADA MEMBRAN ZEOLIT-  
KITOSAN DAN TEKANAN FILTRASI UNTUK  
MENGURANGI ANGKA ASAM  
DALAM MINYAK JARAK PAGAR**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**NURINA ANINDITA**  
**0510923043**



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

**PENGARUH KADAR KITOSAN PADA MEMBRAN ZEOLIT-  
KITOSAN DAN TEKANAN FILTRASI UNTUK  
MENGURANGI ANGKA ASAM  
DALAM MINYAK JARAK PAGAR**

**SKRIPSI**

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

Oleh :

**NURINA ANINDITA**

**0510923043**



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

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**PENGARUH KADAR KITOSAN PADA MEMBRAN ZEOLIT-  
KITOSAN DAN TEKANAN FILTRASI UNTUK  
MENGURANGI ANGKA ASAM  
DALAM MINYAK JARAK PAGAR**

oleh :  
**NURINA ANINDITA**  
**0510923043**

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 : Nurina Anindita

NIM : 0510923043

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

**” Pengaruh Kadar Kitosan pada Membran Zeolit-Kitosan dan Tekanan Filtrasi untuk Mengurangi Angka Asam dalam Minyak Jarak Pagar”**

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, ..... 2009  
Yang menyatakan,

(Nurina Anindita)  
NIM. 0510923043

# PENGARUH KADAR KITOSAN PADA MEMBRAN ZEOLIT-KITOSAN DAN TEKANAN FILTRASI UNTUK MENGURANGI ANGKA ASAM DALAM MINYAK JARAK PAGAR

## ABSTRAK

Zeolit alam dikenal sebagai adsorben yang selektif dan mempunyai kemampuan adsorpsi tinggi yang dapat memisahkan molekul berdasarkan ukuran dan kepolarannya. Polimer kitosan dapat mengadsorpsi air yang ada dalam minyak jarak melalui pembentukan *hydrogel*. Kedua material tersebut bersifat hidrofil sehingga dapat digunakan dalam pemurnian suatu minyak yang mengandung asam lemak bebas maupun molekul air. Pada penelitian ini telah dipelajari pengaruh kadar kitosan pada membran zeolit-kitosan dan tekanan filtrasi untuk menurunkan angka asam dalam minyak jarak pagar. Kadar kitosan divariasikan 41,14 %, 44,91 %, 48,23 % dan 51,18 % b/b, dengan tekanan filtrasi dari  $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  sampai  $4,5 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ . Hasil penelitian menunjukkan angka asam dalam minyak jarak pagar berhasil diturunkan dari 13,1 % sampai 12,89 % menggunakan membran dengan kadar kitosan 44,91 % dan tekanan filtrasi  $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ . Sedangkan kadar air dapat diturunkan hingga 93,59 % menggunakan membran dengan kadar kitosan 48,23 % dan tekanan filtrasi  $2,7 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ .

**THE EFFECT OF CHITOSAN VALUE IN ZEOLITE-  
CHITOSAN MEMBRANE AND FILTRATION  
PRESSURE ON REDUCING THE ACID NUMBER IN  
*JATROPHA CURCAS LINN OIL***

**ABSTRACT**

Natural zeolite is known as a selective adsorbent and possesses high adsorption ability to isolate a molecule based on its pore size and polarity. Chitosan can adsorb water contained in *Jatropha curcas Linn* oil by the formation of hydrogel. Both materials have highly hydrophilicity property, which indicated an excellent characteristic in purifying process of oil containing FFA and water molecules. In this research, the effects of chitosan amount in zeolite-chitosan membrane and filtration pressure on reducing acid number in *Jatropha curcas Linn* oil were studied. The chitosan amount was varied from 41.14 %, 44.91 %, 48.23 % and 51.18 % w/w along with filtration pressure of  $0.9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  to  $4.5 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ . The results showed that the acid number in *Jatropha curcas Linn* oil was successfully reduced from 13.1 % to 12.89 % when 44.91 % of chitosan in the membrane and filtration pressure  $0.9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  were used. Moreover, the water content was reduced up to 93.59 % when 48.23 % of chitosan in the membrane and filtration pressure of  $2.7 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ .



## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat, karunia dan hidayah-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir dengan judul **Pengaruh Kadar Kitosan pada Membran Zeolit-Kitosan dan Tekanan Filtrasi untuk Mengurangi Angka Asam dalam Minyak Jarak Pagar**. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulisan tugas akhir ini tidak lepas dari bantuan banyak pihak baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Ir. Bambang Poerwadi, MS., selaku Dosen Pembimbing I, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran dan kesabaran yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Akhmad Sabarudin., Dr., Sc., selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Dosen Penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir.
4. M. Farid Rahman, S.Si, M.Si., selaku Dosen Penasehat Akademik atas perhatiannya selama melaksanakan studi.
5. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas segala ilmu dan bantuan yang diberikan.
6. Orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
7. Teman-teman yang memberi dukungan dan bantuan dalam menyelesaikan tugas akhir ini.

Penulis juga menyadari tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, maka dari itu dengan kerendahan hati, penulis mengharap kritik dan saran yang bersifat membangun guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, ..... 2009

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1.....	Lat
ar Belakang.....	1
1.2.....	Ru
musan Masalah .....	4
1.3.....	Bat
asan Masalah.....	4
1.4.....	Tuj
uan Penelitian .....	4
1.5.....	Ma
nfaat Penelitian .....	4
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>5</b>
2.1. Kitosan.....	5
2.2. Zeolit Alam.....	6
2.2.1. Zeolit Alam Sebagai Adsorben.....	8
2.2.2. Zeolit Alam sebagai <i>Molecular Sieving</i> .....	9
2.3. Kromatografi eksklusi.....	9
2.4. Membran.....	10
2.5. Adsorpsi Permukaan.....	11
2.6. Lemak dan Minyak.....	12
2.7. Asam Lemak.....	12
2.7.1. Asam Lemak Bebas.....	13



2.7.2. Angka Asam.....	14
2.8. Minyak Jarak Pagar ( <i>Jatropha curcas L.</i> ).....	15
2.8.1.Minyak Jarak Pagar Sebagai Biodiesel.....	16
2.9. Analisa Kadar Air.....	18
2.10. Hipotesis .....	19
<b>BAB III. METODE PENELITIAN .....</b>	<b>21</b>
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	21
3.2. Alat dan Bahan Penelitian .....	21
3.2.1. Sampel Penelitian .....	21
3.2.2. Bahan Penelitian .....	21
3.2.3. Alat Penelitian .....	21
3.3. Prosedur Penelitian.....	21
3.4. Cara Kerja Penelitian.....	22
3.4.1. Preparasi Membran.....	22
3.4.1.1.Preparasi Zeolit Sebagai <i>Support Material</i> .....	22
3.4.1.2.Pembuatan <i>Dope</i> Kitosan.....	22
3.4.1.3.Pencetakan membran Zeolit-Kitosan.....	22
3.4.2. Proses Filtrasi Minyak Jarak.....	23
3.4.2.1.Uji Angka Asam Awal dan Akhir.....	23
3.4.2.2.Uji kadar Air Awal dan Akhir.....	23
3.5. Analisa Data.....	24
3.5.1 Pengaruh Kadar Kitosan dan Tekanan Filtrasi terhadap Penurunan Angka Asam .....	24
3.5.2. Pengaruh Kadar Kitosan dan Tekanan Filtrasi terhadap Penurunan Kadar Air .....	25
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>26</b>
4.1 Pembuatan Membran Zeolit-Kitosan .....	26
4.2 Pengaruh Kadar Kitosan pada Membran Zeolit-Kitosan serta Tekanan Filtrasi terhadap Perubahan Angka Asam dalam Minyak Jarak.....	28
4.3 Pengaruh Kadar Kitosan pada Membran Zeolit- Kitosan serta Tekanan Filtrasi terhadap	

Perubahan Kadar Air dalam Minyak	
Jarak.....	33

**BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN ..... 38**

5.1. Kesimpulan .....	38
5.2. Saran .....	38

**DAFTAR PUSTAKA ..... 39**

**LAMPIRAN..... 37**



## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Struktur Kitosan ..... 6
Gambar 2.2	Struktur Kerangka Zeolit ..... 7
Gambar 2.3	Struktur Bangun Zeolit.....7
Gambar 4.1	Pelapisan <i>dope</i> kitosan pada butiran zeolit.....28
Gambar 4.2	Pengaruh kadar kitosan pada membran zeolit- kitosan dan tekanan filtrasi terhadap penurunan angka asam..... 29
Gambar 4.3	Perbandingan ukuran molekul air, asam lemak bebas dan trigliserida..... 31
Gambar 4.4	Interaksi yang terjadi antara kitosan dengan molekul asam lemak bebas..... 33
Gambar 4.5	Pengaruh kadar kitosan pada membran zeolit- kitosan dan tekanan filtrasi terhadap penurunan kadar air..... 34
Gambar 4.6	Pembentukan ikatan hidrogen..... 36

## DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 2.1.	Komposisi asam lemak minyak jarak.....	16
Tabel 2.2	Perbandingan minyak jarak dengan biodiesel.....	18
Tabel 4.1.	Hasil Penurunan Angka Asam pada Minyak Jarak Pagar Hasil Filtrasi dengan Membran Zeolit- Kitosan.....	28



## DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1	Gambar - gambar .....	44
Lampiran 2	Preparasi larutan dan pembakuan .....	47
Lampiran 3	Perhitungan .....	48
Lampiran 4	Data Hasil Pemurnian Minyak Jarak .....	52

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Bahan bakar minyak merupakan sumber energi dengan konsumsi yang terbesar untuk saat ini diseluruh dunia jika dibandingkan dengan sumber energi lainnya. Tetapi saat ini dunia mengalami krisis bahan bakar minyak. Banyak negara, terutama Indonesia, mengalami masalah kekurangan bahan bakar minyak (dari bahan bakar fosil). Indonesia telah mengimpor bahan bakar minyak (terutama bahan bakar diesel/solar) untuk kebutuhan negara dengan jumlah yang cukup besar 7,2 juta kiloliter (kL) per tahun (Sihombing, 2006).

Salah satu upaya mengatasi permasalahan tersebut adalah menggunakan biodiesel sebagai pengganti solar. Biodiesel merupakan bahan bakar yang terbuat dari sumber terbarukan seperti minyak nabati atau lemak hewan. Sehingga biodiesel mempunyai potensi besar untuk menggantikan solar sebagai bahan bakar utama yang masih digunakan saat ini.

Minyak jarak yang bersifat dapat diperbaharui (*renewable fuels*) dan bukan merupakan minyak untuk kebutuhan pangan (*non edible oil*), merupakan salah satu sumber daya alam yang dapat menjadi alternatif bahan baku utama biodiesel. Bahan baku solar adalah hidrokarbon yang mengandung 8-10 atom karbon per molekul. Sementara hidrokarbon pada minyak jarak pagar adalah 16-18 atom karbon per molekul sehingga viskositas (kekentalan) minyak jarak lebih tinggi dan daya pembakarannya sebagai bahan bakar masih rendah. Agar minyak jarak dapat digunakan sebagai bahan bakar, dilakukan proses transesterifikasi. Transesterifikasi yang dilakukan menggunakan metanol dan katalis basa (umumnya NaOH atau KOH) akan mengubah trigliserida menjadi metil ester yang bertujuan menurunkan viskositas minyak jarak dan meningkatkan daya pembakaran sehingga dapat digunakan sesuai standar minyak diesel. Namun, kandungan asam lemak bebas yang tinggi akan memblokir reaksi pembentukan metil ester (biodisel), dimana metanol yang seharusnya bereaksi dengan trigliserida terhalang oleh reaksi pembentukan sabun antara trigliserida dengan katalis basa. Akibatnya konsumsi metanol total untuk pembuatan biodisel



melonjak dari normalnya 20 % menjadi 40 %, bahkan bisa lebih tinggi lagi. Selain itu rendemen biodisel juga menurun sebesar 20-30 %, tergantung besarnya reaksi penyabunan. Selain itu, asam lemak bebas juga mengakibatkan terbentuknya suasana asam yang dapat membuat korosi pada peralatan injeksi bahan bakar, filter tersumbat dan terjadi sedimentasi pada injektor. Minyak dengan adanya air dapat memicu terbentuknya asam lemak bebas melalui reaksi hidrolisis (Anonymous<sup>b</sup>, 2008).

Upaya yang sudah dilakukan untuk mengurangi kandungan asam lemak bebas dalam minyak jarak adalah melakukan reaksi esterifikasi terlebih dahulu sebelum proses transesterifikasi. Proses esterifikasi bertujuan untuk mengubah asam lemak bebas menjadi ester. Proses tersebut juga menghasilkan air yang harus dihilangkan lebih dahulu sehingga diperlukan metode lain yang lebih sederhana. Teknologi membran menjadi alternatif yang cukup potensial untuk mengatasi kerugian yang timbul akibat pemurnian secara kimiawi. Proses membran relatif lebih sederhana dibandingkan dengan *refining* konvensional. Kinerja dari pemisahan membran dipengaruhi oleh komposisi membran, temperatur, tekanan, kecepatan aliran dan interaksi antara komponen-komponen umpan dengan permukaan membran (Pagliero, *et al.*, 2004).

Secara umum, membran merupakan penghalang selektif diantara dua fasa. Berdasarkan morfologi dan strukturnya, membran dapat berupa membran tipis yang homogen ataupun heterogen (Mulder, 1991). Membran dengan komposisi tertentu dapat digunakan dalam proses menyaring minyak jarak. Salah satunya adalah membran yang terbuat dari campuran zeolit dan kitosan, dimana zeolit berperan sebagai adsorben dan partikel berpori yang berguna dalam prinsip pemisahan secara *molecular sieving* serta kitosan sebagai materi yang mampu membentuk *hydrogel* ketika bereaksi dengan air.

