



ESTERIFIKASI GLISEROL DENGAN FFA (*Free Fatty Acid*) BERBANTU KATALIS ZEOLIT SINTETIK 3A DALAM PEMBUATAN MDAG (*Monodiasyl Gliserol*)

SKRIPSI

diajukan sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik Jurusan Teknik Kimia

Oleh :

Sri Winarti

NIM 5213414035

JURUSAN TEKNIK KIMIA

FAKULTAS TEKNIK

UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG

2020

PERSETUJUAN PEMBIMBING

Nama : Sri Winarti
NIM : 5213414035
Jurusan : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Esterifikasi Gliserol Dengan FFA (*Free Fatty Acid*)
Berbantu Katalis Zeolit Sintetik 3A dalam Pembuatan
MDAG (*Monodiasyl Gliserol*)

Skripsi ini telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan ke sidang panitia ujian skripsi Jurusan Teknik Kimia S-1 Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang.

Semarang, Januari 2020

Pembimbing



Dr. Megawati, S.T., M.T.
NIP. 197211062006042001

PENGESAHAN

Skripsi dengan judul “Esterifikasi Gliserol Dengan FFA (*Free Fatty Acid*) Berbantu Katalis Zeolit Sintetik 3A dalam Pembuatan MDAG (*Monodiasyl Gliserol*)” telah dipertahankan di depan sidang Panitia Ujian Skripsi Fakultas Teknik Universitas Negeri Semarang pada tanggal bulan Januari tahun 2020

Oleh

Nama : Sri Winarti
NIM : 5213414035
Jurusan : Teknik Kimia

Panitia:

Ketua



Dr. Dewi Selvia Fardhyanti, S.T., M.,T
NIP. 197103161999032002

Sekretaris



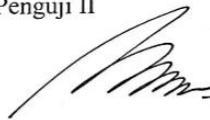
Dr. Megawati, S.T., M.T
NIP. 197211062006042001

Penguji I



Dr. Dewi Selvia F, S.T., M.,T
NIP. 197103161999032002

Penguji II



Bayu Triwibowo, S.T., M.T
NIP. 198811222014041001

Pembimbing



Dr. Megawati, S.T., M.T
NIP. 197211062006042001

Mengetahui:

Dekan Fakultas Teknik



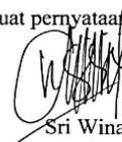
Dr. Dwi Qudus, M.T
NIP. 196911301994031001

PERNYATAAN KEASLIAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam pustaka.

Semarang, Januari 2020

Yang membuat pernyataan,



Sri Winarti

NIM. 5213414035

MOTTO DAN PERSEMBAHAN

MOTTO

“Hidup adalah pilihan, tergantung kita memilihnya”

PERSEMBAHAN

1. Allah SWT
2. Ibu, Bapak, Kakak dan Adik-adik tercinta
3. Dosen Teknik Kimia UNNES
4. Teman seperjuangan Teknik Kimia angkatan 2014
5. Almamater UNNES

ABSTRAK

Winarti, S., 2020. Esterifikasi Gliserol Dengan FFA (*Free Fatty Acid*) Berbantu Katalis Zeolit Sintetik 3A dalam Pembuatan MDAG (*Monodiasyl Gliserol*), Skripsi, Pembimbing Dr. Megawati, S.T., M.T. Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Semarang.

Kakao di Indonesia merupakan produk unggulan yang banyak diolah oleh masyarakat Indonesia. Pengolahan kakao dapat menghasilkan limbah biji kakao. Limbah biji kakao ini masih belum ditangani dengan baik padahal dalam biji kakao terkandung FFA atau *Free Fatty Acid* yang merupakan asam lemak yang dibebaskan dari proses hidrolisis trigliserida. Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh suhu dan waktu terhadap konversi reaksi yang akan menjadi sebuah produk MDAG. MDAG merupakan zat pengemulsi atau emulsifier yang dapat digunakan dalam industri makanan. MDAG dapat dibuat dengan cara reaksi esterifikasi yaitu dengan mereaksikan ester lemak dengan gliserol. Reaksi ini dapat menggunakan katalis. Katalis berfungsi untuk meningkatkan laju reaksi. Dalam penelitian ini digunakan Zeolit 3A sebagai katalis. Variabel yang digunakan berupa suhu (60, 70 dan 80⁰C) dan waktu reaksi tiap 5 menit sampai 90 menit. Variabel terikat berupa rasio FFA terhadap gliserol 1:6 (mol/mol) dan rasio tert-butanol terhadap FFA 3:1 (w/v), serta rasio katalis terhadap FFA 1:25 (w/w). Hasil percobaan menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka semakin tinggi juga konversi reaksinya. Hasil dari penelitian pada suhu 60 °C konversi yang didapat ialah 0,903%, suhu 70 °C didapatkan konversi sebesar 0,907%, sedangkan pada suhu 80 °C didapatkan konversi sebesar 0,911 %.

Kata kunci: Esterifikasi, FFA, Gliserol, Kakao, MDAG, Zeolit 3A

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul Esterifikasi Gliserol Dengan FFA (*Free Fatty Acid*) Berbantu Katalis Zeolit Sintetik 3A dalam Pembuatan MDAG (*Monodiasyl Gliserol*). Skripsi ini disusun sebagai salah satu persyaratan meraih gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Teknik Kimia Universitas Negeri Semarang.

Penelitian ini diangkat sebagai upaya untuk mengembangkan parameter reaksi terhadap sintesis MDAG yang merupakan senyawa baru kompleks.

Penyelesaian karya tulis ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak, oleh karena itu pada kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih serta penghargaan kepada:

1. Prof. Dr. Fathur Rokhman, M.Hum, Rektor Universitas Negeri Semarang atas kesempatan yang diberikan kepada penulis untuk menempuh studi di Universitas Negeri Semarang.
2. Dr. Nur Qudus, M.T, selaku Dekan Fakultas Teknik.
3. Dr. Dewi Selvia Fardhyanti, S.T.,M.T, selaku Ketua Jurusan Teknik Kimia yang telah memberi bimbingan dengan menerima kehadiran penulis setiap saat disertai kesabaran, ketelitian, masukan-masukan yang berharga untuk menyelesaikan karya ini.
4. Dr. Megawati, S.T.,M.T selaku Dosen Pembimbing yang penuh perhatian dan atas perkenaan memberi bimbingan dan dapat dihubungi sewaktu-waktu disertai kemudahan dalam memberikan bahan dan menunjukkan sumber-sumber yang relevan serta membantu penulisan penelitian ini.
5. Dr. Dewi Selvia Fardhyanti, S.T., M.T., dan Bayu Tri Wibowo S.T., M.T., sebagai Dosen Penguji yang telah memberi masukan yang sangat berharga berupa saran, ralat, perbaikan, pertanyaan, komentar, tanggapan, menambah bobot dan kualitas karya tulis ini.
6. Seluruh Dosen Teknik Kimia FT UNNES yang telah memberi bekal pengetahuan yang berharga.
7. Ibu dan Bapak serta seluruh keluarga yang selalu mendukung dan mendoakan kami selama menjalani perkuliahan hingga dapat menyelesaikan karya tulis ini.
8. Berbagai pihak yang telah memberi bantuan untuk karya tulis ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu

Peneliti berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi nusa dan bangsa dalam mengembangkan ilmu pengetahuan khususnya di bidang pemanfaatan limbah berbasis bahan alam terbarukan.

