

#### **SKRIPSI – TK 141581**

EKSTRAKSI MINYAK DARI MICROALGAE (Chlorella sp.)
DENGAN MICROWAVED ASSISTED EXTRACTION
SEBAGAI BAHAN PEMBUATAN BIODIESEL

#### Oleh:

Yurie Nurmitasari NRP. 2313 100 106

Annisaa Rhaudiyah Reza NRP. 2313 100 147

Dosen Pembimbing: Donny Satria Bhuana, ST., M.Eng NIP. 19810303 200604 1 002 Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA NIP. 19610802 198601 1 001

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER SURABAYA 2017



#### FINAL PROJECT – TK 141581

MICROALGAE OIL EXTRACTION OF *Chlorella sp.* USING MICROWAVE ASSISTED EXTRACTION METHOD as A MATERIAL FOR BIODIESEL

By:

Yurie Nurmitasari NRP. 2313 100 106

Annisaa Rhaudiyah Reza NRP. 2313 100 147

**Academic Advisors:** 

Donny Satria Bhuana, ST., M.Eng NIP. 19810303 200604 1 002 Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA NIP. 19610802 198601 1 001

CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY SURABAYA 2017

#### LEMBAR PENGESAHAN

# EKSTRAKSI MINYAK MICROALGAE (Chlorella sp.) DENGAN METODE MICROWAVED-ASSISTED EXTRACTION SEBAGAI BAHAN PEMBUATAN BIODIESEL

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

# Oleh:

Yurie Nurmitasari

NRP 2313 100 106

Annisaa Rhaudiyah Reza

NRP 2313 100 147

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Donny Satria Bhuana, ST., M.Eng

(Pembimbing 1)

2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.

(Pembimbing 2)

3. Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T.

Penguji I)

4. Orchidea Rachmaniah, S.T., M.T

Penguji II)

5. Siti Zullaikah, ST, MT, PhD

(Penguji III)



# PEMBUATAN MINYAK MIKROALGA DENGAN MICROWAVED-ASSISTED EXTRACTION SEBAGAI BAHAN PEMBUATAN BIODIESEL

Nama/NRP : 1. Yurie Nurmitasari (2313 100 106)

2. Annisaa Rhaudiyah Reza (2313 100 147)

Departemen : Teknik Kimia FTI-ITS

Dosen Pembimbing : Donny Satrian Bhuana, ST., M.Eng

Prof. Dr. Ir Mahfud, DEA

#### **ABSTRAK**

Microalgae memiliki potensi yang sangat tinggi untuk dapat dijadikan sebagai bahan pembuatan biodiesel karena microalgae mempunyai kandungan lipid yang tinggi. Dalam penelitian ini species microalgae yang digunakan adalah Chlorella sp. karena mengangdung lipid yang tinggi sekitar 10-48%. Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari kondisi operasi optimal untuk ekstraksi minyak microalgae Chlorella sp. dengan metode Microwaved-Assisted Extraction (MAE) yang meliputi rasio bahan terhadap volume soxhlet, daya microwave yang dibutuhkan untuk ekstraksi, serta waktu terhadap *yield* pada proses ekstraksi. Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah massa mikroalga kering sebanyak 10; 20; 30gram, daya sebesar 300; 450; 600 watt serta waktu reaksi 20; 35; 50; 80menit. Metode yang pertama yang dilakukan pada penelitian ini adalah mengekstraksi mikroalga yang telah dicampurkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kemudian dilanjutkan mengekstraksi dengan microwave menambahkan NaOH. Setelah mengekstraksi, dilakukkannya centrifuge untuk memisahkan endapan dan supernatantnya. Kemudian supernatantnya ditambahkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,5M dan mencentrifuge kembali. Setelah itu mengekstraksinya kembali dengan microwave dengan menambahkan 50mL N-Heksana. Hasilnya diuapkan sampai membentuk endapan kristal. Endapan tersebut diberi metanol dan N-Heksana secukupnya untuk mengikat minyak. Menyaring endapan tersebut dan memanaskan sampai berat botol yang berisi minyak konstan. Dari metode yang dilakukan mendapatkan *yield* sebesar 88,45% dengan menggunakan massa mikroalga kering 10 gram pada daya 300 watt selama 35 menit. Kesimpulan yang didapat adalah proses ekstraksi dengan *Microwaved-Assisted Extraction* merupakan metode yang efisien karena bisa menghemat waktu dan energi serta karena ekstraksi terjadi secara simultan. Semakin lama waktu ekstraksi maka *yield* yang diperoleh semakin menurun dan semakin tinggi daya yang digunakan maka hasil lipid yang didapatkan semakin menurun tetapi kondisi lipid yang diperoleh berupa *liquid*.