Zeolit dikenal sebagai adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi yaitu dapat memisahkan molekul berdasarkan ukuran dan kepolarannya. Zeolit memiliki struktur yang berongga, karena itu anion atau molekul yang berukuran lebih kecil atau sama dengan rongga dapat masuk dan terjebak (Anonymous<sup>a</sup>, 2008). Dengan demikian, zeolit dapat digunakan sebagai materi

pembuatan membran yang digunakan untuk mengurangi angka asam dalam minyak jarak.

Membran dengan struktur kimia dan kekuatan mekanik yang lebih baik bisa didapatkan dengan membuat membran berpendukung yang mengkombinasikan antara dua bahan. Untuk itu membran berpori dilapisi dengan polimer atau monomer lain yang dapat menjaga permukaan dan permeasi larutan melalui pori (Routenbach dan Albrect, 1989). Kitosan merupakan polimer alami turunan kitin yang dibuat melalui dua proses, yaitu ekstraksi kitin dan deasetilasi kitin dengan basa (Chandrasekaran, 1990). Kitosan bersifat *biodegradable*, *biocompatible*, dan tidak beracun. Kitosan merupakan polimer yang hidrofilik, mudah larut dalam asam encer membentuk hidrogel, membentuk ikatan hidrogen dengan air, dan memiliki gugus fungsional yang dapat dengan mudah dimodifikasi (Krajewska, 2001). Hasil penelitian Sathivel dan Witoon (2004) menunjukkan bahwa kitosan merupakan adsorben asam lemak bebas paling baik dibanding karbon aktif dan lumpur aktif. Sifat kitosan inilah yang menyebabkannya digunakan sebagai pelapis membran zeolit dalam proses adsorpsi minyak jarak. Sehingga, ketika proses adsorpsi berlangsung kitosan akan membentuk hidrogel dengan air yang terkandung dalam minyak jarak pagar.

Selektifitas dan permeabilitas dalam membran difusi ditentukan oleh polimer, sementara struktur membran ditentukan oleh pemilihan pelarut dan konsentrasi polimer dalam larutan, tekanan saat pembuatan membran, komposisi antara kedua bahan membran dan temperatur pengeringan membran (evaporasi pelarut polimer) (Routenbach dan Albrect, 1989). 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. Selektifitas membran zeolit-kitosan berkurang pada ukuran butiran zeolit lebih kecil dan tekanan filtrasi yang lebih besar (Yuanita, 2009). Hasil penelitian Fahamzah (2009) menunjukkan bahwa penurunan kadar asam lemak bebas dalam minyak jarak pagar paling besar diperoleh dari hasil pemurnian menggunakan membran zeolit-kitosan dengan konsentrasi kitosan 1,5 % dengan ukuran butiran zeolit 60-80 mesh. Oleh karena itu,

dalam penelitian ini akan diamati mengenai variasi kadar kitosan sebagai *support material* pada membran zeolit-kitosan dengan konsentrasi kitosan yang lebih tinggi yaitu 2 % dan tekanan filtrasi, sehingga diharapkan dapat diketahui pengaruh keduanya terhadap penurunan angka asam yang terkandung dalam minyak jarak pagar, dimana kadar air juga diharapkan mengalami penurunan.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang di atas dapat dirumuskan suatu permasalahan, yaitu bagaimana pengaruh kadar kitosan dan tekanan filtrasi terhadap kemampuan membran dalam menurunkan angka asam dalam minyak jarak.

## **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam Turen.
2. Ukuran butiran zeolit yang digunakan adalah 30-40 mesh.
3. Massa zeolit yang digunakan sebanyak 8 g.
4. Konsentrasi kitosan yang digunakan sebesar 2 %.
5. Temperatur saat proses filtrasi adalah temperatur kamar.

## **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh kadar kitosan sebagai *support material* terhadap kemampuan membran dalam menurunkan angka asam yang terkandung dalam minyak jarak dan juga untuk mengetahui tekanan optimum yang seharusnya digunakan dalam proses filtrasi minyak jarak.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang pengaruh kadar kitosan sebagai *support material* dan tekanan optimum pada proses filtrasi sehingga dapat diketahui tekanan optimum saat filtrasi dan kadar kitosan yang paling sesuai dalam pembuatan membran zeolit-kitosan yang baik, sehingga dapat digunakan untuk mengurangi angka asam dalam minyak jarak.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

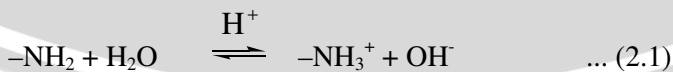
### 2.1 Kitosan

Kitosan ( $\beta$ -(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, 1992).

Menurut Krajewska (2001), kitosan merupakan polisakarida yang mengandung gugus amino pada karbon keduanya. Keberadaan gugus amino ini menyebabkan kitosan mudah larut dalam asam encer, membentuk gel yang dapat diaplikasikan sebagai membran hidrogel. Kemampuan kitosan membentuk membran hidrogel dapat diaplikasikan dalam proses pemisahan, salah satunya adsorpsi minyak jarak untuk mengurangi angka asam dalam minyak jarak tersebut.

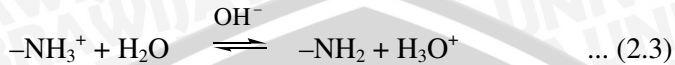
Kitosan tidak larut dalam air pada pH netral. Untuk melarutkan kitosan dibutuhkan asam yang mengubah gugus  $-\text{NH}_2$  (tidak larut) menjadi gugus  $-\text{NH}_3^+$  yang larut dalam air. Asam yang banyak digunakan adalah asam asetat dengan konsentrasi 1-4 % (v/v) tergantung dari banyaknya polimer kitosan yang digunakan. Kitosan tidak larut dalam air, sedikit larut dalam HCl dan  $\text{HNO}_3$ , 0,5 %  $\text{H}_3\text{PO}_4$  sedangkan dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  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. (Suharman, 2001).

Nilai pKa kitosan adalah 6,3 (House dan Smith, 2004) atau berkisar antara 6,3-7 (Beppu dan Santana, 2002). Pada  $\text{pH} < \text{pKa}$  gugus  $-\text{NH}_2$  akan lebih banyak membentuk  $-\text{NH}_3^+$  dan sebaliknya pada  $\text{pH} > \text{pKa}$  maka  $-\text{NH}_3^+$  yang terbentuk sedikit (Ruiz, 2002). Proses protonasi gugus  $-\text{NH}_2$  kitosan menjadi  $-\text{NH}_3^+$  ditunjukkan pada reaksi 2.3-2.6 (Roberts, 1992).





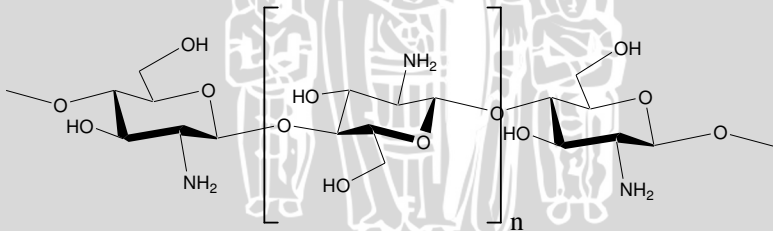
$$K_b = \frac{[\text{OH}^-]}{[\text{NH}_2]} \quad \text{p}K_b = -\log K_b \quad \dots (2.2)$$



$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+]}{[\text{NH}_3^+]} \quad \text{p}K_a = -\log K_a \quad \dots (2.4)$$

Menurut Rismana (2003), kitosan mempunyai daya pengikatan lemak yang sangat tinggi (superadsorban). Mekanisme pengikatan lemak oleh kitosan belum dimengerti secara utuh dan menyeluruh. Tetapi, sejumlah pengamatan penelitian mendukung terjadinya dua mekanisme dasar pengikatan. Pertama, melibatkan tarik menarik dua muatan yang berlawanan, layaknya tarikan kutub-kutub magnet. Jadi, kitosan yang mempunyai gugus-gugus amino bermuatan positif akan menarik muatan negatif dari gugus karboksil dari asam-asam lemak dan membentuk ikatan yang cukup kuat. Kedua, penetralan muatan. Kitosan dalam model ini akan menyelubungi sisi aktif lemak dan melindunginya dari serangan dan penguraian enzim-enzim lipida. Oleh karena itu, kitosan dapat digunakan dalam membran yang dapat mengadsorpsi asam lemak.

Tokura dan Nishi (1995) menyatakan bahwa kitosan merupakan suatu polimer multifungsi karena mengandung 2 jenis gugus fungsi yaitu gugus hidroksil dan asam amino yang menyebabkan kitosan memiliki reaktivitas kimia yang tinggi.

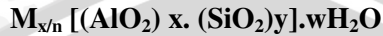


**Gambar 2.1.** Struktur Kitosan

## 2.2 Zeolit Alam

Zeolit adalah mineral dengan struktur kristal aluminasilikat yang berbentuk rangka (*framework*) tiga dimensi, mempunyai rongga

dan saluran serta mengandung ion-ion logam seperti Na, K, Mg, Ca dan Fe serta molekul air. Rumus kimia zeolit sebagai berikut (Sujarwadi, 1997) :



dimana :

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

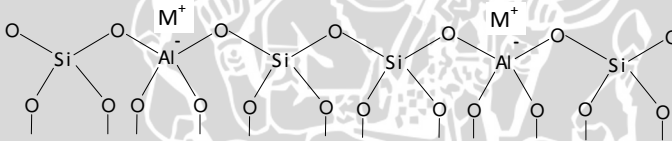
**N** : valensi kation

**X,y** : jumlah total tetrahedral per unit sel

**w** : banyaknya molekul air yang terkandung

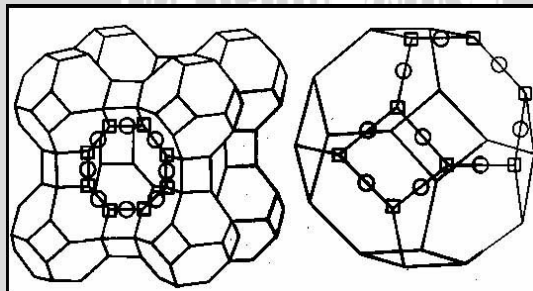
**x/n** : 1-5

Struktur zeolit sejauh ini diketahui bermacam-macam, tetapi secara garis besar strukturnya terbentuk dari unit bangun primer, berupa tetrahedral yang kemudian menjadi unit bangun sekunder polihedral dan membentuk polihedral dan akhirnya unit struktur zeolit. Sifat umum zeolit antara lain mempunyai susunan kristal yang agak lunak, berat jenis 2-2,4, berwarna kebiruan-kehijauan, putih dan coklat (Sujarwadi, 1997). Struktur kerangka zeolit adalah seperti Gambar 2.2 (Smart dan Moore, 1992).



**Gambar 2.2.** Struktur kerangka zeolit

Struktur bangun zeolit merujuk pada Gambar 2.3 (Anonymous<sup>a</sup>, 2008).



**Gambar 2.3.** Struktur bangun zeolit



Zeolit memiliki sifat fisika dan kimia yang unik. Sifat-sifat unik tersebut meliputi dapat melepaskan molekul  $H_2O$  (dehidrasi), penyerap (adsorben) dan penyaring molekul, katalisator dan penukar ion. Zeolit bersifat dehidrasi (melepaskan molekul  $H_2O$ ) apabila dipanaskan. Pada umumnya struktur kerangka zeolit akan menyusut. Tetapi kerangka dasarnya tidak mengalami perubahan secara nyata. Disini molekul  $H_2O$  seolah-olah mempunyai posisi yang spesifik dan dapat dikeluarkan secara reversibel. Kemampuan zeolit sebagai katalis berkaitan dengan tersedianya pusat-pusat aktif dalam saluran antar zeolit. Pusat-pusat aktif tersebut terbentuk karena adanya gugus fungsi asam tipe Bronsted maupun Lewis. Perbandingan kedua jenis asam ini tergantung pada proses aktivasi zeolit dan kondisi reaksi. Pusat-pusat aktif yang bersifat asam ini selanjutnya dapat mengikat molekul-molekul basa secara kimiawi. Sedangkan sifat zeolit sebagai penukar ion karena adanya kation logam alkali dan alkali tanah. Kation tersebut dapat bergerak bebas didalam rongga dan dapat dipertukarkan dengan kation logam lain dengan jumlah yang sama. Akibat struktur zeolit berongga, anion atau molekul berukuran lebih kecil atau sama dengan rongga dapat masuk dan terjebak (Rifan, 2005).

Di Indonesia, jumlah zeolit sangat melimpah dan tersebar di berbagai daerah baik di pulau Jawa, Sumatera, dan Sulawesi. Potensi zeolit alam yang 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, 1991).

### **2.2.1 Zeolit Alam sebagai Adsorben**

Zeolit yang telah terdehidrasi dikenal sebagai adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi yaitu dapat memisahkan molekul berdasarkan ukuran dan kepolarannya. Sifat zeolit sebagai adsorben, dimungkinkan karena struktur zeolit yang berongga, sehingga zeolit mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran rongganya. Zeolit memiliki daya serap yang lebih tinggi dibandingkan dengan

silika gel dan alumina teraktivasi, serta dari segi ekonomi lebih murah dibandingkan karbon aktif (Rifan, 2005).

Sastiono (1991) menyatakan bahwa ukuran zeolit yang memiliki kemampuan penyerapan (adsorpsi) dan kapasitas tukar ion yang paling baik adalah berkisar antara 60–200 mesh. Dalam proses adsorpsi ini zeolit berperan sebagai adsorben yang menyediakan permukaan sebagai tempat untuk menempelnya komponen lain.

### **2.2.2 Zeolit Alam sebagai *Molecular Sieving***

Zeolit juga sering disebut sebagai *molecular sieve* atau *molecular mesh* (saringan molekuler). Hal ini disebabkan 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 untuk adsorben 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* mempunyai afinitas lebih besar terhadap molekul polar dan senyawa yang terpolarisasi karena induksi pada molekul nonpolar yang berukuran sama. Molekul-molekul polar tertahan dengan kuat dalam rongga Kristal (Khopkar, 1990).