Semarang, Januari 2020

Peneliti

DAFTAR ISI

PERSETUJUAN PEMBIMBING.....	ii
PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN KEASLIAN.....	iv
MOTTO DAN PERSEMBAHAN	v
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Identifikasi masalah.....	2
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Rumusan Masalah	3
1.5 Tujuan.....	3
1.6 Manfaat.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1. <i>Free Fatty Acid</i> (FFA).....	4
2.2. Gliserol	4
2.3. <i>Monodiacylglycerol</i> (MDAG).....	5
2.4. Reaksi Esterifikasi	6
2.5. Katalis Zeolit 3A	7
BAB III METODE PENELITIAN.....	8
3.2 Variabel	8
3.3 Bahan Dan Alat	8
3.4 Prosedur Kerja.....	11
3.5 Diagram Alir Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan FFA.....	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	15

4.1	Spesifikasi Bahan Baku.....	15
4.2	Pengaruh Rasio Katalis terhadap Konversi Reaksi	18
4.3	Pengaruh Suhu terhadap Konversi Katalis	22
PENUTUP.....		24
5.1	Kesimpulan.....	24
5.2	Saran.....	24
DAFTAR PUSTAKA		25
LAMPIRAN.....		28

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Rumus Molekul Gliserol	5
Gambar 2.2 Struktur Kimia MAG, DAG dan TAG	6
Gambar 2.3 Reaksi Esterifikasi	7
Gambar 3.1 Rangkaian Alat Penelitian Sintesis Gliserol	10
Gambar 3.2 Diagram Alir Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan FFA Limbah Biji Kakao pada Pembuatan Monodiasilgliserol	13
Gambar 4.1 Kromatogram Hasil Uji GC-MS FFA Biji Kakao	16
Gambar 4.2 Hubungan Suhu dengan Nilai Konversi	20

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Senyawa Penyusun Limbah FFA Biji Kakao	4
Tabel 4.1 Hasil Analisis Kadar Air dan Kadar Asam	14
Tabel 4.2 Analisa Kromatogram GC-MS FFA Biji Kakao	16
Tabel 4.3 Komposisi Asam Lemak Berbagi Bahan	16
Tabel 4.4 Pengaruh Waktu Terhadap Penurunan FFA dan Konversi Reaksi pada Suhu 60 °C	17
Tabel 4.5 Pengaruh Waktu Terhadap Penurunan FFA dan Konversi Reaksi pada Suhu 70 °C	18
Tabel 4.6 Pengaruh Waktu Terhadap Penurunan FFA dan Konversi Reaksi pada Suhu 80 °C	19

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kakao merupakan salah satu produk unggulan Indonesia dalam bidang non migas. Di Indonesia pengolahan limbah biji kakao masih belum ditangani dengan baik. Pada saat pengolahan biji kakao dapat menghasilkan limbah FFA. FFA (*Free Fatty Acid*) merupakan asam lemak yang dibebaskan dari proses hidrolisis trigliserida, di mana hal ini merupakan hal yang sebisa mungkin dihindari dalam proses industri, karena FFA dapat menurunkan kualitas produk. FFA dalam biji kakao lebih tinggi daripada FFA dalam minyak kelapa sawit. Kandungan asam lemak dalam biji kakao antara lain Asam Palmitat 47,58%, Asam Oleat 34,75%, Asam stearat 24,32% sedangkan kandungan asam lemak pada minyak kelapa sawit antara lain Asam Palmitat 49,24%, Asam Oleat 25,39%, Asam stearat 5,14% (Atmaja, 2000). Perbandingan tersebut maka penelitian ini menggunakan bahan pengolahan limbah biji kakao karena kandungan asam lemak yang lebih banyak. FFA dapat dimanfaatkan menjadi *Monodiacylglycerol* (MDAG) dengan mereaksikannya bersama gliserol. Gliserol adalah produk samping produksi biodiesel dari transesterifikasi. Gliserol (1,2,3, propanetriol) merupakan sesuatu yang tidak berwarna, tidak berbau, dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis (Pagliaro dan Rossi, 2008). Penelitian ini akan mereaksikan gliserol dengan FFA yang akan menghasilkan MDAG. Beberapa orang pernah meneliti tentang MDAG yaitu: (Prakoso, 2007), (Anggoro, 2008), (Prasetyo, 2012), dan (Kamisah, 2013). MDAG merupakan zat yang banyak digunakan dalam bidang industri sebagai zat pengemulsi, zat pembasah, pelumas, dan lain lain di industri (Anggoro, 2008).

MDAG dapat didapatkan dari reaksi esterifikasi yaitu reaksi antara ester lemak dengan gliserol. Proses esterifikasi dipilih karena dapat menghasilkan manfaat yang lebih bagi ekonomi maupun penggunaannya. Proses esterifikasi gliserol juga tidak menimbulkan pencemaran lingkungan

(Sari, 2015). Reaksi esterifikasi dapat menggunakan katalis homogen maupun heterogen. Katalis merupakan zat yang dapat meningkatkan laju reaksi dengan cara menurunkan energi aktivasi dengan cara menyediakan alternatif jalur reaksi. Katalis heterogen memiliki kelebihan seperti kestabilan termalnya relatif tinggi sehingga dapat direaksikan dalam suhu tinggi dan mudah diregenerasi (Kamisah, 2013). Jenis katalis heterogen antara lain oksida – oksida dari logam transisi, alkali dan alkali tanah (Nainggolan, 2014). Dalam reaksi esterifikasi jenis katalis berpengaruh terhadap jalannya reaksi karena katalis dapat mempercepat laju reaksi. Katalis heterogen digunakan dalam penelitian ini karena dinilai lebih unggul daripada katalis homogen. Adapun katalis yang digunakan adalah zeolit 3A. Pengaruh jumlah katalis berpengaruh dalam cepat atau lambatnya suatu reaksi, maka dari itu dalam penelitian ini jumlah rasio katalis menjadi variable penelitian.

Katalis padat yang ukurannya kurang dari 840 μm dapat didekati dengan menggunakan homogen irreversibel karena ukurannya yang stabil sehingga transfer massa diabaikan. Berdasarkan pertimbangan variabel diatas maka penelitian ini akan membahas tentang pemanfaatan limbah biji kakao menjadi MDAG dengan katalis zeolit 3A. Penelitian kali ini akan mereaksikan FFA dari limbah biji kakao dengan gliserol dengan reaksi esterifikasi.

1.2 Identifikasi masalah

Berdasarkan latar belakang masalah yang telah dikemukakan maka dapat diidentifikasi masalah sebagai berikut:

- a. Pengolahan limbah biji kakao yang menumpuk dan gliserol dan dapat dimanfaatkan untuk membuat MDAG.
- b. Katalis yang digunakan dalam proses esterifikasi gliserol dengan FFA merupakan katalis yang banyak terdapat di indonesia.
- c. Variabel dalam penelitian ini antara lain jumlah katalis, suhu, dan waktu.

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. FFA diperoleh dari limbah pabrik pengolahan biji kakao.
- b. Katalis yang digunakan adalah Zeolit 3A.
- c. Rasio FFA dan gliserol yang digunakan adalah 1:6 (mol /mol) sesuai dengan hasil optimal penelitian sebelumnya.

1.4 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- a. Berapa variasi rasio katalis terhadap FFA biji kakao untuk mengetahui kebutuhan katalis agar diperoleh konversi yang paling tinggi?
- b. Bagaimana kenaikan waktu dan suhu reaksi terhadap konversi FFA biji kakao?
- c. Bagaimana pemanfaatan limbah FFA dari pengolahan biji kakao dan gliserol optimal menjadi MDAG?

