

LEMBAR ABSTRAK

UDC (USDC) 630*86

Sudradjat, R., Y. Widyawati & D. Setiawan

Optimasi proses esterifikasi pada pembuatan biodiesel dari biji jarak pagar

J. Penelt. Has.Hut. 2007, vol., no., hal.

Penelitian ini bertujuan mengetahui kondisi optimal dalam pengolahan bij jarak pagar menjadi biodiesel. Hasil penelitian menunjukkan : 1) Biji jarak sebelum dipres perlu dikukus dahulu, 2) Selama penyimpanan minyak jarak meningkat keasamannya yaitu sebesar 0,1 digit/hari, 3) Antioksidan yang paling efektif adalah BHT pada konsentrasi 0,03%, 4) Proses *degumming* menurunkan bilangan asam, kekentalan dan kerapatan, 5) Konsentrasi zeolit yang optimum adalah pada konsentrasi 3%, 6) Persentase metanol optimum pada proses esterifikasi adalah 10%, 7) Hasil analisa optimasi kondisi proses menunjukkan kondisi optimum proses esterifikasi terjadi pada konsentrasi zeolit 3,1%, waktu reaksi 121 menit dan konsentrasi metanol 11,34% yang menghasilkan bilangan asam 3,42 mg KOH/g, dan 8) Hasil analisa sifat fisika kimia menunjukkan perlunya kehati-hatian dalam pengolahannya menjadi biodiesel, karena tingginya bilangan asam.

Kata kunci : Biodiesel, minyak jarak, proses estrans, *degumming*, zeolit.

ABSTRACT SHEET

UDC (USDC) 630*86

Sudradjat, R., Y. Widyawati & D. Setiawan

*Optimization of esterification process in the manufacture of biodiesel from *Jatropha curcas* seeds*

J. Penelt.Has.Hut. 2007, vol., no., pg.

*The aim of this experiment was to look into the optimal conditions in the processing of jatropha oil for biodiesel. Results of experiment revealed that : 1) *Jatropha* seeds needed to be steamed prior to oil pressing, 2) During storage, *jatropha* oil increased its acidity daily about 0.1 digits per day, 3) BHT (butylated hydroxyl toluene) acted as an effective antioxidant at 0.03%, 4) *Degumming* was able to decrease acid number and viscosity of *jatropha* oil, 5) Optimum zeolite concentration was achieved at 3%, 6) Optimum methanol percentage at 10% was afforded in esterification process, 7) Analysis on optimization process revealed that optimum condition was achieved at zeolite concentration of 3.1%, reaction time 121 minutes, and methanol concentration 11.34%, which resulted acid number of 3.42 mg KOH/g, and 8) Physico-chemical analysis suggested that *jatropha* oil deserved special and thorough attention in the oil processing due to its high acid-number value.*

Keywords : Biodiesel, *jatropha* oil, estran process, *degumming*, zeolite.

**OPTIMASI PROSES ESTERIFIKASI PADA PEMBUATAN BIODIESEL
DARI BIJI JARAK PAGAR**
*(Optimization of Esterification Process in the Manufacture of Biodiesel
from Jatropha curcas Seeds)*

Oleh/By :

R. Sudradjat, Y. Widyawati & D. Setiawan

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan mengetahui kondisi optimal dalam pengolahan biji jarak pagar menjadi biodiesel. Metoda penelitian yang digunakan adalah: 1) Pengaruh pemanasan pada perlakuan pendahuluan terhadap peningkatan bilangan asam dan rendaman minyak jarak; 2) Pengaruh waktu penyimpanan terhadap peningkatan bilangan asam; 3) Pengaruh antioksidan dalam menekan peningkatan bilangan asam; 4) Pengaruh degumming terhadap penurunan bilangan asam, kekentalan dan kerapatan biodiesel; 5) Pengaruh konsentrasi katalis padat terhadap penurunan bilangan asam; 6) Pengaruh persentase metanol dalam penurunan bilangan asam; 7) Analisa optimasi kondisi proses; dan 8) Analisa sifat fisika kimia minyak jarak pagar hasil proses esterifikasi.

Hasil penelitian menunjukkan: 1) Biji jarak sebelum dipres perlu dikukus dahulu; 2) Selama penyimpanan minyak jarak meningkat keasamannya yaitu sebesar 0,1 digit/hari; 3) Antioksidan yang paling efektif adalah BHT pada konsentrasi 0,03%; 4) Proses *degumming* menurunkan bilangan asam, kekentalan dan kerapatan; 5) Konsentrasi zeolit yang optimum adalah pada konsentrasi 3%; 6) Persentase methanol optimum pada proses esterifikasi adalah 10%; 7) Hasil analisa optimasi kondisi proses menunjukkan kondisi optimum proses esterifikasi terjadi pada konsentrasi zeolit 3,1%, waktu reaksi 121 menit dan konsentrasi metanol 11,34%, yang menghasilkan bilangan asam 3,42 mg KOH/g; dan 8) Hasil analisa sifat fisika kimia menunjukkan perlunya kehati-hatian dalam pengolahannya menjadi biodiesel, karena tingginya bilangan asam.

Kata kunci : Biodiesel, minyak jarak, proses estrans, *degumming*, zeolit.

ABSTRACT

The aim of this experiment was to look into the optimal conditions in the processing of Jatropha oil for biodiesel. Methodology used in this experiment incorporated several aspects, i.e.: 1) Effect of heat in Jatropha seed pretreatment on the yield and increasing acid number of the resulting oil; 2) Effect of storage time on the increase in acid number; 3) Effect of antioxidant on inhibiting the increase in acid number; 4) Effect of degumming on the decrease in acid number; 5) Effect of catalyst concentration on the decrease in acid number; 6) Effect of methanol percentage on the decrease in acid number; 7) Optimization analysis of the processing condition; and 8) Physico-chemical analysis on the Jatropha oil resulting from the esterification process.

Results of experiment revealed that: 1) Jatropha seeds needed to be steamed prior to oil pressing; 2) During storage, Jatropha oil increased its acidity daily about 0.1 digits per day; 3) BHT (butylated hydroxyl toluene) acted as an effective antioxidant at 0.03%; 4) Degumming was able to decrease acid number and viscosity of jatropha oil; 5) Optimum zeolite concentration was achieved at 3%; 6) Optimum methanol percentage at 10% was afforded in esterification process; 7) Analysis on optimization process revealed that optimum condition was achieved at zeolite concentration of 3.1%, reaction time 121 minutes, and methanol concentration 11.34%, which resulted acid number of 3.42 mg KOH/g; and 8) Physico-chemical analysis suggested that jatropha oil deserved special and thorough attention in the oil processing due to its high acid-number value.

Keywords : *Biodiesel, jatropha oil, estrans process, degumming, zeolite.*

I. PENDAHULUAN

Biodiesel adalah BBM (bahan bakar minyak) solar sebagai bahan bakar mesin diesel, mobil atau otomotif lainnya yang dibuat dari bahan nabati berupa minyak antara lain minyak hasil ekstraksi dari biji tanaman jarak pagar (*Jatropha curcas* Linn). Tanaman ini juga dapat berfungsi sebagai tanaman konservasi untuk lahan kritis di Indonesia, karena sifatnya yang toleran terhadap jenis tanah dan kondisi iklim yang ekstrim (Heyne, 1987).

Biji jarak dibuat menjadi biodiesel menggunakan proses esterifikasi-transesterifikasi (Sudradjat, 2006). Istilah esterifikasi mengacu pada reaksi asam karboksilat, dalam hal ini asam lemak, dengan alkohol (alkoholisis) untuk menghasilkan ester. Sedangkan, transesterifikasi adalah reaksi ester untuk menghasilkan ester baru yang mengalami penukaran posisi geometris asam lemak (Swern, 1982). Alkoholisis lemak dengan menggunakan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol dapat dikatalisis dengan menggunakan katalis asam maupun katalis basa (Swern, 1982).

Transmetilasi berkatalis basa berlangsung antara metanol dan trigliserida melalui pembentukan berturut-turut digliserida dan monogliserida yang menghasilkan metil ester pada tiap tahapnya (Mao *et al.*, 2004). Laju konversi monogliserida menjadi metil ester lebih cepat dibandingkan laju konversi dari digliserida dan trigliserida (Darnoko dan Cheryan, 2000). Karena menurut Mao *et al.* (2004) mono-gliserida lebih mudah larut dalam fase polar (gliserol) di mana katalis berada.

Transesterifikasi didefinisikan sebagai reaksi pembentukan metil atau etil ester. dengan mereaksikan komponen minyak yaitu trigliserida dengan alkohol (metanol atau etanol) dibantu dengan katalis basa atau asam. Hasil sampingan dari transesterifikasi adalah gliserin. Reaksi transesterifikasi tidak akan berjalan selama masih terkandung asam lemak bebas di atas 7% (Ambarita, 2002). Oleh karena itu, dalam pembuatan biodiesel harus melalui dua tahap reaksi. Tahap pertama untuk menurunkan kadar asam lemak bebas dan tahap kedua untuk mengkonversi trigliserida menjadi metil ester (biodiesel).