### **2.3 Kromatografi Eksklusi**

Kromatografi eksklusi adalah metode yang digunakan untuk memisahkan campuran berdasarkan perbedaan ukuran dan geometri molekul dalam konstituen, dimana secara tidak langsung berkaitan dengan massa molekul (BM). Fase diam mempunyai pori dimana komponen dapat berdifusi pada tingkatan tertentu (Rouessac, 2007).

Prinsip dari kromatografi eksklusi adalah fase diam yang memiliki banyak pori dengan ukuran yang seragam digunakan untuk memisahkan campuran berdasarkan perbedaan ukuran molekulnya. Molekul-molekul kecil akan memasuki pori-pori sedangkan molekul besar akan melewati sela-sela lebih cepat bila dibandingkan dengan

molekul yang melewati pori-porinya. Jadi urutan elusi mula-mula adalah molekul yang lebih besar, molekul sedang, dan terakhir molekul yang paling kecil (Rouessac, 2007).

Zeolit alam membentuk suatu saringan molekul (*molecular sieve*) untuk pemisahan gas-gas dan molekul organik berukuran kecil. Volume suatu zeolit terbentuk dari rongga-rongga yang saling dihubungkan oleh saluran-saluran (*channels*). Penyaringan dan aksi penghambatan dari saluran dikombinasikan dengan aktivitas adsorpsi permukaan matriks kristal sehingga memungkinkan digunakannya zeolit untuk memisahkan molekul-molekul yang lebih kecil dari ukuran saluran ini dari molekul yang lebih besar ukurannya dari ukuran saluran (Khopkar, 1990).

## 2.4 Membran

Membran adalah suatu lapisan yang memisahkan dua fasa dan mengatur perpindahan massa dari kedua fasa yang dipisahkan (Laksminarayanaiah, 1976). Berdasarkan morfologi atau strukturnya, membran dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu membran simetris dan membran asimetris (Mulder, 1991).

Membran dengan struktur kimia dan kekuatan mekanik yang lebih baik dapat dibuat membran berpendukung yang dibuat dengan mengkombinasikan antara dua bahan. Untuk itu membran berpori dilapisi dengan polimer atau monomer lain yang dapat menjaga permukaan dan permeasi larutan melalui pori (Routenbach dan Albrect, 1989).

Kinerja dari pemisahan membran dipengaruhi oleh komposisi membran, temperatur, tekanan, kecepatan aliran dan interaksi antara komponen-komponen umpan dengan permukaan membran. Selektifitas dan permeabilitas dalam membran difusi ditentukan oleh polimer, sementara struktur membran ditentukan oleh pemilihan pelarut dan konsentrasi polimer dalam larutan, tekanan saat pembuatan membran, komposisi antara kedua bahan membran dan suhu pengeringan membran (evaporasi pelarut polimer) (Routenbach dan Albrect, 1989).

Menurut Kittur, *et al.* (2004), semakin banyak kandungan zeolit pada membran kitosan akan meningkatkan derajat *swelling* dari kitosan. Derajat *swelling* merupakan besarnya adsorpsi yang dapat dilakukan oleh kitosan, semakin besar derajat *swelling*-nya

maka kemampuan adsorpsinya pun juga besar. Kitosan juga mengalami penurunan derajat *swelling* seiring dengan berkurangnya konsentrasi air dalam larutan campurannya. Hal ini dapat dianalogikan dengan membran zeolit-kitosan pada penelitian ini, sehingga dengan meningkatnya konsentrasi kitosan pada membran, maka derajat *swelling* dari kitosan tersebut akan mengalami penurunan.

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 (Yuanita, 2009). Penurunan kadar FFA dalam minyak jarak pagar paling besar diperoleh dari hasil pemurnian menggunakan membran zeolit-kitosan dengan konsentrasi kitosan 1,5 % (Fahamzah, 2009). Kelemahan penelitian yang dilakukan oleh Yuanita, 2009, adalah komposisi optimum membran zeolit-kitosan belum diketahui. Sedangkan kelemahan penelitian oleh Fahamzah, 2009, adalah ukuran butiran zeolit yang digunakan lebih kecil dibandingkan ukuran butiran zeolit yang digunakan dalam penelitian ini.

## **2.5 Adsorpsi Permukaan**

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).

Dalam adsorpsi fisik, molekul terikat pada adsorben oleh gaya *van der Waals* dan dapat membentuk lapisan *multilayer*. Proses adsorpsi hanya terjadi pada suhu di bawah titik didih adsorbat. Entalpi reaksi dalam proses ini berkisar antara -4 hingga -40 kJ/mol dan tidak melibatkan energi aktivasi tertentu (Castellan, 1983).

Sedangkan dalam adsorpsi kimia, molekul terikat pada adsorben oleh ikatan kimia dan membentuk lapisan *monolayer*. Adsorpsi terjadi pada suhu tinggi dan bersifat sangat spesifik. Dalam proses adsorpsi ini melibatkan energi aktivasi tertentu dan



mempunyai entalpi reaksi antara -40 hingga -800 kJ/mol (Castellan, 1983).

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).

## 2.6 Lemak dan Minyak

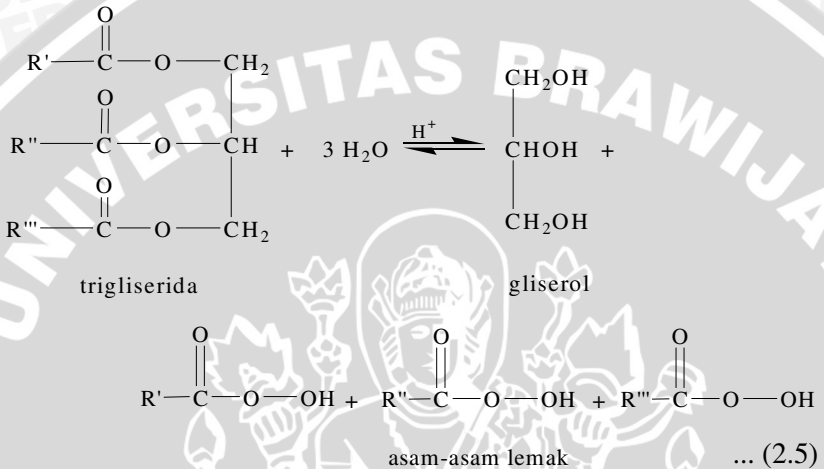
Lemak dan minyak adalah trigliserida atau triasilgliserol, yang berarti ester dari gliserol. Pada temperatur kamar lemak berbentuk padat dan minyak bersifat cair. Sebagian besar gliserida pada hewan adalah berupa lemak, sedangkan gliserida dalam tumbuhan cenderung berupa minyak. Kebanyakan lemak dan minyak yang terdapat di alam merupakan trigliserida campuran, artinya ketiga bagian asam lemak dari gliserida itu tidaklah sama (Fessenden dan Fessenden, 1994).

## 2.7 Asam Lemak

Asam karboksilat yang diperoleh dari hidrolisis suatu lemak dan minyak disebut asam lemak, umumnya mempunyai rantai hidrokarbon yang panjang dan tak bercabang. Rantai hidrokarbon dalam suatu asam lemak dapat bersifat jenuh atau dapat pula mengandung ikatan-ikatan rangkap. Konfigurasi di sekitar ikatan rangkap apa saja dalam asam lemak alamiah adalah *cis*. Asam lemak jenuh membentuk rantai zig-zag yang dapat cocok satu sama lain secara mampat, sehingga memiliki gaya tarik *Van der Waals* yang tinggi. Oleh karena itu, lemak-lemak jenuh bersifat padat. Jika beberapa ikatan rangkap *cis* terdapat dalam rantai, molekul itu tidak dapat membentuk kisi yang rapi dan mampat, tetapi cenderung untuk melingkar, sehingga cenderung berbentuk minyak.

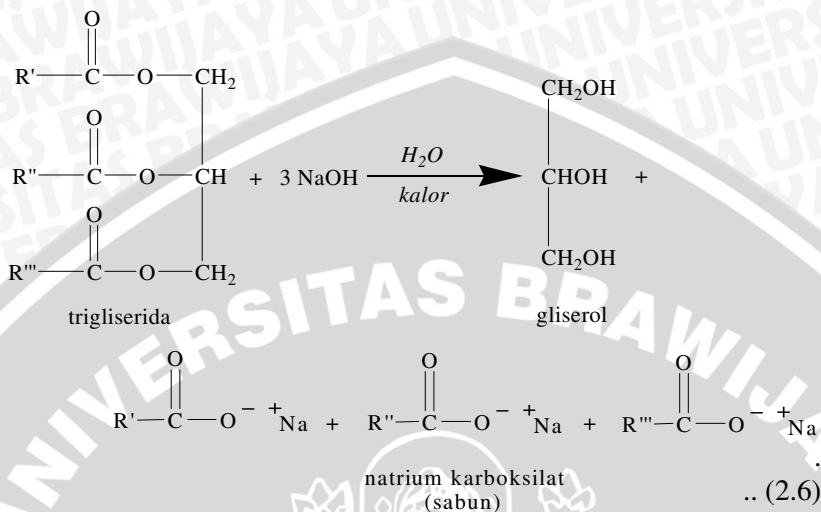
### 2.7.1 Asam Lemak Bebas (*Free Fatty Acid*)

Asam lemak bebas adalah asam lemak yang tidak terikat pada molekul lain karena terjadi proses hidrolisis trigliserida menjadi gliserol dan asam-asam lemak. Reaksi tersebut ditunjukkan pada reaksi 2.5 (Fessenden dan Fessenden, 1994).



Dalam katalis basa, asam lemak bebas dalam minyak akan terkonversi menjadi sabun. Jika konsentrasi asam lemak bebas terlalu tinggi (di atas 1 %), sabun yang terbentuk mulai membentuk emulsi dengan metanol dan minyak, yang selanjutnya akan menghambat proses reaksi pembuatan biodiesel itu sendiri. Emulsi yang terbentuk dapat menjadi semakin kuat, dan akan membentuk produk seperti keju. Karena alasan tersebut, minyak untuk bahan baku pembuatan biodiesel terlebih dahulu harus disingkirkan kandungan asam lemak bebas yang ada bersamanya (Rasidi, 2004). Reaksi pembentukan sabun (saponifikasi) mengacu pada reaksi 2.6 (Fessenden dan Fessenden, 1994).





Minyak jarak hasil ekstraksi mekanis pada umumnya mengandung bahan-bahan non-trigliserida yang terlarut dalam minyak seperti asam lemak bebas (*Free Fatty Acid* atau FFA). Keberadaan bahan-bahan pengotor tersebut dapat mengganggu proses konversi minyak jarak menjadi metil ester (Yuliani, dkk., 2006).

### 2.7.2 Angka Asam

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

Angka asam adalah ukuran dari banyaknya asam lemak dalam minyak yang telah terurai oleh tindakan enzim lipase (Anonymous<sup>e</sup>, 1998). Angka asam dinyatakan sebagai jumlah milligram KOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram lemak atau minyak (Herlina

dan Ginting, 2002). Makin tinggi angka asam maka makin rendah kualitas minyak tersebut. Perhitungan angka asam adalah (Sudarmadji, 1989) :

$$\text{ka asam (mg KOH/g)} = \frac{V \times N \times Mr \text{ KOH}}{w}$$

dimana  $V$  = volume KOH–volume titrasi blanko (ml)  
 $N$  = normalitas KOH (mmol.ekiv/ml)  
 $Mr \text{ KOH}$  = 56,1 mg/mmol.ekiv  
 $w$  = berat sampel (g)

## 2.8 Minyak Jarak Pagar (*Jatropha curcas L.*)

Menurut Syah, 2006, minyak jarak untuk keperluan biodiesel dihasilkan dari biji jarak pagar (*J. curcas L.*) yang merupakan tanaman semak dari keluarga *Euphobiaceae*. Jarak pagar merupakan tanaman semak yang tumbuh cepat dengan ketinggian mencapai 3 – 5 meter. Buahnya berbentuk elips dengan panjang 1 inchi, memiliki dua hingga tiga biji dengan kadar minyak dalam inti biji 54,2 % atau sekitar 31,5 % dari berat total biji. Umur produktif jarak pagar mencapai 50 tahun. Tanaman ini tahan kekeringan dan dapat tumbuh di tempat dengan curah hujan 200-1500 milimeter per tahun.

Minyak jarak diperoleh melalui proses ekstraksi biji jarak kering secara mekanis maupun kimiawi. Dua cara yang umum digunakan pada pengepresan mekanis biji jarak yaitu pengepresan hidrolik (*hydraulic pressing*) dan pengepresan berulir (*expeller pressing*). Sedangkan proses ekstraksi biji jarak secara kimiawi adalah menggunakan pelarut (*solvent extraction*). 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 34,0 % dan asam lemak oleat 44,8 %. 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).