**Kata kunci :** Chlorella sp., Ekstraksi, Microalgae, Microwaved-Assisted Extraction

# MICROCULTURE OF MICROALGA OIL WITH MICROWAVED-ASSISTED EXTRACTION AS MATERIAL OF BIODIESEL

Nama/NRP : 1. Yurie Nurmitasari (2313 100 106)

**2. Annisaa Rhaudiyah Reza** (2313 100 147)

Departemen : Teknik Kimia FTI-ITS

Dosen Pembimbing : Donny Satrian Bhuana, ST., M.Eng

Prof. Dr. Ir Mahfud, DEA

#### **ABSTRACT**

Microalgae has a very high potential to be used as a material for making biodiesel because microalgae has a high lipid content. In this research, the species microalgae used was Chlorella sp. because it has high lipid content about 10,48%. The purpose of this research is to learn the optimal operating conditions for microalgae oil extraction of Chlorella sp. by Microwaved-Assisted Extraction (MAE) which includes material ratio to the distiller volume, microwave power required for the extraction, and the time to the yield on the extraction process. Variable used in this research are dry microalga mass of 10:20:30 grams, power of 300;450;600 watts, and also reaction time of 20;35;50;80 minutes. The first method used in this research was extracting microalga that had been mixed with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> then proceeded to extract using microwave by adding NaOH. After extraction process, sample was centrifuged to separate the sediment and supernatant. Then the supernatant was added with  $H_2SO_4$  0,5 M and centrifuged again. After that, extracting it again using microwave with adding 50 mL of N-Hexane. The result was evaporated to form a crystalline precipitate. The precipitate given was added with methanol and N-Hexane sufficiently to bind oil. Filtering the precipitate and heating up until the weight of the bottle containing oil constant. From this method, yield obtained is 88,45% by using the mass of dry microalga of 10 grams at 300 watts for 35 minutes. The conclusion obtained is the extraction process by Microwaved-Assisted Extraction (MAE) was an efficient method because it can save time and energy also extraction done simultaneously. The longer of the extraction time then the yield obtained decreased and the higher power used then lipid obtained decreased but lipid obtained in the form of liquid.

**Keywords**: Chlorella sp., Extraction, Microalgae, Microwaved-Assisted Extraction (MAE)

#### KATA PENGANTAR

Puji syukur kami sampaikan ke hadirat Allah SWT karena hanya dengan rahmat dan berkah-Nya kami dapat menyelesaikan skripsi dengan judul:

# "PEMBUATAN MINYAK DARI MICROALGAE (Chlorella sp.) DENGAN MICROWAVED ASSISTED EXTRACTION SEBAGAI BAHAN PEMBUATAN BIODIESEL"

Penulisan laporan ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat kelulusan pada jenjang S-1 untuk memperoleh gelar kesarjanaan di Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.

Penulis menyadari dalam penyusunan skripsi ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini kami ingin mengucapkan terima kasih kepada .

- 1. Bapak Juwari, S.T., M.Eng., Ph.D., selaku Ketua Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
- 2. Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, ST, MT selaku Koordinator Tugas Akhir Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
- 3. Bapak Donny Satria Bhuana, ST. MT, M.Eng.Sc sebagai dosen pembimbing yang telah banyak memberikan masukan bagi kami.
- 4. Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA., sebagai dosen pembimbing dan Kepala Laboratorium Teknologi Proses Kimia yang telah banyak memberikan masukan bagi kami.
- 5. Bapak dan Ibu dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
- 6. Orangtua dan keluarga kami atas segala kasih sayang dan pengertian yang telah diberikan.
- 7. Heri Septya Kusuma, S.Si., M.T. dan teman-teman Laboratorium Teknologi Proses Teknik Kimia dan rekan-rekan K-53 atas kebersamaannya.

8. Semua pihak yang telah membantu secara langsung maupun tidak, sehingga kami dapat menyelesaikan proposal skripsi ini.

Kami menyadari bahwa penyusunan proposal ini masih perlu penyempurnaan, oleh karena itu kami mengharapkan saran dan kritik yang membangun. Semoga tugas akhir ini nantinya dapat bermanfaat bagi kita semua, khususnya di bidang teknik kimia dan aplikasi industri kimia. Terima kasih.