Untuk menguji kesempurnaan dari reaksi transesterifikasi dilakukan beberapa analisis kimia dan fisika diantaranya adalah analisis bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan ester, kerapatan dan kekentalan. Menurut Sudradjat dan Setiawan (2003), diketahui bahwa proses esterifikasi-transesterifikasi (estrans) terbukti berhasil mengkonversi asam lemak bebas, trigliserida yang ada di dalam minyak jarak pagar secara maksimal menjadi metil ester (biodiesel). Dengan proses baku yaitu

transesterifikasi, konversi asam lemak tidak berhasil karena tingginya kadar asam lemak bebas (FFA). Variasi konsentrasi metanol berpengaruh terhadap bilangan asam, kerapatan, dan kekentalan. Penurunan bilangan asam dan kekentalan terjadi secara bermakna, sehingga memenuhi kriteria kualitas biodiesel. Konsentrasi metanol yang optimal adalah 40%, hal tersebut sangat tinggi oleh karena itu perlu ditingkatkan efisiensi melalui beberapa perubahan pada perlakuan.

Pada penelitian tahun 2004 (Sudradjat *et.al.*, 2004) dilakukan perubahan jenis katalisator, hasilnya menurunkan kisaran metanol dan katalisator yang digunakan (0 – 20%) serta menambah kisaran waktu reaksi estrans (1 dan 2 jam). Hasil penelitian menunjukkan, konsentrasi metanol dapat dikurangi setengahnya menjadi 20%. Meskipun demikian, proses ini dianggap masih belum optimal, karena diharapkan penggunaan metanol akan bisa lebih rendah lagi yaitu apabila kadar FFA bisa dikontrol, sehingga tidak meningkat selama proses. Demikian pula efisiensi akan dapat ditingkatkan melalui penggantian jenis katalisator yang digunakan, pengurangan energi serta waktu untuk reaksi “estrans” (Sudradjat dan Setiawan, 2003). Penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan efisiensi proses esterifikasi-transesterifikasi pada pembuatan biodiesel yaitu dengan penggunaan katalis padat yang dapat didaur ulang. Dalam penelitian ini diamati pengaruh perlakuan pemanasan dan pengukusan pada biji jarak untuk memperoleh proses pengolahan yang optimal.

II. METODOLOGI

A. Lokasi Penelitian

Penelitian pengolahan biodiesel dari minyak jarak pagar dan pengujian sifat fisiko-kimia dilakukan di Laboratorium Kimia dan Energi, Pusat Litbang Hasil Hutan, Bogor dan Laboratorium Kimia, Fakultas Teknik Industri, Universitas Jayabaya, Jakarta.

B. Bahan dan Peralatan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian adalah biji jarak pagar yang berasal dari Kebumen, Jawa Tengah. Bahan kimia yang digunakan antara lain metanol teknis, etanol pa. (pro analis), benzena pa., antioksidan BHT, asam klorida, air suling, asam asetat, kalium yodida, natrium tiosulfat, bentonit, zeolit dan lain-lain.

Peralatan yang digunakan antara lain mesin pengepres biji jarak sistim manual hidrolik, alat destilasi, kompor listrik, pengaduk (*stirrer*), desikator, labu ukur, corong

pemisah, pH meter, piknometer, piala gelas, *Erlenmeyer flask*, neraca sartorius, panci pengukus, oven, pendingin tegak, pipet, corong pemisah, viskometer Ostwald dan lain-lain.

C. Prosedur Kerja

Biji jarak pagar sebelum dipres, perlu dihentikan aktivitas enzimatik yang bisa menyebabkan meningkatnya keasaman minyak tersebut, selain itu pemanasan juga untuk memisahkan fraksi minyak yang bersifat hidrofob dari fraksi protein yang bersifat hidrofil. Dalam penelitian ini dicoba pemanasan dengan cara pengukusan pada suhu 100°C selama 1 jam, pemanasan dalam oven 102°C selama 2 jam dan sebagai kontrol adalah perlakuan tanpa pemanasan. Biji yang telah dipanaskan, kemudian dipres dengan alat kempa hidrolik menggunakan pemanasan 50°C dan sebagai kontrol perlakuan tanpa pemanasan.

Penelitian ini harus dapat menggunakan banyak variabel proses dalam mendapatkan kondisi optimum yang diharapkan. Untuk itu prosedur kerja penelitian ini dilakukan secara bertahap. Hasil dari setiap tahapan kegiatan terlebih dahulu dianalisa untuk menentukan kondisi optimum yang dihasilkan, kemudian hasil optimum tersebut diaplikasikan pada tahap berikutnya. Hasil optimum pada tahap berikutnya diaplikasikan lagi pada tahap selanjutnya dan seterusnya. Pada tahapan akhir dilakukan analisa optimasi yaitu mencari kondisi optimum dari gabungan beberapa variabel yang menentukan proses tersebut. Tahapan kegiatan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

Tahap 1 :

Tahap kegiatan ini adalah untuk mengetahui perlakuan apa yang efeknya terkecil dalam peningkatan derajat keasaman minyak jarak karena oksidasi. Biji jarak pagar sebelum dikupas dan dikeluarkan daging bijinya diberi perlakuan sebagai berikut: a) Pengukusan biji jarak selama 1 jam; b) Pengeringan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam; c) Kontrol, tanpa pengukusan dan pengeringan. Setelah itu daging biji jarak dipisahkan dari tempurungnya dengan menggunakan mesin pemisah, selanjutnya digiling sampai halus dan langsung di pres dengan alat pengempa manual dengan tekanan 20 ton dan dengan pemanasan pada suhu sekitar 50°C. Sebagai kontrol dilakukan pula pengepresan tanpa pemanasan. Perlakuan yang memberikan nilai bilangan asam terendah, diaplikasikan pada tahap berikutnya.

Tahap 2 :

Tahap berikutnya adalah kegiatan untuk mengetahui seberapa jauh peningkatan derajat keasaman minyak jarak pagar karena oksidasi setelah beberapa waktu apabila

disimpan selama 20 hari. Perlakuan dalam penelitian ini yaitu: minyak dibiarkan dalam keadaan terbuka a) Tanpa diberi aerasi, b) Diberi aerasi, dan penyimpanan pada, c) Suhu kamar dan d) Suhu 40°C. Sebagai rujukan (pembanding) digunakan minyak kelapa sawit. Minyak jarak pagar untuk setiap perlakuan setiap hari diperiksa bilangan asamnya.

Tahap 3 :

Tahap berikutnya adalah untuk mengetahui pengaruh pemberian antioksidan dalam menekan peningkatan bilangan asam karena oksidasi. Caranya yaitu minyak jarak pagar diberikan antioksidan BHT sebanyak 0 ; 0,01 ; 0,02 dan 0,03%, kemudian diperiksa setiap hari bilangan asamnya hingga selama 20 hari.

Tahap 4 :

Tahap berikutnya untuk mengetahui pengaruh proses *degumming* terhadap penurunan bilangan asam, kekentalan dan kerapatan biodiesel, karena ketiga parameter tersebut menentukan kualitas biodiesel. Perlakuan yang dilakukan pada tahap ini adalah : perlakuan degumming menggunakan asam fosfat 20% sebanyak 3% (v/v), sebagai kontrol digunakan sampel yang tidak diberikan perlakuan degumming.

Tahap 5 :

Tahap berikutnya adalah untuk mengetahui pengaruh jenis dan konsentrasi katalis padat yang memberikan penurunan bilangan asam terendah dari biodiesel. Untuk itu variabel perlakuan yang digunakan dalam penelitian ini sebagai berikut: a) Penggunaan katalis HCl teknis (kontrol), b) Katalis zeolit, c) Katalis bentonit, dan d) Kaolinit. Semuanya dilakukan pada masing-masing katalis dengan taraf persentase 1%, 2% dan 3% (b/v). Perlakuan yang memberikan nilai bilangan asam terendah, diaplikasikan dengan proses tahap berikutnya.

Tahap 6 :

Tahap proses berikutnya adalah meneliti persentase metanol yang dapat memberikan nilai bilangan asam terendah untuk proses yang menggunakan perlakuan pengukusan dan katalis zeolit 3%. Perlakuan yang diberikan adalah : persentase metanol terhadap volume minyak sebesar 0% ; 2,5% ; 5,0% ; 7,5% ; 10% ; 12,5% dan 15%. Konsentrasi metanol optimum adalah yang memberikan nilai bilangan asam terendah.

Tahap 7 :

Tahap berikutnya adalah analisa optimasi kondisi proses dengan menggunakan variabel optimum hasil penelitian yaitu : konsentrasi katalis, lama reaksi esterifikasi dan konsentrasi metanol.

Tahap 8 :

Tahap terakhir adalah analisa sifat fisika kimia minyak hasil proses esterifikasi yang dilakukan terhadap parameter kualitas minyak sebagai bahan baku untuk biodiesel seperti : warna, densitas, titik nyala (*flash point*), titik tuang (*pour point*), viskositas, FTIR (*fourier transformation infra red*), sedimen dan lain-lain.