**Tabel 2.1.** Komposisi asam lemak minyak jarak (Gübitz, 1999)

Asam Lemak	Komposisi (% berat)
Asam miristat (14 : 0)	0 - 0,1
Asam palmitat (16 : 0)	14,1 - 15,3
Asam palmitoleat (16 : 1)	0 - 1,3
Asam stearat (18 : 0)	3,7 - 9,8
Asam oleat (18 : 1)	34,3 - 45,8
Asam linoleat (18 : 2)	29,0 - 44,2
Asam linolenat (18 : 3)	0 - 0,3
Asam arakhidat (20 : 0)	0 - 0,3
Asam behenat (22 : 0)	0 - 0,2

### 2.8.1 Minyak Jarak sebagai Biodiesel

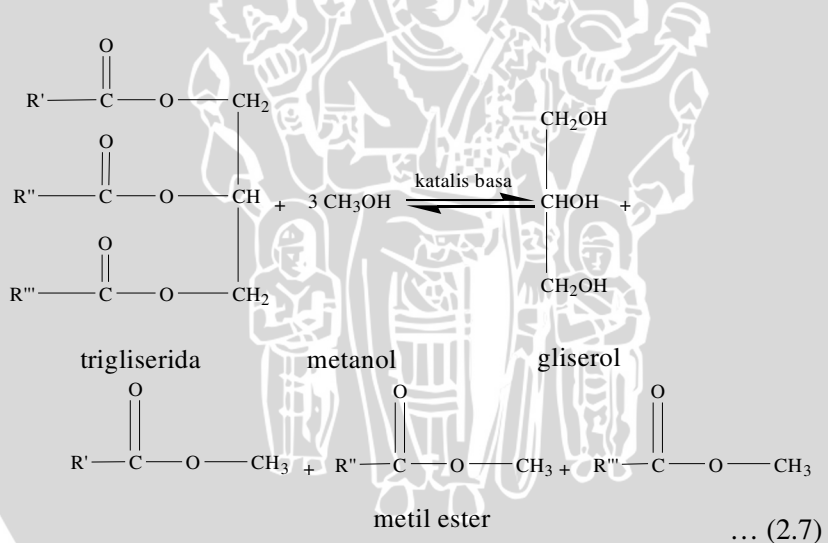
Biodiesel adalah cairan berwarna kuning terang atau kuning gelap, dengan titik didih tinggi dan tekanan uap rendah. Viskositasnya lebih rendah dari air, yaitu 0,86 g/cm<sup>3</sup>. Biodiesel yang memiliki viskositas seperti solar (bahan bakar diesel yang dihasilkan dari petroleum) dapat digunakan sebagai 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. Biodiesel dapat digunakan pada mesin diesel tanpa melakukan perubahan mesin (Pinto, *et al.*, 2005).

Biodiesel merupakan turunan dari molekul-molekul trigliserida yang terdiri dari 3 (tiga) rantai panjang asam lemak dimana alkil ester sederhana, umumnya metil ester, terikat pada molekul gliserol tunggal (Harimurti, 2007).

Salah satu sumber minyak nabati yang sangat potensial untuk dimanfaatkan sebagai input biodiesel adalah biji jarak pagar (*J. curcas L.*). Hal ini dikarenakan minyak jarak pagar tidak termasuk dalam kategori kebutuhan pangan (*edible oil*). Dengan demikian, pemanfaatan minyak jarak pagar sebagai input biodiesel tidak akan mengganggu stok minyak pangan nasional, kebutuhan industri oleokimia, dan ekspor *crude petroleum oil* (CPO). Komposisi biaya input dalam biaya produksi biodiesel mencapai 60-80 %. Akibatnya,

sebaiknya input yang menjadi tulang punggung industri biodiesel adalah minyak nonpangan (Pinto, *et al.*, 2005).

Minyak biji jarak tidak dapat digunakan langsung sebagai bahan bakar, mengingat viskositasnya cukup tinggi dan mengandung fosfolipid. Keduanya akan menimbulkan masalah dalam kinerja mesin (Harimurti, 2007). Berbagai proses yang dapat digunakan untuk memperbaiki sifat-sifat minyak nabati agar dapat digunakan sebagai bahan bakar alternatif, yaitu mikroemulsifikasi, pirolisis, dan transesterifikasi. Diantara alternatif proses tersebut, transesterifikasi merupakan pilihan terbaik karena prosesnya relatif mudah dan sifat fisik ester asam lemak (disebut biodiesel) yang dihasilkan sangat mendekati bahan bakar berbasis minyak bumi (Schuchardt, *et al.*, 1998). Selain dengan transesterifikasi, pengurangan viskositas minyak nabati dapat juga dilakukan dengan mencampur diesel dengan minyak nabati dalam komposisi tertentu (*dilution*) (Forson, *et al.*, 2004). Reaksi transesterifikasi yang terjadi pada biodiesel mengacu pada reaksi 2.7 (Schuchardt, *et al.*, 1998).



Kandungan asam lemak bebas yang tinggi akan memblokir reaksi pembentukan metil ester (biodiesel), dimana metanol yang seharusnya bereaksi dengan trigliserida terhalang oleh reaksi pembentukan sabun. Akibatnya konsumsi metanol



total untuk pembuatan biodiesel melonjak dari normalnya 20 % menjadi 40 %, bahkan bisa lebih tinggi lagi. Selain itu rendemen biodiesel juga menurun sebesar 20-30 %, tergantung besarnya reaksi penyabunan. Selain itu, asam lemak bebas juga mengakibatkan terbentuknya suasana asam yang dapat membuat korosi pada peralatan injeksi bahan bakar, filter tersumbat dan terjadi sedimentasi pada injektor. Minyak dengan adanya air dapat memicu terbentuknya asam lemak bebas melalui reaksi hidrolisis (Anonymous<sup>b</sup>, 2008). Menurut Gübitz, 2001, minyak yang keasamannya tinggi (contohnya minyak jarak, kapuk, *rapeseed*) tidak dapat diolah menjadi biodiesel dengan prosedur standar (transesterifikasi).

**Tabel 2.2.** Perbandingan sifat minyak jarak dengan biodiesel (ASTM PS-121)

Parameter minyak	Minyak jarak pagar	Biodiesel
Densitas pada 15° C	0,9181 g/cm <sup>3</sup>	0,85 - 0,89 g/cm <sup>3</sup>
Viskositas pada 40° C	51 cSt	1,9 – 6,0 cSt
Titik nyala	260° C	Min 100° C
Angka asam	1,0 – 38,2 mg KOH/mg	Maks 0,80 mg KOH/mg
Kadar air	1,02 %	Maks 0,050 %

## 2.9 Analisa Kadar Air

Titration *Karl Fischer* 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, iodine 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 H<sub>2</sub>O setara

dengan 10,72 Coulomb. Muatan dihitung dari perkalian antara arus yang diberikan dengan waktu elektrolisis (Anonymous<sup>c</sup>, 2008). Kelemahan dari metode titrasi *Karl Fischer* ini adalah menggunakan alat khusus dan bahan yang lebih mahal dibandingkan distilasi maupun gravimetri.

Metode distilasi 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 distilat yang didapatkan dibandingkan dengan massa/volume sampel awal. Metode ini digunakan pada sampel yang mengandung kadar air 0-25 % (Anonymous<sup>d</sup>, 2008). Metode ini memerlukan sampel dalam jumlah banyak, sedangkan dalam penelitian ini sampel yang akan diuji jumlahnya terbatas.

Selain kedua metode di atas, penentuan kadar air dalam minyak dapat dilakukan dengan cara termogravimetri (Herlina dan Ginting, 2002). Metode tersebut tidak dapat digunakan karena tidak tersedianya alat yang dapat memanaskan sampel berupa minyak sekaligus mengukur penurunan kadar air sampel. Sehingga, digunakan pendekatan metode yaitu gravimetri.

Metode gravimetri biasanya dilakukan pada larutan yang memiliki kadar air > 1 % dan pada campuran berupa serbuk dengan memanaskannya pada temperatur 105 °C sehingga diperoleh selisih massa sebelum dan sesudah pemanasan untuk menentukan kadar air dalam sampel. Perhitungan kadar air dapat dihitung berdasarkan persamaan berikut (Sudarmadji, 1989):

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

dimana  $A$  = berat sampel sebelum dipanaskan (g)

$B$  = berat sampel sesudah dipanaskan (g)

Namun kelemahan metode ini bila diterapkan untuk menguji kadar air dalam minyak adalah tidak dapat menentukan kadar air sebenarnya yang terkandung dalam sampel. Hal ini disebabkan molekul-molekul air di dalam sampel minyak terjebak di dalam molekul-molekul yang lebih besar seperti asam lemak bebas dan



trigliserida (terselimuti oleh lemak), sehingga dengan pemanasan saja sangat sulit untuk dapat menguapkan molekul-molekul air.

## **2.10 Hipotesis**

Berdasarkan literatur yang diperoleh, maka hipotesis yang diajukan adalah :

- a. Kadar kitosan dalam membran zeolit-kitosan dan tekanan saat proses filtrasi berpengaruh terhadap penurunan angka asam pada minyak jarak pagar. Penurunan angka asam meningkat dengan adanya peningkatan kadar kitosan dalam membran, dan menurun dengan peningkatan tekanan saat proses filtrasi.
- b. kadar kitosan dalam membran zeolit-kitosan dan tekanan saat proses filtrasi berpengaruh terhadap penurunan kadar air pada minyak jarak pagar. Penurunan kadar air meningkat dengan adanya peningkatan kadar kitosan dalam membran, dan menurun dengan adanya peningkatan tekanan saat proses filtrasi



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang mulai bulan Februari sampai dengan April 2009.

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

##### **3.2.1 Sampel Penelitian**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak jarak pagar (*J. 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-bahan Penelitian**

Bahan-bahan yang dibutuhkan adalah zeolit, akuades, kitosan dd 68,30 %, larutan asam asetat glasial, larutan NaOH, minyak jarak pagar, etanol 96 % teknis, dan indikator *phenolphthalein* (pp) 1 %.

##### **3.2.3 Alat-alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan adalah ayakan zeolit ukuran 30 mesh dan 40 mesh, tabung filtrasi, *ultrasonic cleaner*, kompresor, pipa U, oven, kawat kasa, botol akuades, alat pencetak zeolit (mesin press pellet), *shaker*, *stirer*, loyang plastik, neraca digital, dan alat-alat gelas untuk analisis.

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

Penelitian ini melalui beberapa tahap meliputi

##### **3.3.1 Preparasi membran**

- a) Preparasi zeolit sebagai *support material*
- b) Pembuatan *dope* kitosan 2 % b/v
- c) Pencetakan membran zeolit-kitosan

##### **3.3.2 Proses filtrasi minyak jarak**

##### **3.3.3 Uji sifat kimia dan fisika**

- a) Angka asam awal dan akhir
- b) Kadar air awal dan akhir
- c) Warna minyak jarak awal dan akhir

### 3.3.4 Analisa data

- a) Pengaruh tekanan filtrasi dan ukuran butiran zeolit terhadap penurunan angka 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 ditumbuk dan diayak menggunakan ayakan ukuran 30 mesh. Zeolit yang lolos dari ayakan ini diayak lagi menggunakan ayakan berukuran 40 mesh, sehingga zeolit yang tertahan pada ayakan kedua ini berukuran 30-40 mesh. Kemudian zeolit dengan ukuran 30-40 mesh ini dicuci dengan akuades dan dimasukkan dalam *ultrasonic cleaner*, dan dikeringkan pada temperatur 110°C hingga berat konstan.

#### 3.4.1.2. Pembuatan *dope* kitosan

Butiran kitosan sebanyak 0,5 g dilarutkan dalam 24,5 mL larutan asam asetat 2 % untuk mendapatkan larutan kitosan 2 %. *Magnetic stirer* dimasukkan ke dalam gelas beaker dan *stirer* dihidupkan selama kurang lebih 1 jam sampai tidak ada busa dalam larutan kitosan.

#### 3.4.1.3. Pencetakan membran zeolit kitosan

Zeolit dengan ukuran butiran 30-40 mesh yang telah dicuci, ditimbang sebanyak 8 g. Kemudian dicampurkan dengan 3 mL *dope* kitosan dan diaduk hingga homogen dan terbentuk pasta. Pasta tersebut dituangkan di atas matras dan diatur sehingga permukaannya rata agar tidak terdapat lubang pada membran yang terbentuk nantinya. Matras yang telah berisi pasta campuran zeolit-kitosan ditekan menggunakan mesin *press* dengan tekanan 130 kN selama 20 menit. Membran yang terbentuk dikeringkan pada suhu kamar

selama 1 hari. Perlakuan yang sama dilakukan pada zeolit dengan volume *dope* kitosan lainnya yang telah divariasikan, yaitu 3 mL; 3,5 mL; 4 mL; dan 4,5 mL.

### 3.4.2. Proses filtrasi minyak jarak pagar

Membran yang telah dikeringkan, diletakkan pada bagian tengah tabung filtrasi. Pada bagian atas dan bawah membran diberi kawat kasa untuk menyokong membran agar lebih kuat. Kemudian minyak jarak dimasukkan pada bagian atas tabung. Proses filtrasi dimulai dengan mengatur tekanan tabung yang juga divariasikan. Minyak yang jatuh ke tabung bagian bawah diambil dan ditentukan angka asamnya.

### 3.4.3. Uji sifat kimia dan fisika

#### 3.4.3.1. Uji angka asam

Sampel sebanyak 2 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer, lalu ditambahkan 25 mL alkohol 90 %. Setelah ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein, sampel dititrasi dengan NaOH 0,1 N hingga tampak warna merah muda yang stabil. Sebagai pembandingan, sebuah blanko dipersiapkan melalui prosedur yang sama. Volume NaOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas merupakan selisih antara volume NaOH untuk titrasi sampel dan blanko.

$$\text{angka asam (mg NaOH/g)} = \frac{V \times N \times Mr_{NaOH}}{w}$$

dimana  $V$  = volume NaOH–volume titrasi blanko (mL)

$N$  = normalitas NaOH (mmol.ekiv/mL)

$Mr_{NaOH}$  = 40 mg/mmol.ekiv

$w$  = berat sampel (g)

Untuk mengetahui angka asam minyak setelah diadsorpsi dapat dilakukan dengan prosedur yang sama.