1.5 Tujuan

- a. Mempelajari pengaruh katalis zeolit alam dalam proses esterifikasi gliserol.
- b. Mempelajari pengaruh kenaikan suhu dan waktu reaksi pada proses esterifikasi gliserol dan FFA dari limbah pengolahan biji kakao.
- c. Mempelajari pemanfaatan limbah FFA dari pengolahan biji kakao agar mendapatkan senyawa yang bermanfaat.

1.6 Manfaat

A. Ilmu

- Menambah wawasan tentang pengolahan lebih lanjut limbah biji kakao dan FFA.

B. Masyarakat

- Dapat menambah nilai guna dan ekonomis limbah biji kakao
- Memberikan kontribusi bagi perkembangan IPTEKS untuk dijadikan salah satu solusi untuk mengatasi keberadaan limbah.
- Mendukung upaya konservasi di bidang lingkungan.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1. *Free Fatty Acid* (FFA)

Free Fatty Acid (FFA) merupakan asam lemak yang dibebaskan dari proses hidrolisis trigliserida, di mana hal ini merupakan hal yang sebisa mungkin dihindari dalam proses industri, karena FFA dapat menurunkan kualitas produk.

Tabel 2.1. Senyawa Penyusun Limbah FFA Biji Kakao

Komponen	Konsentrasi (%)
Asam palmitat	49,24
Metil stearat	1,05
Asam oleat	25,39
Asam stearat	24,32

(Eny, 2017)

Dari tabel komposisi asam lemak di atas disimpulkan bahwa asam lemak yang dominan terkandung di dalam lemak biji kakao meliputi asam palmitat, asam oleat dan asam stearat. Asam lemak yang diolah melalui proses pemecahan lemak dan minyak akan menghasilkan produk berupa surfaktan atau emulsifier seperti sabun, mono dan diasilgliseol, gula ester, alkanolamida dan polyglisikol ester (Maag, 1984).

2.2. Gliserol

Gliserol ($C_3H_8O_3$) mempunyai nama kimia 1,2,3-propanetriol atau *trihydroxypropane* dan mempunyai nama dagang gliserin. Gliserol adalah produk samping produksi biodiesel dari transesterifikasi. Gliserol (1,2,3, propanetriol) merupakan sesuatu yang tidak berwarna, tidak berbau, dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis (Pagliaro dan Rossi, 2008). Gliserol memiliki berat molekul 92,1 gram/mol, massa jenis 1,23 gram/cm³ dan titik didihnya 204 °C. Gliserol digunakan dalam industri farmasi dan kosmetika sebagai bahan dalam preparat yang dihasilkan dan sebagai penghalus pada krim cukur, sabun, pelembab. Gliserol seringkali

ditambahkan pada sediaan kosmetika untuk menjaga kelembaban kulit. Pada industri farmasi, banyak digunakan sebagai pelarut. Pada industri lem, gliserol digunakan untuk mencegah agar lem tidak cepat kering, dan pada industri makanan gliserol biasa digunakan sebagai pemanis. Gliserol larut baik dalam air dan tidak larut dalam eter. Selain itu gliserol juga berguna bagi sintesis lemak di dalam tubuh. Gliserol diperoleh dari hidrolisis suatu lemak atau minyak (Mulyana, 2007).

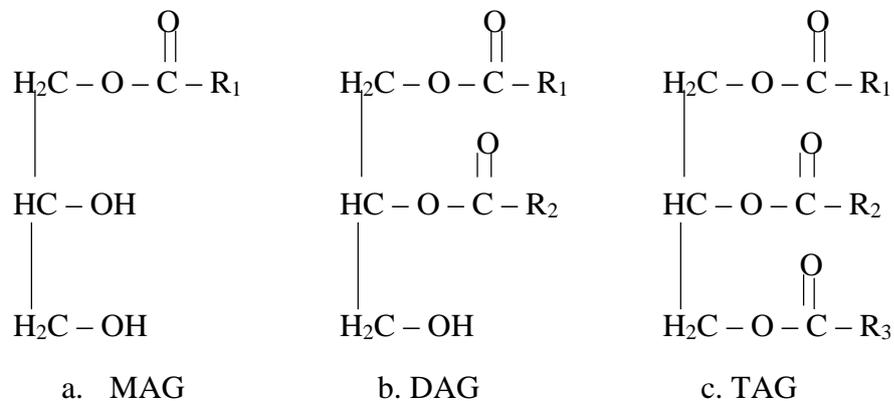
Adapun rumus molekul gliserol dapat ditunjukkan pada gambar di bawah ini:



Gambar 2.1 Rumus Molekul Gliserol

2.3. *Monodiacylglycerol (MDAG)*

MDAG memiliki struktur molekul yang terdiri dari bagian hidrofilik pada gugus OH dan bagian lipofilik pada gugus ester asam lemak. MDAG banyak digunakan sebagai zat pengemulsi (emulsifier), zat pembasah (wetting agent/surfactant), pelumas, pengaglomerasi di industri makan, kosmetik, farmasi dan lain lain. Di industri makanan MDAG juga digunakan sebagai peningkat performa margarine, shortening, dan aplikasi pangan lainnya (Nainggolan, 2014). MDAG dapat terbuat dari bahan yang mengandung minyak seperti *Crude Palm Oil* (CPO), minyak sawit, minyak kelapa, dll. Gambar struktur kimia dari monoasilgliserol, diasilgliserol dan trigliserida dapat dilihat pada Gambar 2.2.

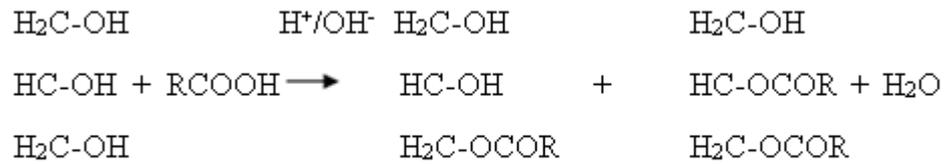


Gambar 2.2 Struktur Kimia MAG, DAG dan TAG

2.4. Reaksi Esterifikasi

Reaksi esterifikasi adalah suatu reaksi antara asam karboksilat dan alkohol membentuk ester. Turunan asam karboksilat membentuk ester asam karboksilat. Ester asam karboksilat ialah suatu senyawa yang mengandung gugus $-\text{COO R}$ dengan R dapat berupa alkil maupun aril. Esterifikasi dikatalisis asam dan bersifat dapat balik. Reaksi esterifikasi mengkonversi asam lemak bebas yang terkandung di dalam trigliserida menjadi metil ester. Namun, membentuk campuran metil ester dan trigliserida.

Reaksi esterifikasi langsung terjadi antara ester asam lemak dengan gliserol dan dilakukan pada suhu tinggi dan waktu yang cukup lama. Penggunaan suhu tinggi sangat dihindari karena akan terjadi reaksi sekunder yaitu polimerisasi gliserol, dehidrasi gliserol dengan pembentukan akrolein (Banu dkk, 1983). Penggunaan suhu tinggi dapat dihindari dengan penambahan pelarut. Pelarut yang digunakan adalah pelarut tert-terbutanol. Digunakan pelarut tersebut karena penelitian terdahulu oleh Eny pada tahun 2017 dan Nainggolan ada tahun 2014 karena memperoleh pembentukan MDAG yang tinggi. Pembentukan MDAG sendiri asam lemak adalah sebagai berikut (Hasenhuettl, 2008).