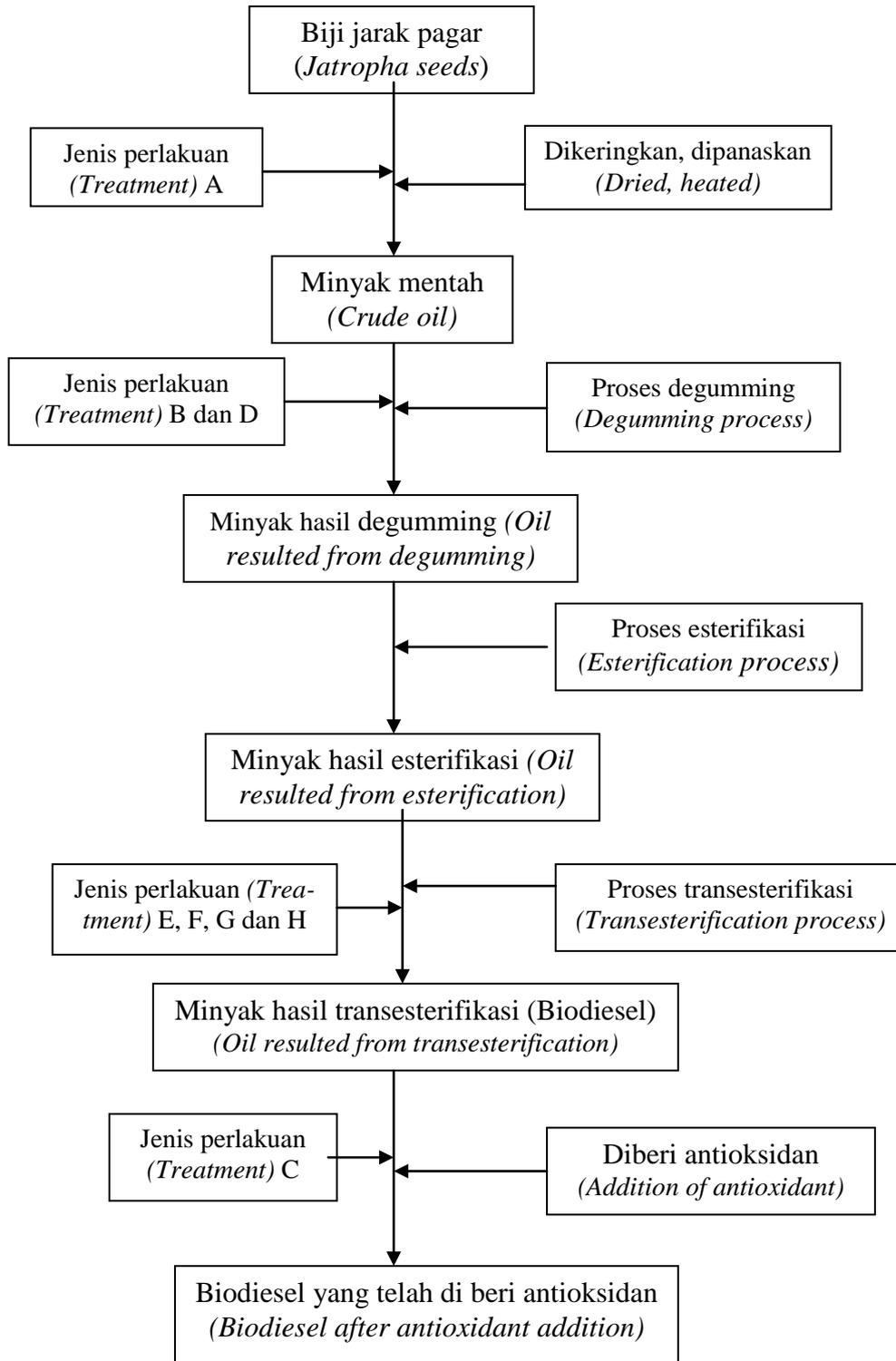
D. Analisis Data

Data dianalisa untuk setiap tahapan kegiatan menggunakan uji beda t-student yaitu dalam rangka untuk mengetahui proses mana yang memberikan nilai yang tertinggi. Perlakuan dalam penelitian terdiri dari perlakuan: a) Pengaruh pemanasan biji jarak terhadap bilangan asam minyak, b) Pengaruh penyimpanan terhadap bilangan asam minyak jarak pagar, c) Pengaruh pemberian antioksidan terhadap bilangan asam, d) Pengaruh proses *degumming* terhadap bilangan asam, kekentalan dan kerapatan biodiesel, e) Pengaruh katalis padat pada proses esterifikasi, f) Pengaruh konsentrasi metanol pada bilangan asam, g) Analisa optimasi kondisi proses, dan h) Analisa sifat fisika kimia minyak jarak setelah proses esterifikasi.

Adapun jenis perlakuan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Perlakuan pemanasan : A.1 = Tanpa dikukus/dipanaskan di oven, A.2 = Dengan pengukusan dan A.3 = Dipanaskan di oven. Taraf perlakuannya terdiri dari yang menggunakan pres panas dan tanpa pres/kempa panas.
2. Perlakuan pengaruh penyimpanan : B.1 = Minyak jarak pagar dan B.2 = Minyak sawit. Taraf perlakuannya terdiri dari : suhu ruang dan suhu 40°C ; tanpa aerasi dan dengan aerasi.
3. Pengaruh pemberian antioksidan terhadap bilangan asam. Perlakuannya : C.1 = Tanpa antioksidan dan C.2 = Dengan antioksidan. Taraf perlakuannya adalah menggunakan antioksidan BHT 0% ; 0,01% ; 0,02% dan 0,03%.
4. Perlakuan pengaruh *degumming* : D.1 = HCl % dan D.2 = Zeolit 3%. Taraf perlakuannya terdiri dari dengan proses dan tanpa proses "degumming".
5. Perlakuan jenis katalis : E.1 = HCl 1%, E.2 = Zeolit dan E.3 = Bentonit, Kaolin. Taraf perlakuannya terdiri dari konsentrasi 1% ; 2% , 3% dan 4%.
6. Perlakuan pengaruh konsentrasi metanol : F.1 = 0%, F.2 = 2,5%, F.3 = 5%, F.4 = 7,5%, F.5 = 10%, F.6 = 12,5% dan F7 = 15%.
7. Optimasi proses esterifikasi dilakukan dengan menggunakan metode respons permukaan

an (Montgomery, 1991 dan Box *et.al.*, 1978) dengan input variabel optimum konsentrasi katalis, lama reaksi, konsentrasi metanol dalam hubungannya dengan nilai bilangan asam, serta analisa sifat fisika kimia minyak hasil proses esterifikasi.



Gambar 1. Bagan alir tahapan proses dalam penelitian
Figure 1. Flow chart of processing stage in the experiment

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pengaruh Pemanasan

Hasil uji beda t-student (Tabel 1) menunjukkan bahwa perlakuan pengeringan menggunakan oven pada suhu 100 – 105°C selama 1 jam memberikan angka bilangan asam terendah dan rendemen tertinggi, baik pada pengempaan menggunakan panas atau tanpa panas (Tabel 1). Penelitian ini menunjukkan bahwa sebelum pengempaan minyak jarak, seyogianya biji jarak terlebih dahulu dikeringkan di dalam oven, atau kalau sulit bisa juga dikukus kemudian dikempa panas, karena rendemen dengan kempa panas jauh lebih tinggi dari pada tanpa panas.

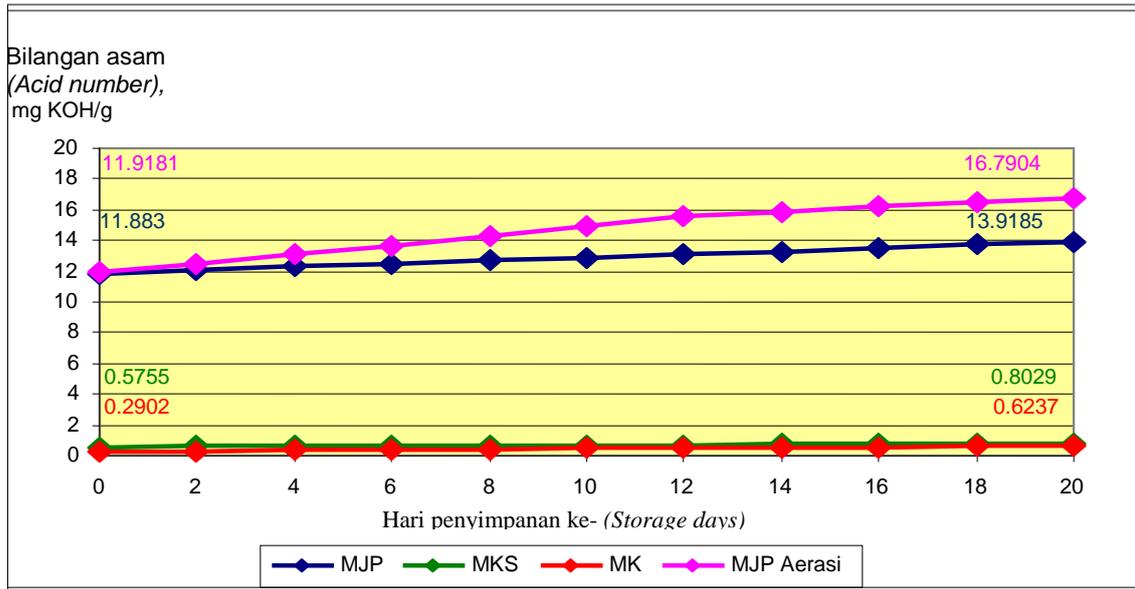
Tabel 1. Pengaruh pemanasan terhadap bilangan asam dan rendemen minyak jarak
Table 1. Effect of heating on acid number and yield of jatropha oil