#### 3.4.3.2. Uji kadar air

Kadar air dalam minyak jarak dapat ditentukan dengan menggunakan metode gravimetri. Cawan penguap yang kosong

dikeringkan dalam oven pada temperatur 105° C agar bebas dari air yang mungkin masih ada dalam cawan penguap. Setelah dikeluarkan dari oven, cawan diletakkan dalam desikator kemudian ditimbang sampai berat konstan. Setelah itu, sampel minyak dimasukkan ke dalam cawan sebanyak 1-2 g dan diletakkan di dalam oven pada temperatur 110° C selama ± 4 jam, dan ditimbang sampai didapatkan berat konstan. Kadar air dalam sampel dapat dihitung dengan rumus (Sudarmadji, 1989) :

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

dimana A = berat sampel sebelum dikeringkan (g)

B = berat sampel setelah dikeringkan (g)

### **3.5. Analisa Data**

#### **3.5.1 Pengaruh tekanan filtrasi dan kadar kitosan terhadap penurunan kadar bilangan asam dalam minyak jarak pagar**

Untuk mengetahui pengaruh tekanan filtrasi dan kadar kitosan terhadap penurunan angka asam dalam minyak jarak terlebih dahulu ditentukan perubahan angka asam dengan menghitung angka asam sebelum difiltrasi menggunakan membran zeolit-kitosan sebagai angka asam awal kemudian dibandingkan dengan angka asam minyak setelah difiltrasi. Dari kedua nilai ini akan terlihat perubahan nilai angka asam minyak awal dan akhir yang dinyatakan dalam % penurunan angka asam. Apabila hasil penelitian menunjukkan penurunan angka asam setelah difiltrasi, maka membran dapat dikatakan berhasil menurunkan angka asam dalam minyak jarak. Kemudian dibuat grafik hubungan antara tekanan filtrasi (sebagai sumbu x) terhadap % penurunan angka asam (sebagai sumbu y) dimana dalam grafik ini terdapat beberapa seri kadar kitosan (%), sehingga dapat terlihat pengaruh tekanan filtrasi dan kadar kitosan terhadap penurunan angka asam, serta diketahui tekanan filtrasi dan kadar kitosan yang optimum untuk menurunkan angka asam dalam minyak jarak pagar.



### **3.5.2 Pengaruh tekanan filtrasi dan kadar kitosan terhadap penurunan kadar air dalam minyak jarak pagar**

Penentuan perubahan kadar air dilakukan dengan menghitung kadar air minyak sebelum difiltrasi oleh membran zeolit-kitosan lalu 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. Bila 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 kadar kitosan (%), sehingga dapat terlihat pengaruh tekanan filtrasi dan jumlah kitosan terhadap penurunan kadar air, dan diketahui tekanan filtrasi dan kadar kitosan optimum untuk menurunkan kadar air dalam minyak jarak.



## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1. Pembuatan Membran Zeolit-Kitosan

Membran zeolit-kitosan dibuat dengan mengombinasikan antara zeolit alam dan kitosan. Zeolit alam yang digunakan, dicuci terlebih dulu dengan akuades menggunakan alat *ultrasonic cleaner* untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang menutupi pori-pori zeolit alam. Prinsip kerja alat ini yaitu menginduksi aliran listrik ke suatu material melalui media air. Adanya induksi ini menyebabkan butiran-butiran zeolit bergetar acak dan berbenturan satu sama lain sehingga pengotor yang terdapat pada permukaan zeolit terlepas dari permukaannya.

*Dope* kitosan yang digunakan dalam membran ini dibuat dengan melarutkan kitosan ke dalam larutan asam asetat 2 %. Penggunaan asam asetat 2 % ini karena telah cukup melarutkan kitosan tanpa memecah polimer kitosan menjadi monomer-monomernya. Ditinjau dari harga pKa asam asetat, yaitu 4,76, gugus amino pada kitosan yang memiliki pKa sebesar 6,3 akan membentuk  $-NH_3^+$ . Hal ini berpotensi menyebabkan gugus amino dari kitosan dapat menarik molekul asam lemak bebas yang bermuatan negatif pada gugus karboksilnya. Proses pembuatan membran zeolit-kitosan dilakukan dengan mengacu pada penelitian sebelumnya (Yuanita, 2009 dan Fahamzah, 2009), dimana telah disebutkan bahwa selektifitas membran berkurang pada ukuran butiran zeolit yang makin kecil, sehingga dalam penelitian ini digunakan zeolit dengan ukuran butiran yang lebih besar, yaitu 30-40 mesh, dibanding ukuran butiran zeolit yang digunakan dalam penelitian tersebut (40-60 mesh). Konsentrasi kitosan yang digunakan sebesar 2 % dengan harapan bahwa untuk ukuran butiran zeolit yang lebih besar, konsentrasi kitosan tersebut dapat berperan lebih baik dalam menurunkan angka asam. Penelitian ini juga telah dilakukan tahap optimasi awal dan didapatkan komposisi minimum dari zeolit dan kitosan, besar tekanan mesin *press* serta waktu minimum pencetakan *pellet* membran zeolit-kitosan.. Tahapan optimasi awal diperlukan untuk memperoleh membran yang dapat digunakan untuk proses pemisahan asam lemak bebas dan air pada minyak jarak. Homogenitas dan kekuatan membran ditingkatkan dengan

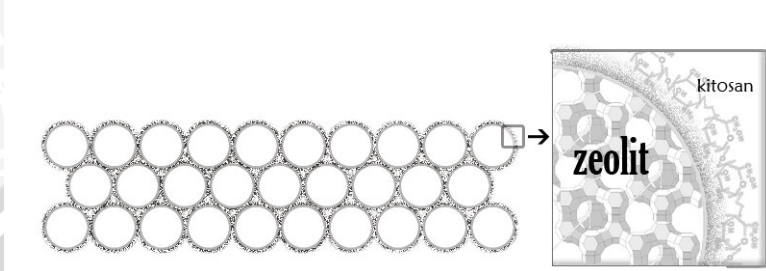
melakukan pencetakan membran dalam waktu yang lebih lama yaitu 20 menit, dengan massa zeolit sebanyak 8 g dan tekanan minimum pada proses pencetakan menggunakan mesin *press* sebesar 130 kN.

Pelapisan butiran-butiran zeolit oleh *dope* kitosan terjadi pada saat pencampuran zeolit dengan *dope* kitosan, yang disempurnakan dengan proses *press* pada cetakan (matras) membran. Dari tahap ini dihasilkan membran zeolit-kitosan dengan diameter 6 cm dan tebal  $\pm 1,55$  mm. Membran yang masih basah kemudian dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada temperatur  $110^{\circ}\text{C}$  untuk menghilangkan air dan pelarut dari kitosan yang masih tertinggal pada membran. Membran zeolit-kitosan disimpan dalam wadah yang tertutup rapat setelah kering. Untuk mengetahui kering atau tidaknya membran dilakukan penimbangan membran sebelum dan sesudah dikeringkan di dalam oven dengan mencari berat konstan membran setelah dikeringkan. Berat konstan didapatkan jika membran yang telah dikeluarkan dari oven, disimpan dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang memiliki berat yang tetap setelah metode ini dilakukan berulang.

Membran zeolit-kitosan termasuk dalam golongan membran berpori berdasarkan struktur dan prinsip pemisahannya. Menurut Mulder (1996), membran golongan ini memiliki ruang terbuka atau kosong dan memiliki berbagai macam jenis pori dalam membran. Dengan demikian, selektifitas membran ditentukan berdasarkan hubungan antara ukuran pori dan ukuran partikel yang dipisahkan. Dalam membran zeolit-kitosan, zeolit berperan sebagai material pendukung yang bersifat sebagai adsorben serta memiliki selektifitas berdasarkan ukuran molekul (*molecular sieve*) dan polaritas dari adsorbat. Zeolit bersifat *molecular sieve* artinya mempunyai pori-pori yang seragam, namun zeolit jenis ini mengalami penurunan kemampuan penyerapan bila terdapat zat-zat seperti minyak, olefin, dan diolefin (Savary, 2004). Kitosan berperan sebagai media perekat butiran-butiran zeolit yang bersifat sebagai adsorben hidrofilik. Oleh karena itu, kitosan baik untuk mengadsorpsi air dan membentuk membran hidrogel ketika bereaksi dengan air (Wang, *et al.*, 2004). Kitosan juga berpotensi mengikat asam lemak bebas karena gugus amino yang dimilikinya.

Gambar 4.1 menerangkan bahwa tiap-tiap butiran zeolit dalam membran terlapisi oleh kitosan di bagian permukaannya.

kitosan melapisi butiran-butiran zeolit semakin merata dengan meningkatnya kadar kitosan di dalam membran zeolit-kitosan.



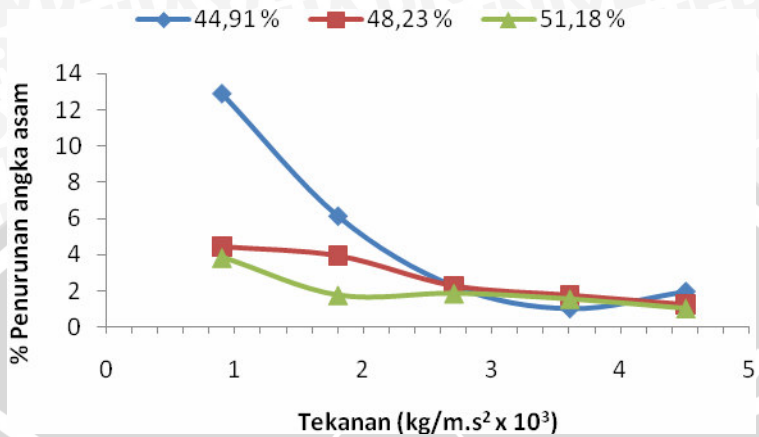
**Gambar 4.1.** Pelapisan *dope* kitosan pada butiran zeolit

#### 4.2 Pengaruh Kadar Kitosan pada Membran Zeolit-Kitosan dan Tekanan Filtrasi terhadap Perubahan Angka Asam dalam Minyak Jarak Pagar (*J. Curcas L.*)

Angka asam minyak jarak pagar sebelum dan sesudah proses pemurnian menggunakan membran zeolit-kitosan ditentukan dengan metode 3.4.3.1, dan ditentukan penurunan angka asam sebelum dan sesudah melalui persamaan yang tercantum dalam 2.9.

**Tabel 4.1.** Hasil Penurunan Angka Asam pada Minyak Jarak Pagar Hasil Filtrasi dengan Membran Zeolit-Kitosan

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	penurunan angka asam tiap variasi kadar kitosan dalam membran (%)			
	41,14 %	44,91 %	48,23 %	51,18 %
0,9	3,71	12,89	4,44	3,85
1,8	4,78	6,14	3,93	1,77
2,7	1,66	2,29	2,28	1,87
3,6	6,96	1,04	1,76	1,56
4,5	3,43	1,98	1,24	1,04



**Gambar 4.2.** Pengaruh kadar kitosan pada membran zeolit-kitosan dan tekanan filtrasi terhadap penurunan angka asam

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin besar kadar kitosan dalam membran zeolit-kitosan dan semakin besar tekanan yang diberikan saat proses filtrasi, tingkat penurunan angka asam dalam minyak jarak pagar semakin mengecil. Dengan demikian, semakin banyak kadar kitosan dalam membran maka semakin banyak pula kadar kitosan yang melapisi permukaan butiran zeolit. Secara alami, distribusi kitosan pada permukaan membran juga meningkat. Hal ini mengakibatkan derajat *swelling* dari kitosan akan mengalami penurunan. Derajat *swelling* berpengaruh terhadap kemampuan adsorpsi kitosan, semakin besar derajat *swelling* maka semakin besar pula kemampuan kitosan untuk mengadsorpsi. Oleh karena itu, tampak pada Gambar 4.2, dalam kondisi tekanan filtrasi yang sama, tingkat penurunan angka asam untuk kadar kitosan yang lebih kecil, lebih tinggi dibandingkan membran dengan kadar kitosan yang lebih besar.

Membran dengan kadar kitosan 44,91 % ternyata menghasilkan penurunan angka asam yang paling baik, yaitu 12,89 %, dengan tekanan  $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ , bila dibandingkan antara membran dengan variasi kadar kitosan yang lain. Namun dengan tekanan yang lainnya pada satu variasi kadar kitosan, penurunan



angka asam hasil filtrasi menggunakan membran zeolit-kitosan dengan kadar kitosan 44,91 % tidak memberikan perbedaan yang tajam. Sehingga, dengan kadar kitosan yang lebih tinggi penurunan angka asam terjadi dengan dibatasi penurunan derajat *swelling* dari kitosan itu sendiri.

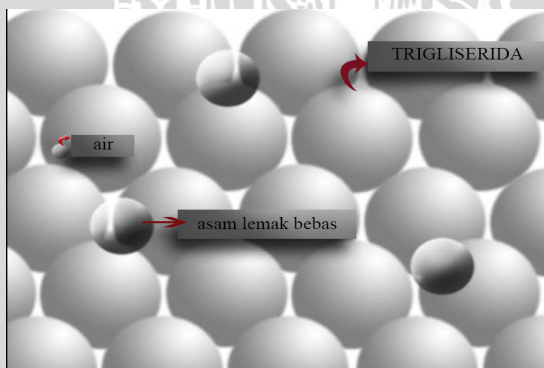
Penelitian terhadap membran dengan variasi kadar kitosan 41,13 % juga dilakukan dalam penelitian ini. Namun, dengan kadar kitosan tersebut, proses filtrasi tidak berjalan optimal sehingga hasil yang didapat juga tidak bisa dipertimbangkan untuk dapat dikaji lebih mendalam. Kondisi ini diduga karena permukaan membran belum terlapisi secara merata, sehingga pori-pori membran masih terlalu lebar. Hal ini menyebabkan waktu kontak antara minyak jarak pagar dengan membran zeolit-kitosan dalam proses filtrasi terlalu singkat. Oleh karena itu, komponen asam lemak bebas maupun air tidak dapat difiltrasi dengan baik.