Gambar 2.3 Reaksi Esterifikasi

Berdasarkan reaksi di atas, air yang merupakan hasil samping dari reaksi esterifikasi ini dapat dihilangkan agar reaksi yang sebenarnya bersifat *reversible* menjadi *irreversible*. Digunakan katalis zeolit 3A sangat berguna dalam menghilangkan air karena dapat mengikat air dengan baik (Simo dkk, 2009)

2.5. Katalis Zeolit 3A

Zeolit merupakan katalisator yang baik karena mempunyai pori – pori yang besar dan permukaan yang maksimum (Sutarti dan Rahmawati, 1994). Zeolit merupakan kristal alumina silika yang berstruktur tiga dimensi, terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika. Zeolit mempunyai struktur berongga dan biasanya rongga ini diisi oleh air dan kation yang bisa dipertukarkan dan memiliki ukuran pori yang tertentu. Ukuran pori zeolit biasanya berkisar dari 2A sampai 12A (Angstrom). Pori zeolit dapat terisi molekul air hingga 20-30% dari total volume kristal zeolit. Luas permukaan zeolit sebesar 900 m²/g (Winarna dan E.S Sutarta, 2005). Oleh sebab itu, zeolit dapat digunakan sebagai penyaring, penukar ion, penyerap bahan, dan katalisator.

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian tentang sintesis monodiasilgliserol dengan menggunakan reaksi esterifikasi dengan FFA dari limbah biji kakao. Katalis yang digunakan adalah Zeolite 3A. Dilakukan dalam rangka penyusunan skripsi.

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Terpadu Teknik Kimia Universitas Negeri Semarang dengan waktu pelaksanaan pada semester ganjil 2019/2020.

3.2 Variabel

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- a Variabel Bebas : Variasi Suhu (60, 70, 80 °C), Variasi rasio jumlah katalis (5, 10, 15%w), dan waktu yang digunakan selama 90 menit.
- b Variabel Terikat : rasio FFA dan gliserol 1:6 (mol/mol) kecepatan pengadukan 300 rpm.

3.3 Bahan Dan Alat

3.3.a Bahan

1. FFA limbah biji kakao
2. Gliserol
3. Zeolite Alam
4. NaOH
5. Indikator pp
6. Asam Oksalat
7. Alkohol 96%
8. Aquades
9. Pelarut *tert-butanol*

3.3.b Alat

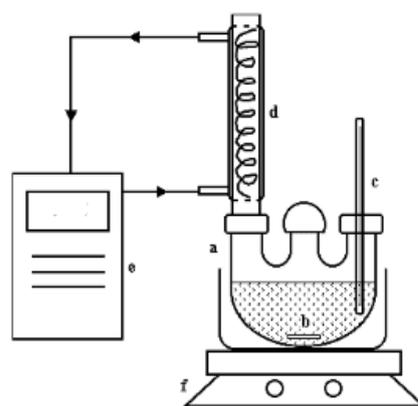
- i. Penentuan bilangan asam lemak bebas
 1. Timbangan
 2. Erlenmeyer 250 ml

3. Pipet ukur 100 ml
 4. Gelas ukur
 5. *Ball filler*
 6. Pngaduk kaca
 7. Pipet tetes
 8. Seperangkat alat titrasi
 9. *Beaker glass*
- ii. Analisis kadar air
1. Timbangan
 2. Cawan
 3. Oven
- iii. Preparasi aktivasi zeolit
1. Grinding
 2. Ayakan 80 mesh
 3. Oven
 4. Pipet ukur
 5. *Beaker glass*
 6. Erlenmeyer
 7. Timbangan
 8. Spatula
 9. Cawan
- iv. Alat untuk reaksi esterifikasi gliserol dengan FFA
1. Labu leher tiga
 2. Termometer
 3. Timbangan
 4. Gelas arloji
 5. Spatula
 6. *Hot plate* dan *magnetic stirrer*
 7. Kertas saring
 8. Corong kaca

9. Pipet ukur
10. *Ball filler*
11. *Beaker glass*
12. Gelas ukur
13. Labu takar
14. Pipet tetes
15. Alat uji GC-MS

Spesifikasi alat GC-MS

Merek GC	: Perkin Elmer Gas Chromatograph Claurus 680
Panjang kolom	: 30 meter
Diameter kolom	: 250 mikron
Suhu oven awal	: 100 °C
Suhu akhir	: 300 °C
Split flow	: 100 mL/menit
Gas He	: 1 mL/menit
Suhu injektor	: 250 °C
Merek MS	: Perkin Elmer Mass Chromatograph Claurus SQ 8T
Waktu	: 2-13 menit
Massa	: 50 – 300 m/z



Keterangan gambar :

- a. Labu leher tiga dalam bath oil
- b. *Magnetic stirrer*
- c. Termometer
- d. Kondensor
- e. Popma
- f. *Hot Plate*

Gambar 3.1 Rangkaian Alat Penelitian Sintesis Gliserol

3.4 Prosedur Kerja

3.4.a Preparasi zeolite 3A sebagai katalis

Zeolit yang diperoleh dari laboratorium ukurannya masih belum seragam dan masih merupakan bongkahan. Zeolit digrinding untuk memperkecil ukurannya setelah itu diayak agar memperoleh ukuran yang diinginkan. Dalam penelitian ini ukuran zeolite yang digunakan sebesar 80 mesh. Setelah zeolite siap zeolite diaktivasi dengan 6 M HCl dengan variasi suhu pemanasan oven adalah 220 °C (Setiadi, 2006)

3.4.b Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan FFA

- a. FFA cair dipanaskan yang bertujuan agar mengurangi kadar air dalam FFA. Setelah itu didiamkan agar suhu menurun.
- b. FFA yang sudah turun suhunya dimasukkan dalam labu leher tiga dan dicampur dengan tert butanol. Perbandingan antara FFA dengan tert butanol sebesar 1: 3. Kemudian dipanaskan dengan variasi suhu 60, 70, 80 °C.
- c. Ditempat lain gliserol dan Zeolit 3A dipanaskan. Setelah itu campuran ini dimasukkan dalam labu leher tiga dengan campuran yang berisi FFA dan tert butanol.
- d. Selanjutnya adalah proses esterifikasi dengan kecepatan pengadukan 400 rpm selama 90 menit dan setiap 5 menit diambil sampel sebanyak 1 gram untuk dilakukan analisis bilangan asam dan konsentrasi asam lemak.

3.4.c Penentuan bilangan asam

1. Pembuatan larutan NaOH 0,1 N
 - a. 0,4 gram NaOH dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah diisi sedikit aquades. Kemudian dilarutkan
 - b. Larutan tersebut dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditambahkan aquades hingga garis batas, kemudian dikocok hingga homogen.
2. Standarisasi larutan NaOH 0,1 N
 - a. 0,1575 gram asam oksalat dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah diisi sedikit aquades. Kemudian dilarutkan.