Perlakuan (<i>Treatment</i>)	Bilangan asam (<i>Acid number</i>), mg KOH/g		Rendemen, (<i>Yield</i>), %	
	Tanpa kempa panas (<i>Without pressing</i>)	Dengan kempa panas (<i>With pressing</i>), 50°C	Tanpa kempa panas (<i>Without pressing</i>)	Dengan kempa panas (<i>With pressing</i>), 50°C
Tanpa pengukusan (<i>Without steaming</i>)	3,97 a	4,59 a	26,23 a	28,43 a
Dengan pengukusan (<i>With steaming</i>), 1 jam (<i>hour</i>)	1,35 b	1,38 b	30,02 b	35,11 b
Dipanaskan di oven (<i>Oven heating</i>), 1 jam (<i>hour</i>)	1,12 c	1,34 b	30,81 b	35,74 b

Keterangan (*Remarks*) : Data bilangan asam setelah proses esterifikasi, merupakan rata-rata dari tiga kali ulangan (*Acid number after esterification, which reveals an average of 3 replications*). Angka yang diikuti huruf sama secara horisontal atau vertikal tak berbeda nyata (*Figures followed with the same letters horizontally and vertically are not significantly different*)

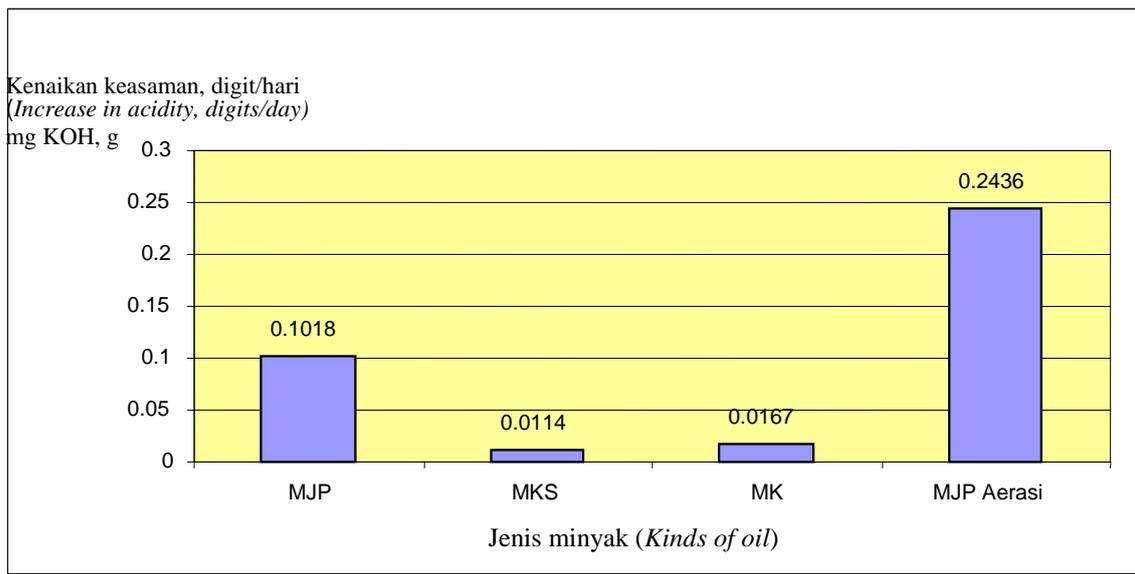
B. Pengaruh Penyimpanan

Gambar 2 menunjukkan pada hari ke-0 keasaman minyak jarak pagar (MJP) sekitar 10 kali lebih besar dibandingkan minyak kelapa sawit (MKS) dan minyak kelapa (MK). Keasaman MJP meningkat setiap hari sebesar 0,1018 digit (mg KOH/g), MKS 0,0114 digit dan MK 0,0167 digit. Artinya setiap 10 hari keasaman MJP meningkat dalam besaran nilai 1, sedangkan MKS dan MK 0,1. Oksidasi dengan aerasi udara pada minyak jarak pagar meningkatkan keasaman dua kali lipat dari oksidasi udara biasa yaitu sebesar 0,2436 digit/hari (Gambar 2 dan 3).



Gambar 2. Hubungan antara waktu penyimpanan dengan bilangan asam
 Figure 2. Relation between storage time and acid number

Keterangan (Remarks) : MJP = Minyak Jarak Pagar (*Jatropha oil*) ; MKS = Minyak kelapa sawit (*Palm oil*) ; MK = Minyak kelapa (*Coconut oil*) ; MJP Aerasi = Minyak jarak pagar yang diaerasi (*Aerated jatropha oil*)

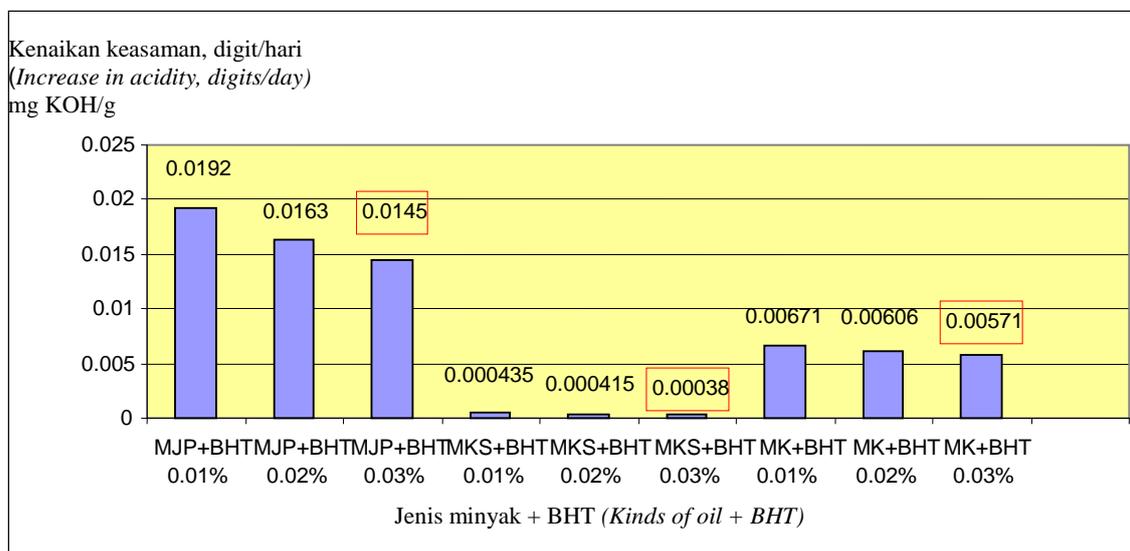


Gambar 3. Histogram kenaikan keasaman pada berbagai jenis minyak
 Figure 3. Histogram revealing the increase in acidity for different/various kinds of oil

Keterangan (Remarks) : Untuk kode (For the code of) MJP, MKS, MK & MJP Aerasi, lihat Gambar 2 (Please refer to figure 2).

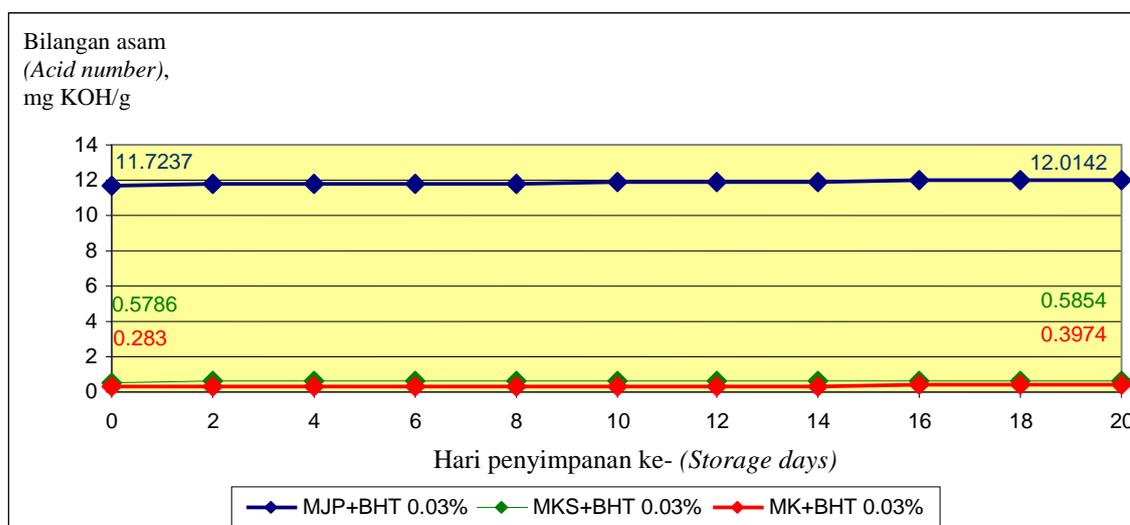
C. Pengaruh Pemberian Antioksidan

Gambar 4 dan 5 menunjukkan pengaruh antioksidan BHT dalam menekan peningkatan keasaman setiap hari pada minyak yang berbeda. Pada MJP, konsentrasi BHT 0,03% memberikan peningkatan bilangan asam terendah (0,0145), demikian pula pada MKS yaitu 0,00038 dan pada MK yaitu 0,00571. Selanjutnya, data bilangan asam beberapa jenis minyak setelah pemberian antioksidan pada hari pengamatan ke-20 dapat dilihat pada Lampiran 1.