Zeolit dalam membran zeolit-kitosan berfungsi sebagai adsorben yang mengadsorpsi asam lemak bebas berdasarkan selektifitas porinya. Zeolit hanya dapat menjebak atau menyerap molekul dengan ukuran tertentu, yaitu molekul dengan ukuran lebih kecil atau sama dengan ukuran porinya. Hal ini sesuai dengan prinsip kromatografi eksklusi dimana fase diam yang memiliki banyak pori dengan ukuran yang seragam digunakan untuk memisahkan campuran berdasarkan perbedaan ukuran molekulnya. Molekul-molekul kecil akan memasuki pori-pori sedangkan molekul besar akan melewati sela-sela lebih cepat bila dibandingkan dengan molekul yang melewati pori-porinya. Jadi urutan elusi mula-mula adalah molekul yang lebih besar, molekul sedang, dan terakhir molekul yang paling kecil (Rouessac, 2007). Jadi, ukuran pori merupakan faktor penting yang berperan dalam proses adsorpsi. Bila ukuran pori lebih kecil dibanding molekul, maka molekul tersebut akan sulit masuk ke dalam pori atau ruang-ruang yang terdapat dalam zeolit. Sebaliknya, molekul dengan ukuran yang lebih kecil mudah berpenetrasi ke dalam pori. Ukuran suatu molekul berkaitan dengan bentuk geometri molekul, sehingga bentuk molekul juga berpengaruh terhadap proses adsorpsi. Prinsip inilah yang menjelaskan bagaimana zeolit mampu menjebak asam lemak bebas dari minyak jarak karena diperkirakan asam lemak bebas memiliki ukuran dan bentuk molekul yang lebih kecil atau sesuai pori-pori

pada zeolit. Namun, kemampuan adsorpsi zeolit dapat menurun dengan adanya minyak, olefin, dan diolefin. Karena itulah dalam membran ini, kitosan lebih banyak berperan dan lebih dominan dalam menyerap air dan asam lemak bebas.

Menurut Sathivela dan Prinyawiwatkul (2004), kitosan memiliki kemampuan menyerap asam lemak bebas lebih tinggi dibandingkan karbon aktif dan tanah aktif. Hal ini disebabkan adanya gugus amino pada kitosan yang mampu mengadsorpsi sejumlah asam lemak bebas seperti asam oleat yang terkandung dalam minyak. Mekanisme pengikatan asam lemak bebas oleh kitosan ini belum dapat dijelaskan secara mendalam karena masih dalam tahap penelitian. Namun diduga bahwa dengan adanya gugus amino dari kitosan yang bermuatan positif ( $-\text{NH}_3^+$ ), akan menyebabkan muatan negatif dari asam-asam lemak akan terikat secara elektrostatik. Hal ini diperkuat oleh harga pKa kitosan sebesar 6,2-6,8 yang mengakibatkan gugus amino pada kitosan sebagian besar akan bermuatan positif pada pH < 6,2 (Rismana, 2003).

Kelimpahan komponen asam lemak bebas maupun air dalam minyak jarak pagar jauh lebih kecil dibandingkan kelimpahan lemak (trigliserida). Perbandingan (v/v) tersebut berkisar 40 % trigliserida, 5 % asam lemak, dan 1 % air. Oleh karena itu, diduga keberadaan molekul asam lemak bebas dan air tersebut dikelilingi oleh molekul-molekul lemak yang stereokimia molekulnya lebih besar. Gambar 4.3 merupakan ilustrasi dari kemungkinan keberadaan molekul asam lemak bebas dan air dalam fasa ruah minyak jarak pagar.

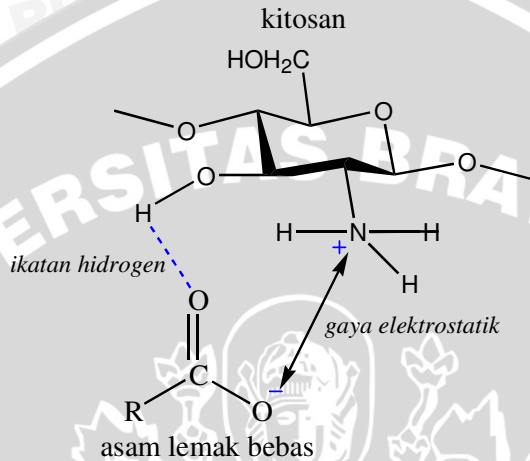


**Gambar 4.3.** Perbandingan ukuran molekul air, asam lemak bebas dan trigliserida

Mobilisasi molekul dalam melewati membran zeolit-kitosan akan dipercepat dengan adanya tekanan dari atas ke bawah yang diberikan saat proses filtrasi. Tekanan filtrasi ini akan mengganggu posisi molekul-molekul lemak yang menyelimuti molekul asam lemak yang mengakibatkan pergeseran molekul asam lemak dari bagian dalam selimut lemak menuju ke bagian luar. Hal ini dapat meningkatkan probabilitas terjadinya adsorpsi molekul asam lemak bebas oleh kitosan pada permukaan membran zeolit-kitosan, mengingat adsorpsi dapat berlangsung jika terjadi interaksi langsung antara adsorbat dengan adsorben. Dalam gambar 4.2, tampak bahwa pada tekanan filtrasi yang lebih rendah ternyata penurunan angka asam lemak lebih besar. Pada tekanan filtrasi yang lebih besar, gaya dorong yang diberikan kepada minyak jarak pagar untuk melewati membran juga semakin besar. Dengan demikian, waktu kontak antara asam lemak bebas dengan kitosan menurun, sehingga menyebabkan adsorpsi asam lemak bebas oleh kitosan semakin kecil.

Proses adsorpsi yang mungkin terjadi dalam penelitian ini adalah adsorpsi fisik dimana asam lemak teradsorpsi dengan melibatkan gaya *van der Waals*. Sifat dari adsorpsi fisik adalah proses adsorpsi hanya dapat terjadi pada suhu dibawah titik didih adsorbat, yang telah sesuai dengan penelitian ini yaitu proses adsorpsi dilakukan pada suhu kamar ( $\pm 25^{\circ}\text{C}$ ), sementara titik didih minyak jarak pagar sebagai adsorbat mencapai  $260^{\circ}\text{C}$ . Keterlibatan gaya *van der Waals* dalam proses ini juga mengambil peranan penting dalam penurunan angka asam yang semakin besar dengan adanya peningkatan tekanan filtrasi. Karena adanya pengaruh besarnya tekanan filtrasi yang bergerak melewati membran zeolit-kitosan bersamaan dengan molekul-molekul lemak sebagai permeat, menyebabkan lebih banyak molekul asam lemak bebas yang terdesorpsi. Hal ini diakibatkan oleh ikatan yang terbentuk antara molekul asam lemak bebas dengan zeolit dan kitosan tidak cukup kuat. Adanya tekanan filtrasi yang diberikan, juga memungkinkan terjadi pemutusan ikatan hidrogen disebabkan energi yang diberikan terlalu besar. Hal ini diduga menjadi salah satu faktor relatif rendahnya penurunan angka asam. Namun dalam penelitian ini banyak faktor yang terlibat dan berpengaruh terhadap penurunan angka asam oleh membran zeolit-kitosan yang belum dapat dijelaskan secara mendalam karena dibutuhkan penelitian lebih

lanjut. Salah satu faktor tersebut adalah hidrodinamika yang melibatkan dua fase berbeda yaitu fase padat dan cair dimana keduanya juga memiliki perbedaan polaritas.

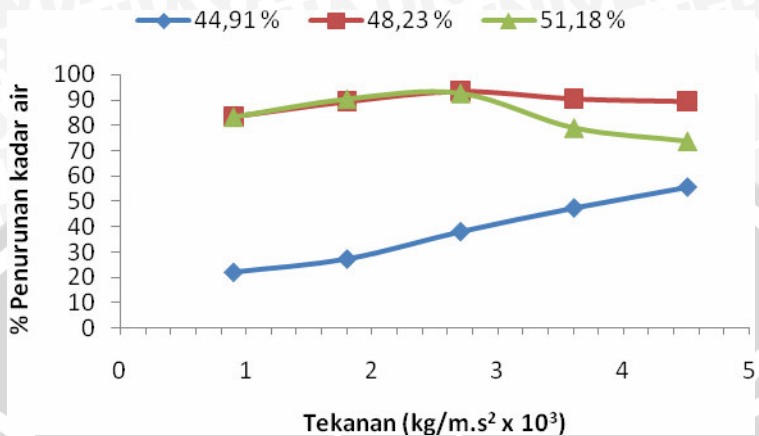


**Gambar 4.4.** Interaksi yang terjadi antara kitosan dengan molekul asam lemak bebas

### 4.3 Pengaruh Kadar Kitosan pada Membran Zeolit-Kitosan serta Tekanan Filtrasi terhadap Perubahan Kadar Air dalam Minyak Jarak Pagar (*J. curcas L.*)

Kadar air dalam minyak jarak pagar hasil filtrasi menggunakan membran zeolit-kitosan ternyata juga mengalami penurunan. Kadar air minyak jarak pagar sebelum dan sesudah proses pemurnian menggunakan membran zeolit-kitosan ditentukan dengan metode 3.4.3.2, dan ditentukan penurunan kadar air sebelum dan sesudah melalui persamaan 3.1.





**Gambar 4.5.** Pengaruh kadar kitosan pada membran zeolit-kitosan dan tekanan filtrasi terhadap penurunan kadar air

Gambar 4.5 menunjukkan bahwa metode pemurnian minyak jarak pagar menggunakan membran zeolit-kitosan ini juga berpengaruh pada kadar air dalam minyak jarak pagar itu sendiri. Walaupun kadar air awal yang terdeteksi dari minyak jarak pagar ini telah memenuhi kriteria standar minyak jarak sebagai biodiesel, namun penurunan kadar air yang terjadi masih berlangsung cukup tinggi. Secara umum, dengan bertambahnya kadar kitosan dan tekanan filtrasi yang digunakan pada membran zeolit-kitosan, menyebabkan peningkatan persentase penurunan kadar air hingga tekanan filtrasi  $\pm 2,7 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ . Untuk dua variasi tertinggi kadar kitosan dalam membran zeolit-kitosan, persentase penurunan kadar air mengalami penurunan mulai tekanan filtrasi  $3,6 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ . Sedangkan untuk variasi jumlah kitosan terendah dalam membran zeolit-kitosan, tetap mengalami peningkatan walaupun nilainya masih jauh dibawah dua variasi jumlah kitosan lainnya.

Membran zeolit-kitosan pada dasarnya dibentuk oleh dua komponen yang memiliki hidrofilisitas yang tinggi, sehingga kombinasi dari kedua materi tersebut diharapkan mampu untuk melakukan adsorpsi terhadap molekul air dari suatu larutan dengan baik. Hanya saja, zeolit sebagai material pendukung yang juga bersifat sebagai adsorben yang hidrofilik mengalami penurunan

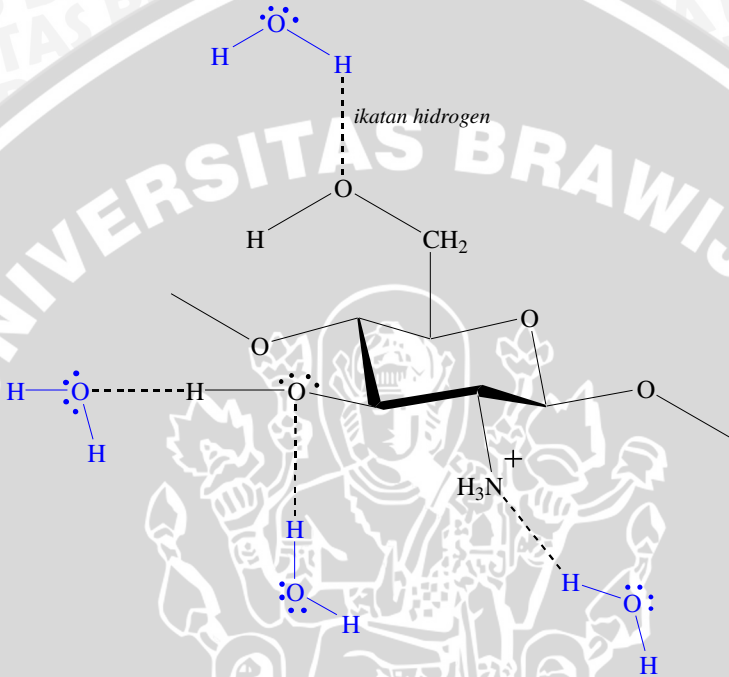


kemampuan mengadsorpsi dalam kondisi larutan yang mengandung minyak (Savary, 2004). Sehingga, dengan adanya kitosan yang tidak terpengaruh oleh keadaan ini, diharapkan dapat mengadsorpsi molekul air bebas yang ada dalam minyak jarak pagar.

Penurunan persentase penurunan kadar air pada dua variasi kadar kitosan tertinggi diduga karena dalam proses filtrasi terjadi mekanisme adsorpsi air oleh membran zeolit-kitosan yang bersifat hidrofilik. Telah disebutkan sebelumnya bahwa semakin banyak jumlah kitosan dalam membran zeolit-kitosan maka semakin berkurang derajat *swelling* yang dimiliki oleh kitosan dalam membran ini. Artinya, derajat *swelling* juga akan mengalami penurunan bila jumlah air dalam larutan campurannya juga berkurang. Pada proses adsorpsi air oleh kitosan dalam membran ini, diduga terjadi suatu interaksi antara kitosan dan air. Interaksi tersebut melibatkan ikatan hidrogen yang terbentuk antara atom O dari molekul air dan atom H dari gugus amino pada kitosan. Penurunan persentase kadar air pada kisaran tekanan optimum  $\pm 2,7 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  terjadi karena kadar air dalam minyak jarak sangat kecil, yaitu sekitar 1 %. Sehingga, tidak terjadi perbedaan yang cukup besar pada penurunan kadar air optimumnya serta tidak mampu mengadsorpsi seluruh molekul air yang terkandung dalam minyak jarak pagar. Namun tidak demikian dengan variasi kadar kitosan terendah. *Swelling* yang terjadi dalam membran tersebut dapat lebih leluasa terjadi. Hal ini dimungkinkan karena belum terlapisinya seluruh permukaan butiran zeolit, yang menyebabkan air dapat teradsorpsi lebih banyak seiring peningkatan tekanan filtrasi. Sayangnya, jumlah kitosan sekian belum mampu memenuhi kebutuhan membran zeolit-kitosan untuk menyerap air lebih banyak lagi. Karena belum terlapisinya seluruh permukaan butiran zeolit menyebabkan berkurangnya gugus amino dan hidroksil yang berfungsi mengikat air pada minyak jarak pagar. Karena itu bila dibandingkan secara umum, membran zeolit-kitosan dengan variasi jumlah kitosan lebih tinggi dapat menyerap air lebih banyak dibandingkan variasi kitosan yang lebih rendah.