Surabaya, 07 Juni 2017

Penyusun

# **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	
DAFTAR ISI	
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Perumusan Masalah	3
I.3 Tujuan Penelitian	3
I.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Potensi Microalgae sebagai Biodiesel	5
II.2 Chlorella sp	
II.2.1 Klasifikasi	7
II.2.2 Morfologi	8
II.2.3 Lipid dan Asam Lemak	9
II.3 Metode Pengambilan Minyak Mikroalga	13
II.4 Microwaved Assisted Extraction (MAE)	15
II.5 Studi Hasil Penelitian Sebelumnya (State of the Art)	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1 Garis Besar Penelitian	21
III.2 Bahan dan Alat	21
III.2.1 Bahan Penelitian	
III.2.2 Rangkaian untuk Proses Ekstraksi Minyak	
III.3 Prosedur Penelitian.	
III.3.1 Prosedur Penelitian Ekstraksi Pertama	
III 3 2 Prosedur Penelitian Ekstraksi Kedua	24

III.4 Variabel Penelitian	25
III.4.1 Penelitian Ekstraksi Pertama	
III.4.2 Penelitian Ekstraksi Kedua	
III.5 Flowchart Prosedur Penelitian.	27
III.5.1 Tahapan Penelitian Ekstraksi Pertama	
III.5.2 Tahapan Penelitian Ekstraksi Kedua	
III.6 Analisa Data	
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
IV.1 Proses Ekstraksi Minyak Microalgae dari Chlorella sp	32
IV.1.1 Metode Soxhletasi	32
IV.1.2 Metode Ekstraksi Minyak dengan Microwaved	
Assisted Extraction (MAE) dengan Pelarut Polar dan No.	n-
Polar	33
IV.1.3. Metode Ekstraksi Minyak dengan Microwaved	
Assisted Extraction (MAE) dengan Pelarut Asam	34
IV.2.Pengaruh Daya, Rasio Massa dan Waktu Terhadap Yield	
Crude Oil	38
IV.2.1 Pengaruh Daya terhadap Yield Crude Oil	38
IV.2.2 Pengaruh Rasio Massa terhadap Yield Crude Oil.	39
IV.2.3 Pengaruh Waktu terhadap Yield Crude Oil	41
IV.3 Hasil Percobaan Ekstraksi Minyak	43
IV.3.1 Hasil Analisa SEM Gaharu	50
IV.3.2 Hasil Analisa GC-MS Minyak Gaharu	52
IV.4 Karakteristik Lipid Chlorella sp	45
IV.4.1 Hasil Analisa GC-MS Mikroalga Chlorella sp	45
IV.4.2 Pembuatan Biofuel	46
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1 Kesimpulan	49
V.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	xii

# **DAFTAR GAMBAR**

Gambar II.1	Microalgae Chlorella sp	. 8
Gambar II.2	Skema peralatan MAE	. 15
Gambar II.3	Skema prinsip pemansan dari ekstraksi secar	a
konvensional da	n dengan menggunakan gelombang mikrowav	'e
pada metode Ma	AE	. 13
Gambar III.1	Rangkaian Alat MAE	. 22
Gambar IV.1	Grafik pengaruh daya terhadap persen yield	
	crude oil	. 38
Gambar IV.2	Grafik pengaruh massa mikroalga terhadap	
	persen yield crude oil	. 40
Gambar IV.3	Grafik pengaruh waktu ekstraksi terhadap	
	persen yield crude oil	. 42
Gambar IV.4	Grafik hasil uji GC-MS lipid Chlorella sp	. 45

# **DAFTAR TABEL**

Tabel II.1	Hasil Produksi Minyak Berbagai Tanaman	5
Tabel II.2	Kandungan Minyak Berbagai Jenis Mikroalga	10
Tabel II.3	Kandungan Asam Lemak Beberapa Spesies	12
Tabel II.4	Perbandingan Ekstraksi Beberapa Metode	12

# **DAFTAR ISI**

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	
BAB I PENDAHULUAN	
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Perumusan Masalah	3
I.3 Tujuan Penelitian	
I.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
II.1 Potensi Microalgae sebagai Biodiesel	5
II.2 Chlorella sp	7
II.2.1 Klasifikasi	7
II.2.2 Morfologi	8
II.2.3 Lipid dan Asam Lemak	9
II.3 Metode Pengambilan Minyak Mikroalga	13
II.4 Microwaved Assisted Extraction (MAE)	
II.5 Studi Hasil Penelitian Sebelumnya (State of the Art)	18
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
III.1 Garis Besar Penelitian	21
III.2 Bahan dan Alat	21
III.2.1 Bahan Penelitian	21
III.2.2 Rangkaian untuk Proses Ekstraksi Minyak	22
III.3 Prosedur Penelitian	
III.3.1 Prosedur Penelitian Ekstraksi Pertama	
III 3.2 Prosedur Penelitian Ekstraksi Kedua	24