Gambar 4. Hubungan antara jenis minyak+BHT dengan kenaikan keasaman (digit/hari)
 Figure 4. Inhibiting effect of BHT antioxidant against the increase in acidity (digits/day)

Keterangan (Remarks) : Untuk kode (For the code of) MJP, MKS & MK, lihat Gambar 2 (Please refer to figure 2) ; BHT = Butylated Hydroxy Toluena



Gambar 5. Hubungan antara waktu penyimpanan dengan keasaman minyak+BHT 0,03%
 Figure 5. Increasing trend of the increase in acid number with storage duration at different oils, each mixed with 0.03% BHT antioxidant

Keterangan (Remarks) : Untuk kode (For the code of) MJP, MKS, & MK, lihat Gambar 2 (Please refer to figure 2) ; BHT = Butylated Hydroxy Toluena

D. Pengaruh Degumming

Minyak jarak pagar selain kualitasnya ditentukan oleh tingginya keasaman minyak, juga ditentukan oleh tingginya kekentalan dan kerapatan yang berakibat lanjut terjadinya gangguan aliran biodiesel di dalam sistim permesinan.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa melalui proses *degumming*, nilai bilangan asam, kekentalan dan kerapatan biodiesel dapat diturunkan. Bilangan asam diturunkan dari 0,92 menjadi 0,38 dan kekentalan diturunkan dari 17,29 menjadi 4,34 (Tabel 2). Dengan proses “degumming” ini, metil ester dipisahkan dari kandungan gum (getah atau lendir yang terdiri dari fosfatida, protein, residu, karbohidrat dan resin) serta zat pengotor lainnya yang meyebabkan tingginya kekentalan dan kerapatan minyak. Proses degumming dilakukan menggunakan konsentrasi asam fosfat 20% dengan persentase 3% (v/v).

Tabel 2. Pengaruh proses degumming terhadap keasaman dan viskositas minyak jarak pagar
Table 2. Effect of degumming on acid number and viscosity of jatropha oil

Perlakuan (Treatment)	Tanpa degumming (Without degumming)	Dengan degumming (With degumming)
Bilangan Asam (Acid number), mg KOH/g	0,90 0,94 0,93	0,40 0,39 0,36
Rata-rata (Average)	0,92	0,38
Kekentalan pada 40°C (Viscosity at 40°C), cP	17,32 17,00 17,56	4,54 4,43 4,08
Rata-rata (Average)	17,29	4,34

Keterangan (Remarks) : Bilangan asam dan viskositas setelah proses esterifikasi
(Acid number and viscosity after esterification)

E. Pengaruh Katalis pada Proses Esterifikasi

Untuk mempercepat konversi asam lemak bebas menjadi metil ester, pada proses esterifikasi diperlukan katalisator. Katalis yang digunakan pada penelitian terdahulu adalah HCl 1% teknis, karena HCl adalah asam keras dan mahal, maka pada penelitian ini dicobakan jenis katalis padat yang sifatnya adalah “ion exchanger”, katalis tersebut adalah *zeolit*, *bentonit* dan *kaolin* pada level 1%, 2%, 3% dan 4%.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa katalis zeolit pada taraf persentase 3% (b/v) memberikan nilai bilangan asam terendah dibandingkan perlakuan lainnya (Tabel 3). Kedua terbaik adalah HCl pada persentase 1% (v/v). Keuntungan lain dari katalis ini adalah karena katalis ini berbentuk padat, sehingga mudah dicuci, dibersihkan dan digunakan ulang.

Tabel 3. Pengaruh katalisator pada keasaman biodiesel hasil estrans
Table 3. Effect of different catalysts on acid number of estrans biodiesel

Jenis katalis (<i>Kinds of catalyst</i>)	Bilangan asam (<i>Acid number</i>), mg KOH/g			
	Persentase katalis (<i>Catalyst percentage</i>), % (b/b)			
	1 %	2 %	3 %	4%
Asam klorida (HCl)	0,41	0,87	0,67	0,83
	0,39	0,85	0,65	0,66
	0,50	0,10	0,50	0,77
Rata-rata (<i>Average</i>) :	0,43	0,61	0,61	0,75
Zeolit	0,71	1,10	0,48	0,72
	1,10	0,76	0,28	0,67
	1,13	0,60	0,30	0,48
Rata-rata (<i>Average</i>) :	1,04	0,82	0,35	0,62
Bentonit	1,34	1,43	1,37	1,12
	1,22	1,30	1,16	1,41
	1,30	1,20	1,20	1,30
Rata-rata (<i>Average</i>) :	1,29	1,31	1,24	1,27
Kaolin	1,04	1,00	0,95	1,40
	1,20	1,09	1,30	1,10
	1,11	0,97	1,21	1,30
Rata-rata (<i>Average</i>) :	1,12	1,02	1,15	1,27

Keterangan (*Remarks*) : Bilangan asam biodiesel setelah proses estrans (*Acid number of biodiesel after estrans process*) ; b/b = berat per berat (*weight per weight*)

Dari hasil penelitian (Tabel 3), terlihat bahwa katalisator jenis zeolit pada taraf 3% (b/b) memberikan nilai bilangan asam terendah dibandingkan dengan jenis katalis lainnya. Hal ini disebabkan zeolit sebagai katalisator mempunyai pusat aktif dalam sistem pori katalisnya, dan pori tersebut tersusun dalam ukuran yang seragam. Sistem pori tersebut berhubungan dengan sifat kristal dari zeolit.

Zeolit berfungsi sebagai katalisator asam padat, karena kationnya dapat dipertukarkan, dimana kation tersebut menghambat reaksi karena tidak mempunyai kemampuan untuk memacu reaksi dengan reaktan. Zeolit umumnya memiliki kation jenis alkali (misal Na^+), jika kation ini ditukar dengan NH_4 yang diikuti pemanasan, maka pada

permukaan zeolit akan terdapat ion H^+ yang secara katalitik berfungsi sebagai pusat aktif. Kemampuan zeolit sebagai katalis dikarenakan zeolit memiliki sifat-sifat tertentu, diantaranya sebagai berikut (Richardson, 1989) :

1. Sifat pori mikronya yang dapat ditentukan

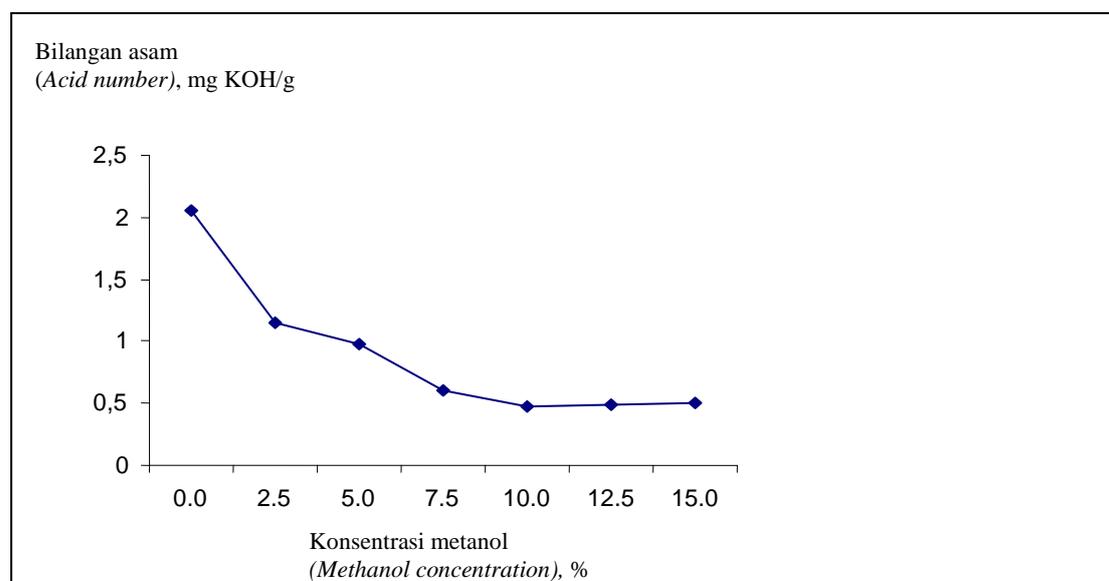
Zeolit yang berbentuk kristal memiliki banyak ruang kosong yang dapat memegang peranan penting dalam proses katalisis.

2. Ukuran kristal dan morfologinya yang dapat diubah-ubah

Jika digunakan sebagai katalis maka ukuran pori mikro dari zeolit memegang peranan penting. Secara umum aktivitas zeolit menurun dengan semakin meningkatnya ukuran kristal. Ukuran kristal yang besar menyebabkan distribusi Al pada kristal tidak merata terutama pada permukaannya, sehingga keasaman dari katalis menurun.

F. Pengaruh Konsentrasi Metanol pada Proses Esterifikasi

Esterifikasi merupakan reaksi antara asam lemak dengan alkohol menghasilkan ester. Metil ester (biodiesel) hasil proses esterifikasi dari minyak jarak pagar, apabila menggunakan katalisator HCl 1%, maka penggunaan pereaksi metanol adalah sebanyak 10% v/v (Sudradjat *et al.*, 2005). Dengan menggunakan katalis asam padat (zeolit), maka perlu diketahui konsumsi metanol yang diperlukan pada proses esterifikasi, agar dapat memberikan nilai bilangan asam yang rendah.