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

memudahkan pendonoran pasangan elektron bebas yang dimilikinya ke atom lain. Kombinasi ini menyebabkan ikatan hidrogen yang terbentuk menjadi kuat dengan energi sekitar 7 kkal/mol (Fessenden dan Fessenden, 1994).



**Gambar 4.6.** Ikatan hidrogen yang dibentuk gugus amino dari kitosan dengan molekul air

Adsorpsi yang dilakukan oleh zeolit terhadap air berdasarkan aspek polaritas yang merupakan ciri khas selektivitas zeolit dalam teknik pemisahan membran (Rahmatullah, dkk., 2007). Hal ini mendasari adanya adsorpsi lain yang mungkin terjadi terhadap air yang dilakukan oleh zeolit, walaupun kemampuannya ini tidak sebaik pada kondisi tanpa adanya minyak. Berdasarkan prinsip *like dissolve like*, dimana suatu molekul akan cenderung berpindah pada suatu fasa yang memiliki kepolaran hampir sama dengan molekul tersebut, maka zeolit yang memiliki kepolaran tinggi cenderung untuk menjebak molekul-molekul yang bersifat lebih polar seperti air kedalam pori-pori yang dimilikinya. Oleh karena itu, diduga hal ini

juga berperan dalam peningkatan persentase penurunan kadar air dalam minyak jarak pagar hasil pemurnian menggunakan membran zeolit-kitosan.

Ukuran dan jumlah molekul air jauh lebih kecil dibandingkan dengan molekul asam lemak bebas dalam minyak jarak pagar. Oleh sebab itu, besar kemungkinan molekul air juga dikelilingi oleh molekul-molekul lemak sebagaimana yang terjadi pada molekul asam lemak bebas. Peningkatan persentase penurunan kadar air yang terjadi pada dua variasi jumlah kitosan tertinggi berlangsung optimum pada tekanan  $\pm 2,6 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ . Hal ini dimungkinkan terjadi karena pada tekanan filtrasi yang optimum tersebut molekul air mengalami pergeseran posisi paling cepat dari tengah ke bagian luar selimut lemak, yang menyebabkan tingginya penyerapan molekul air oleh membran. Hal ini dilanjutkan dengan kemungkinan terjadinya desorpsi air yang rendah pada ikatan hidrogen yang dibentuk molekul air dengan gugus amino pada kitosan maupun adsorpsi oleh pori-pori zeolit. Interaksi antara molekul air dengan gugus amino dari kitosan ini akan semakin singkat dengan bertambahnya tekanan yang diberikan. Selain itu, jika tekanan yang diberikan melebihi tekanan optimumnya, akan mencapai energi yang cukup untuk melepaskan ikatan hidrogen antara gugus amino dari kitosan dengan molekul air sehingga terjadilah desorpsi molekul air ke fasa minyak, dan molekul air akan terdorong ke bawah oleh gaya tekan dari atas bersama *permeat*. Hal ini berkaitan dengan ukuran molekul air yang kecil sehingga dapat dengan mudah bergerak baik melalui pori-pori membran ataupun zeolit sebagai *molecular sieving*. Hal inilah yang mungkin terjadi pada dua variasi jumlah kitosan tertinggi.

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1. Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa penurunan angka asam meningkat dengan semakin rendahnya kadar kitosan dan tekanan filtrasi yang diberikan. Penurunan angka asam dalam minyak jarak pagar paling tinggi diperoleh dari hasil pemurnian menggunakan membran zeolit-kitosan dengan kadar kitosan 44,91 % dan tekanan filtrasi  $0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  yaitu sebesar 12,89 %.

Penurunan kadar air relatif lebih besar pada kadar kitosan yang lebih tinggi. Penurunan kadar air mencapai optimum pada kisaran tekanan filtrasi  $2,7 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  dan kadar kitosan 48,31 %, yaitu sebesar  $\pm 92$  %. Hasil ini berbeda dengan hipotesis.

### 5.2. Saran

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa hendaknya dilakukan proses filtrasi menggunakan tekanan antara  $0-0,9 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$  dan kadar kitosan 44,91 %, untuk mendapatkan penurunan angka asam yang lebih besar. Untuk penelitian selanjutnya, metode penentuan kadar air dalam minyak jarak yang lebih baik dan tepat adalah metode *Karl Fishcer* agar kadar air yang terukur lebih akurat.. Selain itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh derajat *swelling* terhadap kekuatan mekanik dan kemampuan adsorpsi membran zeolit-kitosan. Hal ini diperlukan agar dapat diketahui secara lebih mendalam peranan kitosan dalam membran zeolit-kitosan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous<sup>a</sup>, 2008, **Zeolit**, artikel dari <http://www.chem-is-try.org>
- Anonymous<sup>b</sup>, 2006, **Mengapa Minyak Jarak Murni**, <http://jatrophaxpedition.blogspot.com/2006/07/mengapa-minyak-jarak-murni.html>
- Anonymous<sup>c</sup>, 2008, **Karl Fischer Titration Basic**, EMD Chemicals Inc., Gibbston, New York, diakses dari <http://www.emdchemicals.com>
- Anonymous<sup>d</sup>, 2008, **Standard Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation**, ASTM D-95, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA, 19428-2959 USA, diakses dari <http://www.astm.org/Standards/petroleum-standards.html>
- Anonymous<sup>e</sup>, 1998, **Penentuan Angka Asam**, SNI 01-2352-1998
- Beppu, M.M., and C.C. Santana, 2002, **Influence of Calcification Solution on Invitro Chitosan Mineralization**, Faculdade de Engenharia Quimica, Brazil, <http://www.scielo.br/pdf/mr/v5ni/a08v05nl.htm>, diakses 20 September 2008
- Binkley, 1971, **The Merck Index**, Merck and Co., New Jersey
- Castellan, G.M., 1983, **Physical Chemistry**, 5<sup>th</sup> edition, Mc. Graw Hill Book Company, Singapore, pp : 867-868
- Chandrasekaran, R., 1992, **Frontiers in Carbohydrate Research-2**, Elsevier Applied Science, London
- Fahamzah, J., 2009, **Pengaruh Konsentrasi Kitosan dan Tekanan Filtrasi pada Membran Zeolit-Kitosan terhadap Pemisahan FFA dan Air dari Minyak Jarak Pagar**, Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, Malang
- Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden, 1994, **Kimia Organik**, diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A.H., Jilid 2, Ed. III, Erlangga, Jakarta.



- Flanigen, E.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 Jatropha Oil Blends in a Diesel Engine**, Renewable Energy 29 : 1135 – 1145.
- Gübitz, G.M., M. Mittelbach, and M. Trabi, 1999, **Exploitation of The Tropical Oil Seed Plant Jatropha Curcas L. Bioresource Technology**, Graz University of Technology, Austria
- Harimurti, N., 2007, **Pemanfaatan Teknologi Membran Dalam Proses Pemisahan Gum (Degumming) dari Minyak Jarak Pagar Kasar (Crude Jatropha curcas oil)**, Balai Besar penelitian dan Pengembangan Pascapanen Pertanian, Bogor
- Herlina, N., dan H.S. Ginting, 2002, **Lemak dan Minyak**, Fakultas Teknik Jurusan Teknik Kimia Universitas Sumatera Utara, Sumatera Utara
- Hidayat, T., Djajeng S., dan Risfaheri, 2005, **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, 5<sup>th</sup> ed., A 6:pp 231 – 232
- House, R.F., and D.M. Smith, 2004, **Anhydride-Modified Chitosan, Method Of Preparation Thereof, and Fluids Containing Same**, <http://www.freepatentsonline.com/6656885.html>, diakses 3 Oktober 2008
- Khopkar, S.M., 1990, **Konsep Dasar Kimia Analitik**, Penerjemah : A. Saptorahardjo, Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta

- Kim, I.C., J.H. Kim, K.H. Lee, and T.M. Tak, 2002, **Phospholipid Separation (Degumming) from Crude Vegetable Oil by Polyimide Ultrafiltration Membrane**, Journal of membrane Science 205 : 113-123
- Kittur, A.A., S.S. Kulkarni, M.I. Aralaguppi, and M.Y. Kariduraganavar, 2004, **Preparation and Characterization of Novel Pervaporation Membranes for The Separation of Water–Isopropanol Mixtures Using Chitosan and NaY Zeolite**, Department of Chemistry and Center of Excellence in Polymer Science, Karnatak University, Dharwad 580003, India
- Krajewska, B., 2001, **Diffusional Properties of Chitosan Hydrogel Membranes**, Journal Chemical Technology Biotechnology 76 : 636-642
- Lakshminarayanaiah, N., 1976, **Membrane Electrode**, Academic Press, New York
- Lin, L., Rhee K.C., and Koseoglu S.S., 1997, **Bench Scale Membrane Degumming of Crude Vegetable Oil : Process Optimization**, Journal of Membrane Science 134, pp : 101 – 108
- Manjula, S., and Subramanian R., 2006, **Membrane Technology in Degumming, Dewaxing, Deacidifying and Decolorizing Edible Oils**, Critical Review in Food Science and Nutrition. 46 : 569-592.
- Mulder, M., 1991, **Basic Principles of Membrane Technology**, Kluwer Academic Publisher, London
- Noureddini, H., and D. Zhu, 1997. **Kinetics of Transesterification of Soybean Oil**. Journal American Organization of Chemical Society, 74 (11) : 1457-1463
- Pagliari, C., 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.
- Rasidi, 2004, **Kinetika Esterifikasi Asam Lemak Bebas dari Minyak Sawit**, Fakultas Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung, Central Library Institute Technology Bandung, Bandung
- Rifan, M., 2005, **Zeolit, Kristal Ajaib dari Gunung Berapi**, Majalah ACID Edisi III/Tahun V/Mei 2005, Bandar Lampung
- Rismana, E., 2003, **Serat Kitosan Mengikat Lemak**, <http://www2.kompas.com/kompascetak.htm>, tanggal akses 23 Oktober 2008
- Roberts, G.A.F., 1992, **Chitin Chemistry**, McMillan, London
- Rouessac, F., and Rouessac A., 2007, **Chemical Analysis Modern Instrumentation Methods and Techniques**, Second Edition, John Wiley & Sons, Ltd.
- Routenbach, R., and Albrecht, 1989, **Membrane Process**, John Wiley and Sons, Chichester
- Ruiz, M., 2002, **Development of Techniques Based on Natural Polymers for The Recovery of Precious Metal**, *Adv. Chitin. Sci.* 6: 1017-1040
- 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 2005
- Sastiono A., 1991, **Karakterisasi Mineral Zeolit dan Pemanfaatan di Bidang Pertanian**, Jurnal Ilmu Pengetahuan Indonesia, hal 20-28

- Schuchardt, U., R. Sercheli, and R.M. Vargas, 1998. **Transesterification of Vegetable Oils: A Review**, Journal Brazilian Chemical Society, 9 (3)
- Sudarmadji, S., 1989, **Prosedur Analisa Untuk Bahan Makanan Dan Pertanian, Edisi Ketiga**, Liberty, Yogyakarta
- 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](http://www.library.usu.ac.id/digital_library/kitosan)
- Sujarwadi, 1997, **Sekilas tentang Zeolit**, Pusat Pengembangan Teknologi Mineral, Bandung
- Suyartono P., dan Husaini, 1992, **Kegiatan Litbang Zeolit Indonesia**, Periode 1990-1991, Majalah Pertambangan dan Energi, Jakarta, hal 1041
- Syah, A., 2006, **Biodiesel Jarak Pagar : Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan**, Agromedia Pustaka, Jakarta
- 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
- Yuanita, C.E., 2009, **Pengaruh Ukuran Butiran Zeolit dan Tekanan Filtrasi dalam Mengurangi Kadar Air dan Kadar *Free Fatty Acid* (FFA) pada Minyak Jarak Menggunakan Membran Zeolit-Kitosan**, Jurusan Kimia Universitas Brawijaya, Malang
- Yuliani, S., 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 Analis, Bogor