- b. Larutan tersebut dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan ditambah aquades hingga garis batas, kemudian dikocok hingga homogen.
 - c. Memasukkan larutan asam oksalat kedalam erlenmeyer untuk dititrasi.
 - d. Ditambahkan 3 tetes indikator PP.
 - e. Titrasi dengan larutan NaOH sampai berubah warna menjadi merah muda.
 - f. Menghitung normalitas NaOH
3. Analisis bilangan asam
- a. Timbang 7 gram minyak sawit dalam erlenmeyer 100 ml. Kemudian ditambahkan 75 ml etanol 96% panas.
 - b. Larutan ditambahkan 3 tetes larutan PP.
 - c. Larutan dititrasi dengan NaOH 0,1 N sampai berubah warna menjadi merah muda.
 - d. Jumlah volume (ml) NaOH yang terpakai dalam proses titrasi kemudian digunakan untuk menghitung bilangan asam dengan persamaan sebagai berikut.

$$A_v = \frac{\text{Volume NaOH (ml)} \times \text{Normalitas NaOH (N)} \times \text{Berat molekul NaOH} \left(\frac{\text{gr}}{\text{mol}}\right)}{\text{Berat sampel (gram)}} \quad (3.1)$$

Keterangan: A_v (Acid Value) = mg NaOH/gram sampel

3.4.d Analisis Kadar Air

- a. 2 gram sampel dimasukkan dalam cawan tertutup yang sudah ditimbang. Kemudian ditutup dan ditimbang.
- b. Dimasukkan dalam oven pada suhu 100 °C tanpa tutup cawan.
- c. Kemudian ditimbang massa cawan tiap 30 menit sampai konstan.
- d. Dilakukan perhitungan kadar air dengan persamaan 3.2

$$\text{Kadar air} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \quad (3.2)$$

Dimana: m_0 = massa sampel (gram)

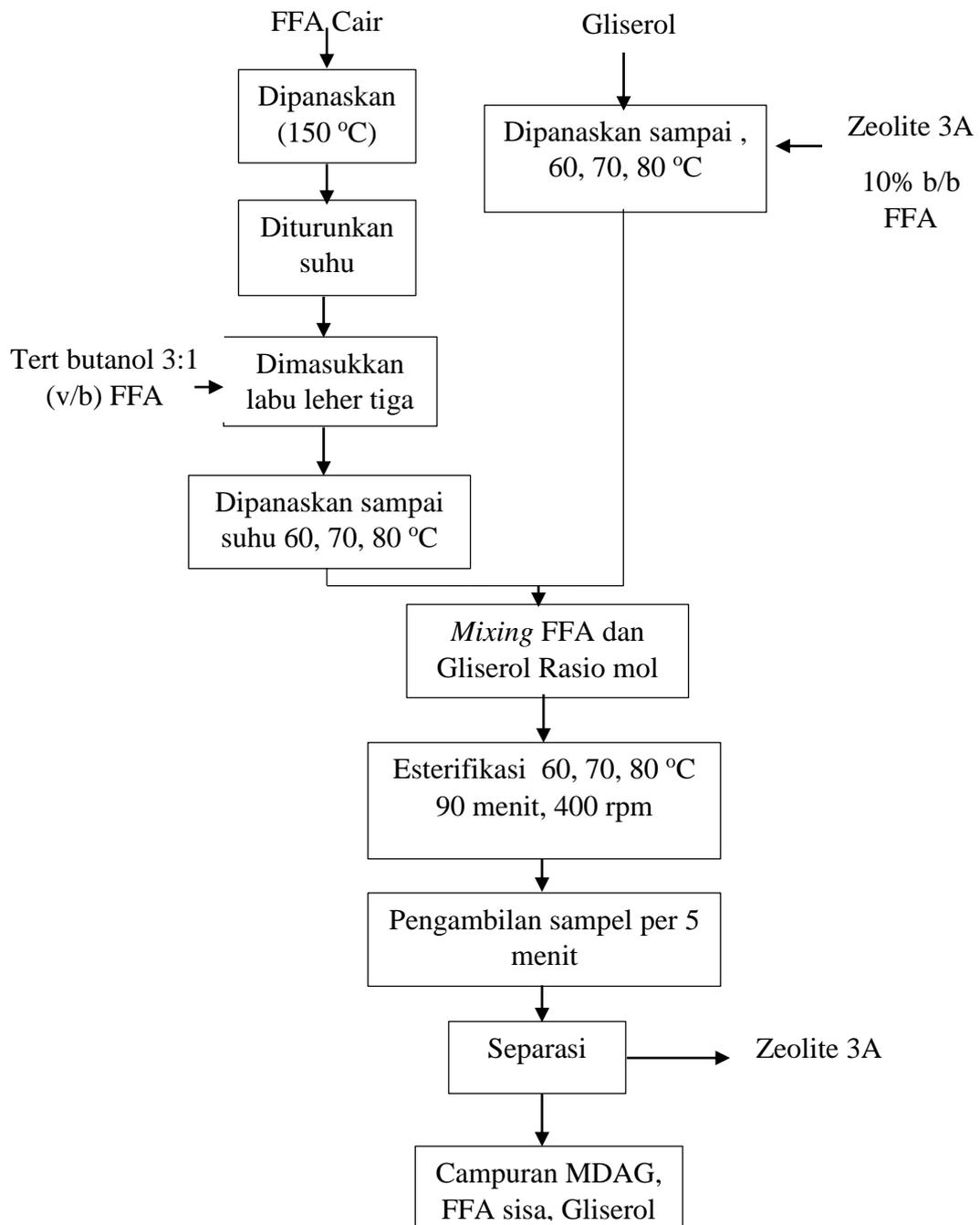
m_1 = massa sampel sebelum dikeringkan (gram)

m_2 = massa sampel setelah dikeringkan (gram)

3.4.e Analisis GC-MS

Analisis GC-MS dilakukan di Laboratoium Teknik Kimia, Universitas Negeri Semarang. Analisis GC-MS dilakukan untuk mengetahui komponen yang terkandung di dalam limbah FFA biji kakao.

3.5 Diagram Alir Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan FFA



Gambar 3.2 Diagram Alir Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan FFA Limbah Biji Kakao pada Pembuatan Monodiasilgliserol

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan studi eksperimental reaksi esterifikasi gliserol dengan FFA menggunakan katalis zeolit 3A. Dalam penelitian ini digunakan limbah FFA dengan menggunakan pelarut tert-butanol. Hasil dari penelitian ini adalah *Mono-diasilgliserol* (MDAG). Dalam penelitian ini, juga mempelajari pengaruh suhu dan waktu dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan FFA, serta rasio penggunaan katalis zeolit 3A.

4.1 Spesifikasi Bahan Baku

Analisis bahan baku bertujuan untuk mengetahui kandungan bahan baku yang ada. Data ini penting sebagai acuan dalam proses perhitungan dalam pengolahan data.

4.1.1 Analisis Kadar Air dan Kadar asam

Analisis kadar air dan asam ini bertujuan mengetahui besarnya jumlah air yang terkandung dalam FFA dan jumlah asam lemak bebas yang terkandung dalam FFA (Tabel 4.1).