Gambar 6. Pengaruh konsentrasi metanol terhadap bilangan asam dari biodiesel
Figure 6. Effect of methanol concentration on acid number of biodiesel

Dari Gambar 6 dapat dilihat bahwa metil ester hasil proses esterifikasi-transesterifikasi menghasilkan bilangan asam sesuai dengan standar SNI yaitu dibawah 0,8 mg KOH/g sampel. Dengan demikian konsentrasi metanol 10% v/b dianggap efisien untuk diterapkan pada proses esterifikasi minyak jarak pagar.

Hasil penelitian pengaruh konsentrasi metanol pada proses esterifikasi terhadap bilangan asam analisa statistiknya menggunakan paket program SAS (Statistical Analysis System) adalah sebagai berikut: diagram pencar antara konsentrasi metanol dan bilangan asam terlihat bahwa titik-titik pengamatan cenderung membentuk pola garis lurus dengan kemiringan positif. Hal ini diperkuat dari besaran nilai koefisien korelasi (R) yang diperoleh yaitu sebesar -0,869 dan pola hubungan antara konsentrasi metanol dan bilangan asam membentuk persamaan linier. Persamaan linier yang diperoleh adalah: $Y = 1,58750 - 0,09243 X$

Dari persamaan diatas diperoleh hasil pengujian bahwa konsentrasi metanol berpengaruh nyata terhadap bilangan asam dengan peluang nyata 0,0001 dan koefisien determinasi (R^2) yang dihasilkan yaitu 0,7552. Artinya 75,52% model dugaan diatas dapat disimpulkan bahwa perubahan satu satuan konsentrasi metanol akan meningkatkan perubahan bilangan asam sebesar 0,09243 satuan.

G. Optimasi Konsentrasi Katalis, Suhu dan Konsentrasi Metanol Proses Esterifikasi terhadap Bilangan Asam

Metode permukaan respon yang digunakan adalah untuk meramalkan respon yang akan diperoleh akibat dari variable yang mempengaruhinya, dalam hal ini adalah konsentrasi katalis, lama reaksi dan konsentrasi methanol. Lamareaksi yang digunakan adalah nilai optimal hasil penelitian sebelumnya yaitu 120 menit. Pada dasarnya analisis permukaan respon adalah serupa dengan analisis regresi yaitu menggunakan prosedur pendugaan parameter fungsi respon berdasarkan metode kuadrat terkecil. Analisis statistik terhadap pengaruh linier dari faktor penentu reaksi terhadap respon berguna untuk mengetahui besarnya pengaruh dari masing-masing faktor dan interaksinya terhadap respon. Hasil persamaan regresi nilai estimasi proses esterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4.

Hasil analisis keragaman menunjukkan bahwa bilangan asam proses esterifikasi pembuatan metil ester berbasis minyak jarak pagar dipengaruhi oleh konsentrasi katalis, suhu, dan konsentrasi metanol. Semua faktor ini mempunyai pengaruh yang nyata terhadap penurunan bilangan asam.

Tabel 4. Nilai estimasi proses esterifikasi minyak jarak pagar
 Table 4. Estimation values of *jatropha* oil esterification process

Parameter (Parameters)	Koefisien estimasi (Estimation coefficient)
Intersept (<i>Intercept</i>)	3,450499
Konsentrasi katalis (<i>Catalyst concentration</i>), Z	-0,025993
Suhu (<i>Temperature</i>), T	-0,101966
Konsentrasi metanol (<i>Methanol concentration</i>), MR	-0,221188
Z x Z (= Z ²)	0,575428
T x Z	-0,026250
T x T	0,460551
MR x Z	0,016250
MR x T	-0,176250
MR x MR (= MR ²)	0,0563056

Bilangan asam adalah bilangan yang menunjukkan banyaknya milligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan satu gram minyak atau lemak. Ketika katalis asam padat dan pereksi metanol digunakan dalam proses esterifikasi maka akan menurunkan bilangan asam. Bilangan asam metil ester (biodiesel) yang dihasilkan pada proses esterifikasi minyak jarak pagar pada penelitian ini berkisar antara 5,29 – 5,50 mg KOH/g sampel.

Pada Gambar 7 terlihat bahwa pengaruh konsentrasi zeolit, suhu reaksi dan konsentrasi metanol mengakibatkan terjadi penurunan bilangan asam, hal ini disebabkan interaksi antara asam lemak dan metanol bersifat bolak balik (*reversible*) dan prosesnya sangat lambat. Mekanisme reaksi esterifikasi berkatalis heterogen yang bersifat asam melibatkan proses protonisasi atom oksigen pada gugus karbonil asam lemak membentuk ion karbonium, yaitu suatu ion konjugasi asam dari asam lemaknya (Fessenden, 1986). Ion ini mengalami reaksi pertukaran dengan molekul metanol sepanjang dipol C-O⁺ gugus karbonil untuk menghasilkan molekul air. Selanjutnya proton dilepaskan untuk menghasilkan metil ester.

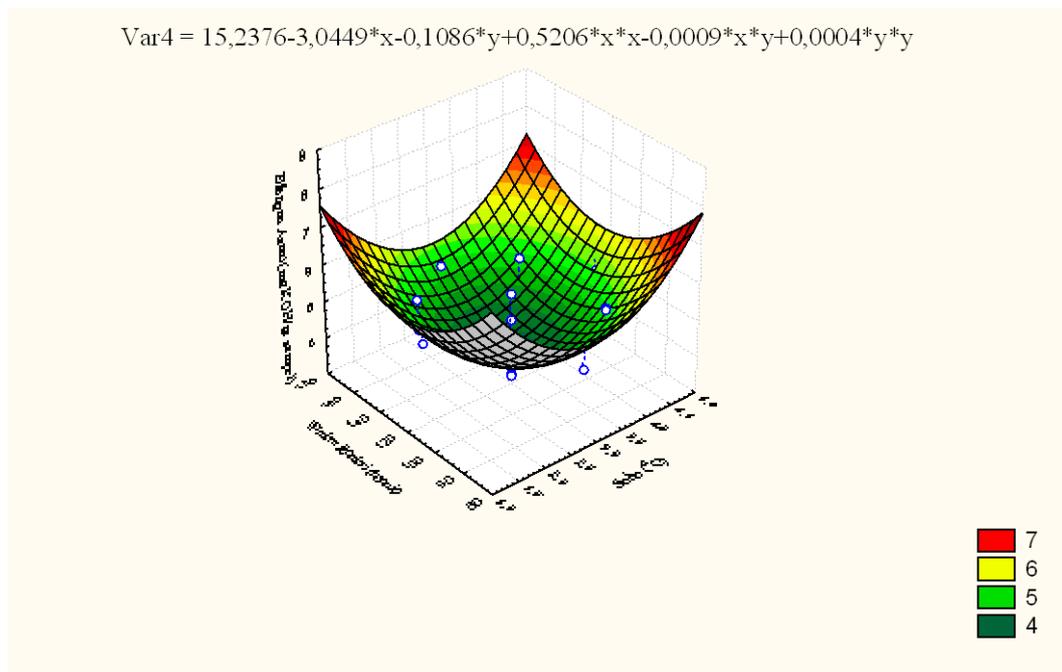
Reaksi pertukaran antara molekul metanol dengan asam lemak merupakan proses yang sangat lambat dan sangat menentukan kesempurnaan proses reaksi keseluruhan.

Jumlah metanol yang memadai sangat membantu kesempurnaan reaksi esterifikasi. Penggunaan pereaksi metanol 10% pada optimasi proses esterifikasi memadai untuk membantu protonisasi gugus karbonil. Kondisi optimum proses esterifikasi terjadi pada konsentrasi zeolit (X_1) 3,1%, waktu reaksi (X_2) 121 menit, dan konsentrasi metanol (X_3) 11,34% yang menghasilkan bilangan asam (Y) 3,42 mg KOH/g sampel. Estimasi koefisien regresi untuk bilangan asam menunjukkan hasil taksiran parameter model, adalah sebagai berikut :

$$Y = 3,450499 - 0,025993X_1 - 0,101966X_2 - 0,2211880X_3 + 575428X_1^2 - 0,460551X_2^2 + 0,563056X_3^2 - 0,026250X_1X_2 + 0,016250X_1X_3 - 0,176250X_2X_3$$

$$R^2 \text{ (koefisien determinasi)} = 0,9574$$

Selanjutnya, estimasi koefisien regresi untuk bilangan asam sebagai fungsi dari konsentrasi zeolit dan suhu reaksi esterifikasi minyak jarak pagar disajikan pada Gambar 6.



Gambar 7. Respon permukaan bilangan asam (Var 4) sebagai fungsi dari konsentrasi zeolit (X) dan suhu reaksi proses esterifikasi minyak jarak pagar (Y)

Figure 7. Surface respons of acid number (Var 4) as a function of zeolite(X) concentration and esterification reaction temperature in esterification process of jatropha oil (Y)

Keterangan (Remarks) : X = Suhu (Temperature), °C ; Y = Waktu esterifikasi (Esterification duration), menit (minutes) ; Z = Bilangan asam (Acid number), mg KOH/g

H. Hasil Analisa Sifat Fisika Kima Minyak setelah Proses Esterifikasi

Pada dasarnya proses pembuatan metil ester (biodiesel) adalah merubah minyak jarak pagar kedalam bentuk ester. Untuk memperoleh ester, minyak jarak pagar direaksikan dengan metanol, dan untuk mempercepat jalannya reaksi maka ditambahkan katalisator. Adapun karakterisasi sifat fisiko kimia proses esterifikasi minyak jarak pagar yang meliputi massa jenis, kekentalan kinematik, *flash point*, *pour point*, bilangan asam, kadar air, kadar sulfur komposisi asam lemak dan lain-lain disajikan pada Tabel 5.