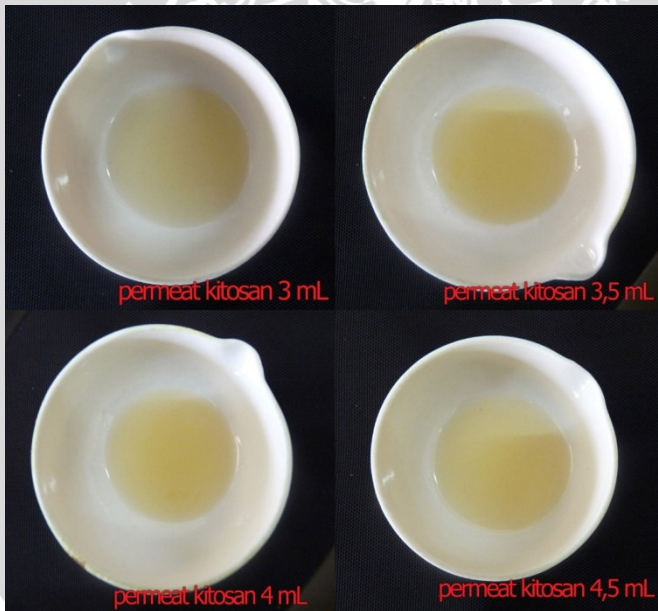
## LAMPIRAN

### Lampiran 1 Gambar - gambar

#### L.1.1.a Minyak Jarak Pagar Sebelum Proses Pemisahan



#### L.1.1.b Minyak Jarak Pagar Setelah Proses Pemisahan





## L.1.2 Membran Zeolit-Kitosan

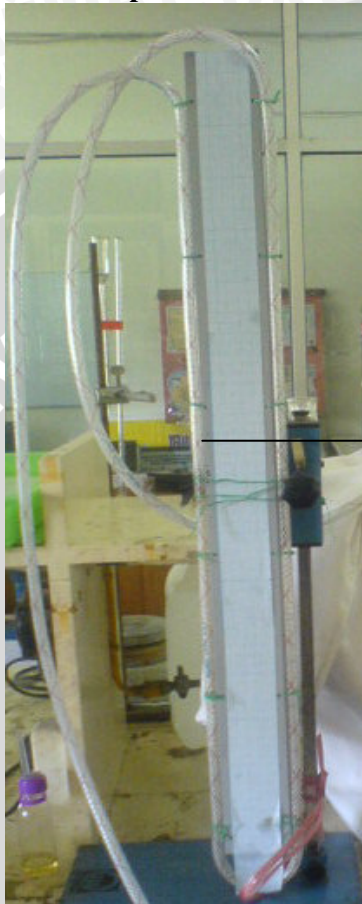
### L.1.2.a Membran zeolit-kitosan sebelum digunakan



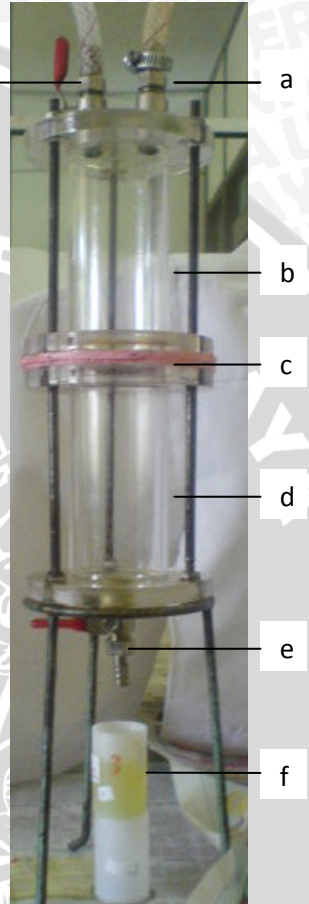
### L.1.2.b Membran zeolit-kitosan setelah digunakan



### L.1.3 Pipa U dan Sel Filtrasi



Pipa U



Sel Filtrasi

- Keterangan :
- a. *Input* tekanan
  - b. Tangki penampung feed minyak
  - c. Tempat membran zeolit-kitosan
  - d. Tangki penampung *permeat*
  - e. Klep output *permeat*
  - f. Penampung *permeat*
  - g. *Output* tekanan ke pipa U
  - h. Skala pipa U

## Lampiran 2 Preparasi larutan dan pembakuan

### L.2.1 Preparasi larutan Asam Asetat 2% ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )

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.2.2 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 ditandabatkan dengan penambahan etanol 96 %.

### L.2.3 Preparasi larutan NaOH 0,1 N

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

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

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

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

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

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.2.4 Preparasi Larutan Asam Oksalat ( $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 0,1 N

$$\text{BM } \text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 126,07 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ekivalen } \text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 2$$

$$\text{Mol ekivalen } \text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \text{mol } \text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

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 :

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

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

$$\begin{aligned} \text{Normalitas } C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O &= \frac{0,6576 \text{ g}}{126,07 \text{ g/mol} \times 2} \\ &= \frac{0,6576 \text{ g}}{252,14 \text{ g/mol}} \\ &= 0,1043 \text{ N} \end{aligned}$$

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

### L.2.5 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 fenoltalein. Kemudian larutan tersebut dititrasi dengan larutan NaOH 0,1 N dan dicatat volume NaOH yang diperlukan. Dilakukan duplo, lalu dihitung Normalitas larutan NaOH :

$$\begin{aligned} \text{Ekiv } H_2C_2O_4 &= \text{Ekiv NaOH} \\ [H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O] &= [NaOH] \\ 0,1043 \text{ N} \times 5 \text{ mL} &= [NaOH] \times 5,37 \text{ mL} \\ [NaOH] &= 0,09713 \text{ N} \end{aligned}$$

## Lampiran 3 Perhitungan

### L.3.1 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

$\rho_f$  : massa jenis minyak jarak

$\rho$  : 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.3.2 Konversi Ukuran Zeolit Alam Turen

Diameter butiran zeolit alam turen :

$$30 \text{ mesh} = 0,0234 \text{ inch} \times 25,4 = 0,5945 \text{ mm}$$

$$40 \text{ mesh} = 0,0165 \text{ inch} \times 25,4 = \underline{0,4191 \text{ mm}} + 1,0136 \text{ mm}$$

Diameter butiran zeolit alam turen rata-rata :

$$\begin{aligned} &= \frac{0,5945 + 0,4191}{2} \\ &= 0,5068 \text{ mm} \end{aligned}$$

### L.3.4 Konversi Volume Kitosan Menjadi Kadar Kitosan

$$m_1 = 47,031 \text{ g}$$

$$m_2 = \frac{47,046 \text{ g} + 94,077 \text{ g}}{2}$$

Massa *dope* kitosan rata-rata :

$$\begin{aligned} &= \frac{47,046 + 94,077}{2} \\ &= 47,0385 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\rho_{\text{dope kitosan}} = \frac{47,0385 \text{ g}}{28,9 \text{ mL}}$$

$$= 1,8635 \text{ g/mL}$$



Perhitungan kadar kitosan dalam membran :

- $\rho_{\text{vol.3 mL}} = 1,8635 \text{ g/mL} \times 3 \text{ mL} = 5,5905 \text{ g}$

$$\text{kadar kitosan} = \frac{5,5905 \text{ g}}{(5,5905 + 8) \text{ g}} \times 100 \% \\ = 41,14 \%$$

- $\rho_{\text{vol.3,5 mL}} = 1,8635 \text{ g/mL} \times 3,5 \text{ mL} = 6,5223 \text{ g}$

$$\text{kadar kitosan} = \frac{6,5223 \text{ g}}{(6,5223 + 8) \text{ g}} \times 100 \% \\ = 44,91 \%$$

- $\rho_{\text{vol.4 mL}} = 1,8635 \text{ g/mL} \times 4 \text{ mL} = 7,454 \text{ g}$

$$\text{kadar kitosan} = \frac{7,454 \text{ g}}{(7,454 + 8) \text{ g}} \times 100 \% \\ = 48,23 \%$$

- $\rho_{\text{vol.4,5 mL}} = 1,8635 \text{ g/mL} \times 4,5 \text{ mL} = 8,3858 \text{ g}$

$$\text{kadar kitosan} = \frac{8,3858 \text{ g}}{(8,3858 + 8) \text{ g}} \times 100 \% \\ = 51,18 \%$$

### L.3.4 Perhitungan angka asam

$$\text{angka asam (b/b)} = \frac{V \times N}{\text{massa}}$$

Contoh perhitungan angka asam dalam minyak jarak pagar:

Volume NaOH titrasi I = 4,44 ml

Volume NaOH titrasi II = 4,50 ml

Volume NaOH titrasi rata-rata = 4,47 ml

Normalitas NaOH = 0,09713 N

Massa sampel = 2 g

angka asam (b/b) =

$$\frac{4,47 \text{ ml} \times 0,09713 \text{ mmol.ekiv/ml} \times 40^{\text{mg}} / \text{mmol.ekiv}}{2 \text{ g}}$$

angka asam (b/b) = 8,6834 mg NaOH/g

### Contoh perhitungan % penurunan angka asam

- Untuk tekanan  $0,901 \times 10^3 \text{ kg/m.s}^2$ ; kadar kitosan 44,9123 % :

$$\begin{aligned} \text{Penurunan angka asam} &= (\text{Angka Asam})_{\text{awal} - \text{akhir}} \\ &= (13,1048 - 11,4974) \text{ mg NaOH/g} \\ &= 1,6075 \text{ mg NaOH/g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan angka Asam} &= \frac{\text{runan Angka Asam}}{\text{angka asam awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{175}{1418} \times 100 \% \\ &= 12,8898 \% \\ &= 12,89 \% \end{aligned}$$

### L.3.5 Perhitungan kadar air

$$\text{kadar air} = \frac{A - B}{A} \times 100 \%$$

Contoh perhitungan kadar air dalam minyak jarak pagar:

Massa cawan penguap = 36,5870 gram

Massa awal (cawan + minyak) = 38,595 g

Massa akhir (cawan + minyak) = 38,587 g

$$\text{kadar air} = \frac{(38,595 - 38,587) \text{ g}}{(38,595 - 36,587) \text{ g}} \times 100 \%$$

$$\text{kadar air} = 0,3735 \%$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Penurunan kadar air} &= \frac{\text{r air awal} - \text{kadar air akhir}}{\text{kadar air awal}} \times 100 \% \\ &= \frac{86}{90} \times 100 \% \\ &= 26,85 \% \end{aligned}$$

## Lampiran 4 Data Hasil Pemurnian Minyak Jarak

### L.4.1 Data Penurunan Angka Asam Minyak Jarak Pagar

Tabel L.4.1.a Data Penurunan Angka Asam dengan Kadar Kitosan 41,14 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	angka asam (mg NaOH/g)		penurunan angka asam (%)	rata-rata penurunan angka asam (%)
	awal	akhir		
0,9	9,4216	9,1691	2,68	3,71
	9,4216	8,9748	4,74	
1,8	9,3439	8,7028	6,86	4,78
	9,3439	9,0914	2,70	
2,7	9,3439	9,0719	2,91	1,66
	9,3439	9,3051	0,42	
3,6	9,3439	8,5474	8,52	6,96
	9,3439	8,8388	5,41	
4,5	9,3439	8,8388	5,41	3,43
	9,3439	9,2079	1,46	

Tabel L.4.1.b Data Penurunan Angka Asam dengan Kadar Kitosan 44,91 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	angka asam (mg NaOH/g)		penurunan angka asam (%)	rata-rata penurunan angka asam (%)
	awal	akhir		
0,9	9,3439	8,1978	12,27	12,89
	9,3439	8,0812	13,51	
1,8	9,3439	8,4892	9,15	6,14
	9,0874	8,8034	3,13	
2,7	9,3439	9,2274	1,25	2,29
	9,3439	9,0331	3,33	
3,6	9,0874	9,0874	0	1,04
	9,1063	8,9170	2,08	
4,5	9,0874	8,8980	2,08	1,98
	9,0874	8,9170	1,88	

Tabel L.4.1.c Data Penurunan Angka Asam dengan Kadar Kitosan 48,23 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	angka asam (mg NaOH/g)		penurunan angka asam (%)	rata-rata penurunan angka asam (%)
	awal	akhir		
0,9	9,1442	8,7277	4,55	4,44
	9,3769	8,9717	4,32	
1,8	9,1442	8,7844	3,93	3,93
	9,1442	8,7844	3,93	
2,7	9,1442	8,9170	2,49	2,28
	9,1442	8,9548	2,07	
3,6	9,1442	8,9927	1,66	1,76
	9,1442	8,9738	1,86	
4,5	9,1442	9,0306	1,24	1,24
	9,1442	9,0306	1,24	

Tabel L.4.1.d Data Penurunan Angka Asam dengan Kadar Kitosan 51,18 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	angka asam (mg NaOH/g)		penurunan angka asam (%)	rata-rata penurunan angka asam (%)
	awal	akhir		
0,9	9,0874	8,7466	3,75	3,85
	9,0874	8,7277	3,96	
1,8	9,0874	8,9170	1,88	1,77
	9,0874	8,9359	1,67	
2,7	9,0874	8,9170	1,88	1,87
	9,1063	8,9359	1,87	
3,6	9,1063	8,9548	1,66	1,56
	9,1063	8,9738	1,46	
4,5	9,1063	8,9927	1,25	1,04
	9,1063	9,0306	0,83	

#### L.4.2 Data Penurunan Kadar Air Minyak Jarak Pagar

Tabel L.4.2.a Data Penurunan Kadar Air dengan Kadar Kitosan 41,14 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	kadar air (%)		penurunan kadar air (%)
	awal	akhir	
0,9	0,4790	0,3504	26,85
1,8	0,4790	0,3675	23,29
2,7	0,4790	0,1800	62,42
3,6	0,4790	0,1864	61,09
4,5	0,4790	0,2804	41,46

Tabel L.4.2.b Data Penurunan Kadar Air dengan Kadar Kitosan 44,91 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	kadar air (%)		penurunan kadar air (%)
	awal	akhir	
0,9	0,4790	0,3735	22,02
1,8	0,4790	0,3484	27,26
2,7	0,4790	0,2969	38,02
3,6	0,4790	0,2521	47,37
4,5	0,4790	0,2128	55,58

Tabel L.4.2.c Data Penurunan Kadar Air dengan Kadar Kitosan 48,23 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	kadar air (%)		penurunan kadar air (%)
	awal	akhir	
0,9	0,4790	0,0797	83,37
1,8	0,4790	0,0504	89,48
2,7	0,4790	0,0307	93,59
3,6	0,4790	0,0452	90,57
4,5	0,4790	0,4288	89,52



Tabel L.4.2.d Data Penurunan Kadar Air dengan Kadar Kitosan 51,18 %

tekanan filtrasi (kg/m.s <sup>2</sup> )	kadar air (%)		penurunan kadar air (%)
	awal	akhir	
0,9	0,4790	0,0797	83,37
1,8	0,4790	0,0458	90,45
2,7	0,4790	0,0350	92,69
3,6	0,4790	0,1000	79,12
4,5	0,4790	0,1250	73,91