Tabel 4.1. Hasil Analisis Kadar Air dan Kadar Asam

No	Bahan Baku	Kadar ALB (%)	Kadar Air (%)
1.	Asam Lemak Bebas	84,6	1,725

Uji kadar air ini melalui proses pengeringan melalui oven pada suhu 100 °C sampai berat sampel FFA menjadi konstan dan dihitung berat akhirnya menggunakan persamaan

$$\text{Kadar air} = [(m_1 - m_2) / m_0] \times 100\%$$

Dimana: m_0 = massa sampel (gram)

m_1 = massa sampel sebelum dikeringkan (gram)

m_2 = massa sampel setelah dikeringkan (gram)

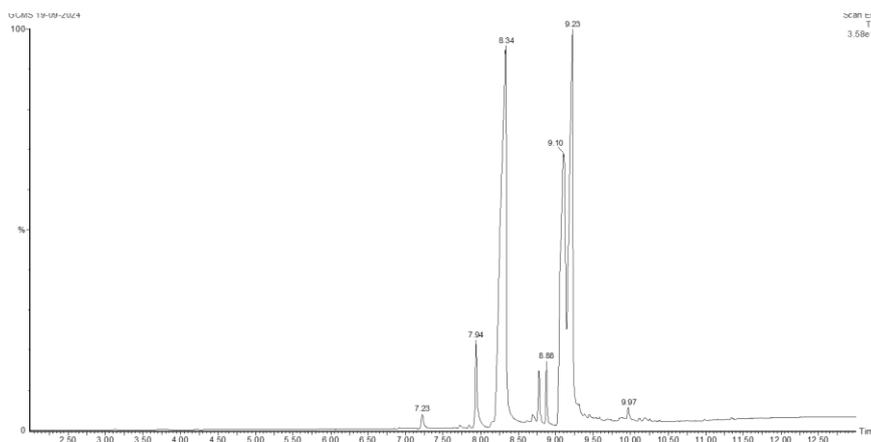
Sedangkan dalam uji kadar asam melalui proses titrasi larutan FFA dengan etanol menggunakan NaOH yang sudah di standarisasi terlebih dahulu dan didapatkan kadar asam pada FFA sebesar 84,6%.

Penelitian terhadap kadar air dan kadar asam juga dilakukan pada bahan limbah asam lemak minyak sawit. Kadar air pada limbah asam lemak sekitar 2,07% dan kadar asam sekitar 80% (Yustira, 2016).

Dari data diatas kadar air dan kadar asam lemak FFA hampir sama dengan asam lemak minyak kelapa sawit.

4.1.2 Uji GC-MS Free Fatty Acid (FFA)

Pada uji GC-MS bertujuan mengetahui komposisi FFA secara kualitatif. Berdasarkan uji GC-MS, diketahui komponen FFA yang terkandung adalah Asam Miristat (0,65%), Metyl Ester (3,03%), Asam Palmitat (39,81%), dan Asam Stearat (52,57%). Hasil uji GC-MS dapat dilihat pada Tabel 4.2, dan Kromatogram hasil uji GC-MS dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kromatogram Hasil Uji GC-MS FFA Biji Kakao

Tabel 4.2. Analisa Kromatogram GC-MS FFA Biji Kakao

No	RT (m)	Konsentrasi (%)	Komponen
1	7,225	0,65	Asam Miristat
2	7,941	3,03	Metyl Ester
3	8,341	39,81	Asam Palmitat
4	9,226	52,57	Asam Stearat

Komposisi asam lemak bahan lain dapat dilihat dalam Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Komposisi Asam Lemak Berbagai Bahan.

Komposisi	<i>Refined, Bleached, Deodorized Palm Oil (RBDPO) (%)^a</i>		<i>Palm Fatty Acid Distillate (PFAD) (%)^b</i>
Asam Laurat	0,30		0,546
Asam Miristat	0,99		1,536
Asam Palmitat	36,88		54,276
Asam Oleat	44,93		30,335
Asam Stearat	3,99		3,724

Sumber: a) Nainggolan (2014)

b) Melwita (2015)

Analisis GC-MS dilakukan untuk mengetahui komponen yang terkandung di dalam limbah FFA biji kakao dengan tujuan untuk menentukan berat molekul FFA berdasarkan jumlah komponen yang paling dominan. Berdasarkan Gambar 4.1 Komatogram FFA limbah pengolahan biji kakao yang menampilkan bahwa komposisi FFA terdapat 7 jenis asam lemak yang dapat dilihat dari jumlah puncak. Asam lemak yang paling banyak yang terkandung adalah Asam Palmitat. Hasil itu mirip dengan komposisi asam lemak pada *Palm Fatty Acid Distillate* (PFAD) dan Minyak Kelapa yang memiliki komposisi Asam Palmitat yang cukup besar.

Dari Tabel 4.3 diketahui bahwa penelitian Asam Lemak pada *Refined, Bleached, Deodorized Palm Oil* (RBDPO) yang dilakukan oleh Nainggolan memiliki komposisi Asam Oleat paling tinggi yaitu 44,93%, sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Melwita komposisi yang paling tinggi adalah Asam Palmitat sekitar 54,27%. Dari kedua bahan tersebut MDAG yang dihasilkan oleh Nainggolan sekitar 50% dan penurunan FFA yang dihasilkan oleh Melwita sebesar 26%. Dalam penelitian ini dihasilkan MDAG 0,911.

4.2 Pengaruh Rasio Katalis terhadap Konversi Reaksi

Pada reaksi esterifikasi, pengaruh setiap suhu dan rasio katalis terhadap esterifikasi gliserol akan dipelajari dalam penelitian ini. Berikut nilai konversi yang diperoleh pada suhu 60, 70, dan 80 °C serta penggunaan katalis dalam rasio 5, 10 dan 15% dapat dilihat pada Tabel 4.4 sampai Tabel 4. 6.

Tabel 4.4 Pengaruh Rasio Katalis terhadap Penurunan FFA dan Konversi Reaksi Esterifikasi pada Suhu 60 °C

(Suhu 60 °C, rasio FFA : gliserol =1:6 (mol/mol); *tert*-butanol: FFA = 3:1 (v/b))

Menit	Konversi		
	5%	10%	15%
0	0,000	0,000	0,000
5	0,780	0,780	0,780
10	0,866	0,877	0,870
15	0,877	0,877	0,885
20	0,899	0,899	0,903
25	0,899	0,903	0,903
30	0,903	0,903	0,903
45	0,903	0,903	0,903
60	0,892	0,896	0,892
75	0,892	0,892	0,888
90	0,888	0,892	0,888

Tabel 4.5 Pengaruh Rasio Katalis terhadap Penurunan FFA dan Konversi Reaksi Esterifikasi pada Suhu 70 °C

(Suhu 70 °C, rasio FFA : gliserol =1:6 (mol/mol); *tert*-butanol: FFA = 3:1 (v/b))

Menit	Konversi		
	5%	10%	15%
0	0,000	0,000	0,000
5	0,791	0,791	0,791
10	0,862	0,870	0,870
15	0,885	0,888	0,885
20	0,903	0,903	0,903
25	0,903	0,907	0,907
30	0,907	0,907	0,907
45	0,899	0,903	0,907
60	0,892	0,892	0,899
75	0,888	0,892	0,888
90	0,885	0,892	0,881

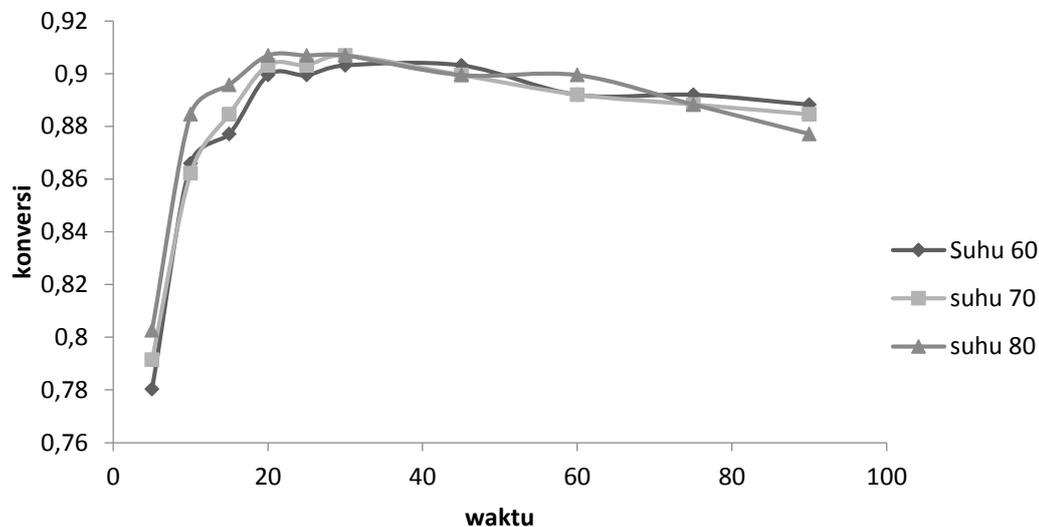
Tabel 4.6 Pengaruh Rasio terhadap Penurunan FFA dan Konversi Reaksi Esterifikasi pada Suhu 80 °C