Dari hasil penelitian (Tabel 5) dapat dilihat bahwa terjadinya perubahan sifat fisiko kimia produk/hasil proses esterifikasi minyak jarak pagar sebagai berikut :

1. Bilangan asam

Bilangan asam adalah ukuran dari jumlah asam lemak bebas, serta dihitung berdasarkan berat molekul dari asam lemak atau campuran asam lemak. Hasil proses esterifikasi menunjukkan terjadinya penurunan bilangan asam (dari 8,81 menjadi 4,37). Terjadinya penurunan bilangan asam ini karena putusnya ikatan rangkap pada gugus trigliserida minyak jarak pagar tersebut yang disebabkan oleh interaksi antara asam lemak dan metanol yang bersifat bolak balik (*reversible*) dan prosesnya sangat lambat. Mekanisme reaksi esterifikasi berkatalis heterogen yang bersifat asam melibatkan proses protonisasi atom oksigen pada gugus karbonil asam lemak membentuk ion karbonium, yaitu suatu ion konjugat asam dari asam lemaknya. Ion ini mengalami reaksi pertukaran dengan molekul metanol sepanjang dipol C-O⁺ gugus karbonil untuk menghasilkan molekul air. Selanjutnya proton dilepaskan untuk menghasilkan metil ester.

2. Komposisi asam lemak

Hasil pengukuran komposisi asam lemak minyak jarak pagar (Tabel 5) setelah proses esterifikasi minyak jarak pagar dengan metode kromatografi gas menunjukkan komposisi asam oleat (43 %) yang memiliki satu ikatan rangkap dan asam linoleat (dari 34,419% turun menjadi 0,24 %) yang memiliki dua ikatan rangkap. Terjadinya penurunan komposisi asam lemak menyebabkan terjadinya pemutusan ikatan rangkap pada gugus trigliserida.

Tabel 5. Sifat fisiko kimia minyak hasil proses esterifikasi minyak jarak pagar
 Table 5. Physical and chemical properties of jatropha oil after esterification process

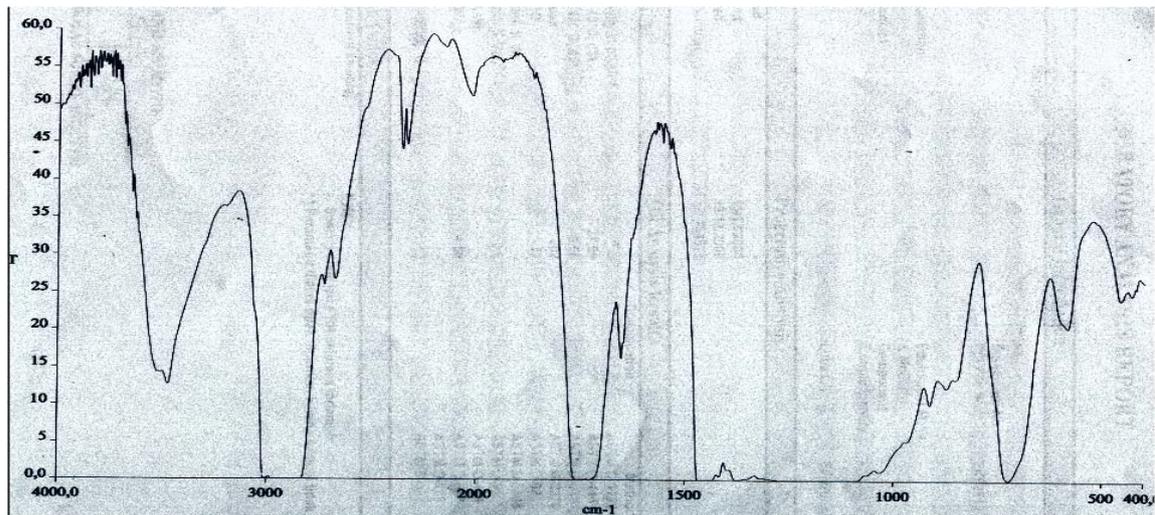
Parameter (Parameters)	Minyak jarak hasil esterifikasi (Jatropha oil after esterification)
Sifat fisik (Physical properties) :	
Warna (Color)	Bening kekuningan (Yellowish transparant)
Densitas (Density), g/cm ³	0,9218
Titik nyala (Flash Point) PMCC, °C	210
Titik tuang (Pour point), °C	12
Viskositas (Viscosity) 40°C, cSt	27,78
Viskositas (Viscosity) 100°C, cSt	7,11
Viskositas Indeks (Index viscosity)	211
Bilangan asam (Acid number), mg KOH/gr	4,37
Kadar air (Moisture content), % vol	0,8
CCR (Conrad carbon residue), % wt	0,49
Sedimen (Sediment), % wt	0,0102
Kandungan sulfur (Sulfur content), % wt	ND
Komposisi kimia (Chemical composition) :	
Asam lemak jenuh (Saturated fatty acid), %	
Kaprilat (Caprylic)	0,02
Kaprat (Capric)	0,03
Laurat (Lauric)	0,49
Miristat (Myristic)	0,34
Palmitat (Palmitic)	14,8
Stearat (Stearic)	6,87
Asam lemak tidak jenuh (Unsaturated fatty acid), %	
Oleat (Oleic)	43,0
Linoleat (Linoleic)	33,4
Linolenat (Linolenic)	0,24
Palmitoleat (Palmitoleic)	0,75

Keterangan (Remarks) : Katalis yang digunakan zeolit (Catalyst used is zeolite)
 ND = Tak terdeteksi (Not detectable)

3. Spektrum sidik jari FTIR

Pada pemeriksaan *fourier transformation infra red* (FTIR) proses esterifikasi minyak jarak pagar dengan katalisator zeolit memberikan spektrum yang dapat dilihat dari Gambar 8. Pada spektrum tersebut terlihat adanya pita serapan gugus karboksilat pada bilangan gelombang 2.500 – 3.500 cm⁻¹, yang menunjukkan adanya ulur gugus senyawa karbonil C=O (frekuensi absorpsi 1700-1725 cm⁻¹).

Transmisi (*Transmission*), %



Bilangan gelombang (*Wave number*), cm^{-1}

Gambar 8. Spektrum infra merah minyak jarak pagar yang telah mengalami proses esterifikasi
Figure 8. Infrared spectrum of jatropha oil after esterification process

V. KESIMPULAN

1. Hasil analisa rendemen minyak jarak pagar dari tiga daerah yaitu Kebumen, Nusa Tenggara Barat dan Lampung berbeda. Hal ini disebabkan beberapa faktor antara lain kualitas biji, kondisi tumbuh tanaman, waktu pemanenan, iklim dan cuaca.
2. Pada perlakuan pendahuluan, biji jarak pagar harus dilakukan pemanasan terlebih dahulu dengan cara dioven pada suhu $100 - 110^{\circ}\text{C}$ atau dikukus selama satu jam yaitu untuk memisahkan protein dari minyak, menghentikan aktifitas bakteri dan enzim, serta melunakkan biji. Pengempaan dengan pemanasan lebih disarankan karena rendemen minyak lebih tinggi.
3. Keasaman minyak jarak pagar (MJP) meningkat setiap hari sebesar 0,1018 digit, minyak kelapa sawit (MKS) 0,0114 digit dan minyak kelapa (MK) 0,0167 digit. Artinya setiap 10 hari keasaman MJP meningkat dalam besaran nilai 1, sedangkan MKS dan MK 0,1. Oksidasi dengan aerasi udara pada minyak jarak pagar meningkatkan keasaman dua kali lipat dari oksidasi udara biasa yaitu sebesar 0,2436 digit/hari.

4. Antioksidan BHT (*butylated hydroxy toluena*) dapat menekan peningkatan keasaman MJP pada konsentrasi BHT 0,03% yaitu peningkatannya sebesar 0,0145 digit, demikian pula pada MKS peningkatannya 0,00038 dan pada MK 0,00571 digit.
5. Proses degumming atau pemisahan gum merupakan proses pemisahan getah atau lendir tanpa mengurangi jumlah asam lemak bebas dalam minyak. Hasil analisa proses degumming minyak jarak pagar berpengaruh nyata terhadap penurunan bilangan asam dan kekentalan.
6. Untuk mempercepat konversi asam lemak bebas menjadi metil ester, pada proses esterifikasi diperlukan katalisator. Hasil analisa menunjukkan penggunaan katalisator zeolit pada proses esterifikasi berpengaruh nyata terhadap penurunan bilangan asam.
7. Dari hasil kajian penentuan kondisi optimum proses esterifikasi pembuatan metil ester berbahan baku MJP menggunakan metode permukaan respon dan *Central Composite Design* (CCD), dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum proses esterifikasi terjadi pada konsentrasi zeolit 3,1%, waktu reaksi 121 menit, dan konsentrasi metanol 11,34% yang menghasilkan bilangan asam 3,42 mg KOH/g .

VI. DAFTAR PUSTAKA

- Ambarita, M.T.D. 2002. Transesterifikasi minyak goreng bekas untuk produksi metil ester (*Tesis*). Program Pasca Sarjana, Institut Pertanian Bogor.
- Box, G.E.P., W.G. Hunter, and J.S. Hunter. 1978. *Statistic for Experiments : An Introduction to Design, Data Analysis, and Model Building*. John Wiley & Sons. New York. 58 : 75 – 82 pp.
- Darnoko, D., and Cheryan, M. 2000. Kinetics of palm oil transesterification in batch reactor. *J Am Oil Chem Soc* 77 : 1263 – 1267.
- Fessenden, R.J. 1986. *Kimia Organik*. Jilid ke-2, Edisi ke-3. Terjemahan dari *Organic Chemistry, Third Edition*. Pudjaatmaka A.H., penerjemah. Erlangga. Jakarta.
- Heyne, K. 1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia II*. Terjemahan Badan Penelitian dan Pengembangan Kehutanan. Penerbit Yayasan Sarana Wana Jaya, Jakarta. Jilid II : 1180 – 1182.
- Mao, V., Konar, S.K., and Boocock, D.G.B. 2004. The pseudo single phase base catalyzed trans-methylation of soybean oil. *J.AM Oil Chem Soc*. 81 : 803 - 808.
- Montgomery, D.C. 1991. *Design and Analysis of Experiment*. New York : John Wiley & Sons. New York.
- Richardson, J.T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York.
- Sudradjat, R. 2006. Biodiesel dari tanaman jarak pagar. Bahan Presentasi di Trubus Agro-Expo, Tanggal 2 - 12 Maret 2006. Jakarta. *Tidak diterbitkan*.
- Sudradjat, R. dan D. Setiawan. 2003. Teknologi pembuatan biodiesel dari minyak biji jarak pagar. Laporan Hasil Penelitian. Sumber Dana DIK-S DR Tahun 2003. Pusat Litbang Teknologi Hasil Hutan. Bogor. *Tidak diterbitkan*.
- _____. 2004. Pembuatan biodisel dari tanaman jarak pagar. Laporan Hasil Penelitian. Sumber Dana DIK-S DR Tahun 2004. Pusat Litbang Teknologi Hasil Hutan. Bogor. *Tidak diterbitkan*.
- _____, Hendra, A., W. Setiawan, dan D. Setiawan. 2005. Teknologi pembuatan biodisel dari minyak biji tanaman jarak pagar. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. Pusat Litbang Hasil Hutan. Bogor. Vol. 23 (1) : 53 - 68.
- Swern, D. 1982. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. Edisi ke-4, Vol. 2. New York : John Wiley & Sons. New York.

Lampiran 1 . Bilangan asam minyak jarak pagar, minyak kelapa sawit dan minyak kelapa setelah jangka waktu 20 hari
Appendix 1. Acid number of jatropha oil, palm oil, and coco oil after 20-day duration

Kode contoh (Sample code)	Bilangan asam hari ke (Acid number following days of) :											Kenaikan bilangan asam (Increase in acid number), Digit/hari (Digits/day)
	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20	
MJP	11.883	12.0859	12.2894	12.4921	12.6955	12.9044	13.1075	13.3101	13.5127	13.7159	13.9185	0.1018
MKS	0.5755	0.5979	0.6198	0.6432	0.6649	0.6872	0.7091	0.7327	0.7545	0.7763	0.8029	0.0114
MK	0.2902	0.3238	0.3569	0.3898	0.4232	0.4563	0.4905	0.5235	0.5567	0.5899	0.6237	0.0167
MJP+BHT 0,01%	11.8918	11.9296	11.969	12.0072	12.0462	12.846	12.1232	12.1619	12.1996	12.2373	12.2755	0.0192
MJP+BHT 0,02%	11.7752	11.8108	11.8468	11.8827	11.9185	11.9549	11.9917	12.0291	12.0648	12.1007	12.1363	0.0163
MJP+BHT 0,03%	11.7237	11.7533	11.7834	11.8332	11.8363	11.866	11.8974	11.9268	11.9752	11.9848	12.0142	0.0145
MKS+BHT 0,01%	0.5772	0.5784	0.5789	0.5797	0.5806	0.5815	0.5824	0.5832	0.584	0.5849	0.5859	0.000435
MKS+BHT 0,02%	0.5764	0.5772	0.5781	0.5789	0.5797	0.5806	0.5815	0.5825	0.5833	0.584	0.5847	0.000415
MKS+BHT 0,03%	0.5786	0.5794	0.5801	0.581	0.5809	0.5816	0.5823	0.5825	0.5838	0.5846	0.5854	0.00038
MK+BHT 0,01%	0.283	0.2944	0.3061	0.3175	0.3284	0.3418	0.3527	0.3641	0.3756	0.3867	0.3974	0.00671
MK+BHT 0,02%	0.2862	0.2984	0.3102	0.3221	0.3316	0.3467	0.3586	0.3707	0.383	0.3949	0.4073	0.00606
MK+BHT 0,03%	0.2801	0.2941	0.3076	0.3208	0.3147	0.3488	0.3612	0.3742	0.3972	0.4012	0.4143	0.00571
MJP Aerasi	11.9181	12.4941	13.0831	13.6956	14.3072	14.9187	15.5768	15.8746	16.186	16.4858	16.7904	0.2436

Keterangan (Remarks) : MJP = Minyak Jarak Pagar (*Jatropha oil*); MKS = Minyak Kelapa Sawit (*Palm oil*); MK = Minyak Kelapa (*Coconut oil*);
 BHT = Butylated Hydroxy Toluene; MJP Aerasi = Minyak Jarak Pagar yang diaerasi (*Aerated jatropha oil*)

Keterangan (*Remarks*) : Untuk notasi A, B, C, D, E, F, G dan H, lihat halaman sebelumnya
 (For the notaion A, B, C, D, E, F, G and H, please refer to the previous page)

Lampiran 1. Analisa optimasi proses esterifikasi terhadap bilangan asam
Appendix 1. Analyses of esterification optimization process of acid number

Run	X1	X2	X3	Y
1	-1	-1	-1	5,29
2	1	-1	-1	5,23
3	-1	1	-1	5,20
4	1	1	-1	5,11
5	-1	-1	1	5,12
6	1	-1	1	5,20
7	-1	1	1	4,40
8	1	1	1	4,30
9	0	0	0	3,30
10	0	0	0	3,25
11	0	0	0	3,45
12	0	0	0	3,50
13	0	0	0	3,60
14	0	0	0	3,57
15	1,682	0	0	5,12
16	-1,682	0	0	5,23
17	0	1,682	0	4,98
18	0	-1,682	0	4,72
19	0	0	1,682	4,78
20	0	0	-1,682	5,50

Lampiran 2. Analisa keragaman optimasi proses esterifikasi
Appendix 2. Ananlyses of variance of esterification process optimization

Regresi (<i>regresiion</i>)	DK	JK	R-Kuadrat	Nilai F	Pr > F
Linier	3	0,819452	0,0685	5,36	0,0185
Kuadratik	3	10,376879	0,8675	67,92	<.0001
Crossproduct	3	0,256138	0,0214	1,68	0,2344
Total Model	9	11,452468	0,9574	24,98	<.0001

Lampiran 3. Analisa keragaman (analisa *Lack of Fit*) optimasi proses esterifikasi
Appendix 3. Analyses of variance of esterification process optimization

Residual	DK	JK	KT	Nilai F	Pr > F
Lack of Fit	5	0,407557	0,081511	4,01	0,0770
Pure Error	5	0,101750	0,020350		
Total Error	10	0,509307	0,050931		

Lampiran 4. Nilai estimasi, standar deviasi dan nilai t bilangan asam
Appendix 4. Estimation value, deviation standard and t-value of acid number

Parameter	DK	Nilai Estimasi	Standar Deviasi	Nilai t	Prob>F
Intercept	1	3,450499	0,092043	37,49	<.0001
X1	1	-0,025993	0,061065	-0,43	0,6794
X2	1	-0,101966	0,061065	-1,67	0,1259
X3	1	-0,221188	0,061065	-3,62	0,0047
X1*X1	1	0,575428	0,059437	9,68	<.0001
X2*X1	1	-0,026250	0,079789	-0,33	0,7489
X2*X2	1	0,460551	0,059437	7,70	<.0001
X3*X1	1	0,016250	0,079789	0,20	0,8427
X3*X2	1	-0,176250	0,079789	-2,21	0,0517
X3*X3	1	0,0563056	0,059437	9,41	<.0001

Lampiran 5. Hasil analisa keragaman bilangan asam akibat pengaruh konsentrasi zeolit, waktu reaksi, dan konsentrasi methanol.

Appendix 5 Analyses of variance of acid number as impact of zeolit concentration, reaction time, and methanol concentration.

Sumber Keragaman	DK	Jk	KT	F Rasio	Prob>F
Konsentrasi Zeolit	4	4,790433	1,197608	23,51	0,0001
Waktu Reaksi	4	3,453897	0,863474	16,95	0,0002
Konsentrasi Metanol	4	5,489372	1,372343	26,95	0,0001

Keterangan (*Remarks*) :DF : Derajat kebebasan (*degree of freedom*), JK : Jumlah Kuadrat (*sum of square*), KT : Kuadrat Tengah (*mean square*)