(Suhu 80 °C, rasio FFA : gliserol =1:6 (mol/mol); *tert*-butanol: FFA = 3:1 (v/b))

Menit	Konversi		
	5%	10%	15%
0	0,000	0,000	0,000
5	0,803	0,814	0,818
10	0,885	0,881	0,892
15	0,896	0,899	0,911
20	0,907	0,911	0,911
25	0,907	0,911	0,911
30	0,907	0,892	0,888
45	0,899	0,892	0,888
60	0,899	0,888	0,881
75	0,888	0,870	0,881
90	0,877	0,870	0,881

Dari gambar tabel 4.4 sampai 4.6, bisa kita lihat semakin tinggi suhu yang ada maka puncak nilai konversi semakin meningkat. Selain suhu, rasio konversi katalis juga berpengaruh dalam reaksi esterifikasi gliserol dengan FFA menggunakan katalis zeolit 3A. Dimana, dalam penggunaan katalis ini terdapat tiga variabel yaitu 5, 10, dan 15%. Dalam eksperimental ini, bisa dilihat juga melalui Tabel 4.4 sampai 4.6 bahwa semakin besar katalis yang digunakan, maka semakin cepat proses esterifikasi berjalan dan semakin cepat mendapatkan konversi yang tinggi. Hal ini juga dipengaruhi oleh faktor yang paling mempengaruhi laju reaksi katalis berpori. Kinetika reaksi permukaan dipengaruhi oleh adsorpsi reaktan ke permukaan partikel, reaksi partikel, lalu desorpsi produk. Difusi pori sangat berpengaruh bila rejim berada pada tahanan difusi pori kuat (Levenspiel, 1999). Semakin banyak jumlah katalis yang digunakan maka dapat mengakibatkan banyak reaktan yang dikonversi menjadi produk pada waktu reaksi yang sama.

4.3 Pengaruh Suhu terhadap Konversi Katalis



Gambar 4.2 Hubungan Suhu dengan Nilai Konversi

Menurut grafik di atas bahwa semakin besar rasio katalis yang digunakan, semakin cepat mendapatkan titik konstan reaksi esterifikasi. Namun dalam eksperimental kami juga terjadi hal yang harus dipahami. Bahwa semakin besar rasio yang digunakan dalam reaksi esterifikasi maka nilai konversi juga semakin cepat turun. Hal tersebut dapat dilihat pada menit 60 ke atas. Dari menit itu nilai konversi semakin turun dengan adanya penambahan jumlah rasio katalis. Hal ini juga disampaikan oleh Yustira dkk. Bahwa penggunaan katalis zeolit berlebih dapat menyebabkan hasil esterifikasi menjadi membeku sehingga menurunkan nilai konversi yang ada. Hal ini disebabkan kecenderungan pada pembentukan emulsi sehingga meningkatkan viskositas dan menimbulkan gel pada waktu reaksi (Yustira, 2016).

Berdasarkan Tabel 4.4 - 4.6 dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu reaksi maka semakin tinggi nilai konversi yang didapat. Dimana pada suhu 60 °C konversi yang didapat ialah 0,903, suhu 70 °C didapatkan konversi sebesar 0,907, sedangkan pada suhu 80 °C didapatkan konversi sebesar 0,911. Hal ini juga disampaikan oleh

Nainggolan dkk. Bahwa, Semakin tinggi suhu reaksi esterifikasi gliserol dengan asam lemak maka semakin tinggi juga konversi yang didapatkan. Berikut hubungan grafik antar suhu dan nilai konversi yang didapatkan melalui Gambar 4.2

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil percobaan dan analisis yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

- a. Rasio katalis yang paling baik digunakan dalam penelitian ini sebesar 10% dari berat FFA. Semakin besar reaksi katalis yang digunakan maka semakin cepat reaksi esterifikasi. Namun hal tersebut juga dapat mengakibatkan nilai konversi menjadi turun.
- b. Semakin tinggi suhu reaksi dan lamanya waktu reaksi dapat meningkatkan konversi reaksi. Dalam penelitian ini terbukti bahwa suhu 80 °C menghasilkan konversi paling tinggi yaitu 0,911. Untuk suhu reaksi rata-rata akan naik pada suhu 0-35 menit setelah itu menjadi konstan.
- c. Limbah FFA biji kakao dan gliserol dapat dimanfaatkan dan menghasilkan senyawa kimia yang bermanfaat yaitu MDAG yang dapat digunakan sebagai emulsifier pada makanan.

5.2 Saran

- a. Berdasarkan penelitian yang diperoleh, disarankan perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan melakukan variasi rasio katalis terhadap FFA biji kakao untuk mengetahui kebutuhan katalis agar diperoleh konversi yang optimal dan jarak perbandingan katalis lebih diperbesar agar dengan mudah melihat perbedaannya.
- b. Dalam melakukan *treatment* pada limbah FFA biji kakao pada proses reaksi sebaiknya dijaga suhunya sekitar 40-50 °C agar tidak kembali membeku karena FFA biji kakao akan kembali membeku pada suhu ruang.
- c. Pemurnian dapat dilakukan agar mendapatkan MDAG yang bisa dimanfaatkan secara langsung.

DAFTAR PUSTAKA

- Adawiyah, R., 2015. *Hidrasi -Pinena Menjadi -Terpineol Dengan Katalis Zeolit Alam & Tca/Zeolit Alam*. Indonesian Journ Of Chemichal Science. ISSN No 2252-6951. UNNES. Semarang.
- Anggoro, D D., Budi, F S. 2008. *Proses Gliserolisis Minyak Kelapa Sawit Menjadi Mono Dan Diacyl Gliserol Dengan Pelarut N- Butanol Dan Katalis Mgo*. Reaktor. Vol. 12. No.1:22-28. UNDIP. Semarang.
- Atmaja, A. R. 2000. *Studi Pemurnian dan Karakteristik Emulsifier Campuran Mono dan Diasilgliserol yang Diproduksi dari Distilat Asam Lemak Minyak Sawit dengan Teknik Esterifikasi Enzimatis Menggunakan Lipase Rhizomucor miehei*. Fakultas Teknologi Pertanian. IPB. Bogor.
- Banu C. et.al. 1983. *Produsele Alimentare si Inocuitatea lor*. Ed. Tehnica, Bucuresti 400-402. Di dalam: *Mono and Diglycerides – Synthesis and Uses*. Adina Jomuta Gevrila et.al. 12th Romanian International Conference on Chemistry and Chemical Engineering.
- Eny, 2017. *Kinetika Reaksi Esterifikasi Gliserol Dengan FFA (Free Fatty Acid) Dengan Katalis Abu Cangkang Telur Ayam*. Skripsi.UNNES.Semarang.
- Hasenhuettl, Gerard L et al. 2008. *Synthesis and Commercial Preparation of Food Emulsifiers*. Food Emulsifiers and Their Applications. Springer Science, Business Media. LLC.
- Kamisah. 2013. *Sintesis Katalis Heterogen Mgo-Sio Sekam Padi dengan Metode Sol-Gel Dan Aplikasinya Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa*. Seminar Nasional Sains & Teknologi V. Universitas Lampung. Lampung.
- Levenspiel, Octave. 1999. *Chemical Reaction Engineering*. (USA: John Wiley and Sons, Inc.,
- Maag, H. 1984. *Fatty Acid Derivatives: Important Surfactans for Household, Cosmetic and Industrial Purposes*. JAOCS. Vol. 61. No. 2. West Germany.

- Melwita, elda, dkk. 2015. *Reaksi Gliserolisis Palm Fatty Acid Distillate (PFAD) Menggunakan Co-Solvent Etanol untuk Pembuatan Emulsifier*. Jurnal Teknik Kimia No. 2, Vol. 21. Universitas Sriwijaya. Sumatera selatan.
- Mulyana, Rahmat. 2007. *Sintesis Mono dan Diasilgliserol dari Minyak Kelapa dengan cara Gliserolisis Kimia*. Skripsi. IPB. Bogor.
- Nainggolan, Margareth et.al. 2014. *Pengaruh Rasio Pelarut Tert-Butanol Terhadap Minyak dan Suhu Reaksi Gliserolisis Pada Pembuatan Mono dan DiasilGliserol (MDAG) Menggunakan Katalis Abu Cangkang Telur Ayam*. Jurnal Teknik Kimia USU. Vol. 3, No. 4. USU. Medan.
- Novilla, Arina., dkk. 2017. *Komposisi Asam Lemak Minyak Kelapa Murni (Virgin Coconut Oil) yang Berpotensi sebagai Anti Kandidiasis*. Kimia dan Pendidikan EduChemia. Vol. 2, No. 2, e-ISSN 2502-4787. Stikes Jenderal Achmad Yani. Cimahi.
- Pagliaro, Mario., Rossi, Michele., 2008. *The Future of Glycerol: New Uses of a Versatile Raw Material*. RSC Green Chemistry Book Series.
- Pandiangan, K. D., Simanjuntak W., 2013. *Sintesis Katalis Heterogen Mgo- Sio₂ Sekam Padi Dengan Metode Sol-Gel Dan Aplikasinya Pada Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa*. Seminar nasional sains dan teknologi V. Universitas lampung. Lampung.
- Prakoso T., 2007. *Pembuatan Monoglis erida*. Artikel. ITB . Bandung.
- Prasetyo A E., Widhi A., Widayat. 2012. *Potensi Gliserol Dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi*. Jurnal Ilmu Lingkungan. Vol. 10, No. 1:26-31. UNDIP. Semarang.
- Santoso, M P B., 2012. *Sintesis biodiesel dari minyak biji kapuk dengan katalis zeolit sekam padi*. Indonesian Journ Of Chemichal Science. ISSN No 2252-6951. UNNES. Semarang.

- Sari, Nirmala., Helwani, Zuchra., Rionaldo, Hari., 2015. *Esterifikasi Gliserol Dari Produk Samping Biodiesel Menjadi Triasetin Menggunakan Katalis Zeolit Alam*. JOM F TEKNIK Vol 2, No. 1:1-6. Universitas Riau. Pekanbaru.
- Setiadi, F *et al.* 2016. *Kinetika Esterifikasi Gliserol Monooleat (GMO) Dengan Katalisator Zeolit Alam Bayah Teraktivasi Alam*. Jurnal Integrasi Proses. Vol. 6. No. 2: 73-82. UNTIRTA. Cilegon.
- Simo, M., Sivashanmugam, S., Brown, C. J., and Hlavacek, V. 2009. *Adsorption/Desorption of Water and Ethanol on 3A Zeolite in Near-Adiabatic Fixed Bed*. Industrial and Engineering Chemistry Research. 48: 9247-9260.
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M., 1994. *Zeolit Tinjauan Literatur*. Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia. Jakarta.
- Winarna dan E.S. Sutarta, 2015. *Perbaikan Medium Tanam dan Pertumbuhan Bibit Kelapa Sawit melalui Aplikasi Zeolit*. Jurnal Zeolit Indonesia Vol 4 No. 1. ISSN:1411-6723. Pusat Penelitian Kelapa Sawit. Medan.
- Yustira, dkk, 2016. *Esterifikasi Asam Lemak Dari Limbah Minyak Kelapa Sawit (Palm Sludge Tree) dengan Katalis Sn/Zeolit*. Seminar Nasional II Penerapan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi. Universitas Tanjungpura. Pontianak.

LAMPIRAN
PERHITUNGAN PREPARASI BAHAN BAKU

1. Uji Kadar air
 FFA cair = 2 gram
 Berat cawan = (a) 10,35 gram
 = (b) 10,64 gram

Tabel 1. Proses pemanasan di oven suhu 100 °C

Interval waktu (menit)	Berat cawan dan sampel(gram)		Berat sampel setelah pemanasan (gram)	
	(a)	(b)	(a)	(b)
0	12,425	12,775	2,075	2,135
20	12,40	12,743	2,041	2,103
30	12,39	12,737	2,040	2,097
40	12,39	12,737	2,040	2,097

Perhitungan kadar air

$$\text{Kadar air} = [(m_1 - m_2) / m_0] \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{(a) kadar air} &= [(2,075 - 2,04) / 2,075] \times 100\% \\ &= 1,68 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{(b) kadar air} &= [(2,135 - 2,097) / 2,135] \times 100\% \\ &= 1,77 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar air rata-rata} &= (1,68 \% + 1,77 \%) / 2 \\ &= 1,725 \% \end{aligned}$$

2. Uji Asam Lemak Bebas
 Standardisasi NaOH 0,1 N Volume 100 ml
 0,1 N = 0,1 M

$$M = n/v$$

$$\begin{aligned} n &= 0,1 \times 100 \\ &= 10 \text{ mmol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= v \times \text{densitas} \\ &= 10 \times 40 \\ &= 400 \text{ mg} \\ &= 0,4 \text{ gram (0,39 gram)} \end{aligned}$$

Asam oksalat = 0,15 gram untuk titrasi triplo (0,1503 gram)

Indikator pp = 2 tetes

Titration (terbentuk warna merah muda)

Volume NaOH 0,1 N yang digunakan:

Titration 1 = 8 ml

Titration 2 = 9,1 ml

Titration 3 = 9 ml

Rata-rata = 8,7 ml NaOH

Normalitas NaOH terstandarisasi:

$$N = m / (v \times 63)$$

Dimana ; m= massa asam oksalat tiap titrasi (mg)

V = volume NaOH 0,1 N yang digunakan (ml)

$$N = 0,0501 \text{ gram} / (8,7 \text{ ml} \times 63)$$

$$= 50,1 \text{ mg} / 548,1 \text{ ml}$$

$$= 0,09 \text{ N} \rightarrow 0,1 \text{ N (terstandarisasi)}$$

3. Uji ALB

FFA cair 7 gram

Etanol 95 % = 75 ml

Indikator pp = 2 ml

Aquades = 25 ml

Titration (terbentuk warna muda tetap dan tidak berubah selama 30 detik)

Volume NaOH yang digunakan = 210 ml

$$\text{Kadar ALB} = v \times T \times 28,20 / m$$

Dimana; v = Volume NaOH yang digunakan

T = normalitas NaOH

m= massa FFA cair

$$\text{Kadar ALB} = 210 \times 0,1 \times 28,20 / 7$$

$$= 84,6 \%$$