III.4 Variabel Penelitian	25
III.4.1 Penelitian Ekstraksi Pertama	
III.4.2 Penelitian Ekstraksi Kedua	
III.5 Flowchart Prosedur Penelitian.	27
III.5.1 Tahapan Penelitian Ekstraksi Pertama	
III.5.2 Tahapan Penelitian Ekstraksi Kedua	
III.6 Analisa Data	
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
IV.1 Proses Ekstraksi Minyak Microalgae dari Chlorella sp	32
IV.1.1 Metode Soxhletasi	32
IV.1.2 Metode Ekstraksi Minyak dengan Microwaved	
Assisted Extraction (MAE) dengan Pelarut Polar dan No.	n-
Polar	33
IV.1.3. Metode Ekstraksi Minyak dengan Microwaved	
Assisted Extraction (MAE) dengan Pelarut Asam	34
IV.2.Pengaruh Daya, Rasio Massa dan Waktu Terhadap Yield	
Crude Oil	38
IV.2.1 Pengaruh Daya terhadap Yield Crude Oil	38
IV.2.2 Pengaruh Rasio Massa terhadap Yield Crude Oil.	39
IV.2.3 Pengaruh Waktu terhadap Yield Crude Oil	41
IV.3 Hasil Percobaan Ekstraksi Minyak	43
IV.3.1 Hasil Analisa SEM Gaharu	50
IV.3.2 Hasil Analisa GC-MS Minyak Gaharu	52
IV.4 Karakteristik Lipid Chlorella sp	45
IV.4.1 Hasil Analisa GC-MS Mikroalga Chlorella sp	45
IV.4.2 Pembuatan Biofuel	46
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
V.1 Kesimpulan	49
V.2 Saran	49
DAFTAR PUSTAKA	xii

# **DAFTAR GAMBAR**

Gambar II.1	Microalgae Chlorella sp	. 8
Gambar II.2	Skema peralatan MAE	. 15
Gambar II.3	Skema prinsip pemansan dari ekstraksi secar	a
konvensional da	n dengan menggunakan gelombang mikrowav	'e
pada metode Ma	AE	. 13
Gambar III.1	Rangkaian Alat MAE	. 22
Gambar IV.1	Grafik pengaruh daya terhadap persen yield	
	crude oil	. 38
Gambar IV.2	Grafik pengaruh massa mikroalga terhadap	
	persen yield crude oil	. 40
Gambar IV.3	Grafik pengaruh waktu ekstraksi terhadap	
	persen yield crude oil	. 42
Gambar IV.4	Grafik hasil uji GC-MS lipid Chlorella sp	. 45

# **DAFTAR TABEL**

Tabel II.1	Hasil Produksi Minyak Berbagai Tanaman	5
Tabel II.2	Kandungan Minyak Berbagai Jenis Mikroalga	10
Tabel II.3	Kandungan Asam Lemak Beberapa Spesies	12
Tabel II.4	Perbandingan Ekstraksi Beberapa Metode	12

# BAB I PENDAHULUAN

#### I.1 Latar Belakang

Indonesia mempunyai sumber daya alam hayati yang sangat banyak dan beragam. Dan saat ini untuk mengatasi kelangkaan minyak di dunia, maka telah dilakukan penelitian mengenai ekstraksi minyak yang akan digunakan sebagai bahan baku biodiesel. Yang dimana biodiesel adalah salah satu bahan bakar terbarukan yang berasal dari minyak nabati maupun hewani yang digunakan sebagai pengganti petroleum diesel. Di antara keanekaragaman hayati yang sangat banyak dan beragam itu terdapat bahan alam lainnya yang berpotensi menjadi bahan pembuatan biodiesel, salah satu sumber alam yang berpotensi adalah mikroalga.

Mikroalga adalah organisme tercepat di dunia dalam berfotosintesis dan spesiesnya yang mengandung minyak yang tinggi dapat menghasilkan yield minyak hingga 200 kali lebih banyak dari tumbuhan pangan lainnya (Latief, 2012). Budidaya mikroalga 10-20 kali lebih produktif dalam sehektar lahan dibandingkan tumbuhan lainnya, sehingga sangat berpotensi dalam produksi biofuel tanpa menyaingi produksi bahan pangan. Trigliserida yang terkandung dalam mikroalga mudah diekstraksi dan ditransesterifikasi untuk memperoleh biodiesel (Sharma et al., 2010). Salah satu jenis mikroalga yang dapat menghasilkan produk lipid adalah Chorella sp. Dibandingkan jenis mikroalga lainnya, kandungan lipid Chorella sp. cukup tinggi yaitu 10-58% dari berat keringnya (Chisti, 2007). Adapun dengan dua kandungan asam lemak utamanya yaitu asam palmitat (C16:0) yang mencapai 8,09% dan asam palmitoleat (C16:1) sebesar 2,15% (Kwaroe et al., 2010). Biodiesel terdiri dari asam lemak C12-C22, sehingga kandungan asam lemak Chorella sp. yang didominasi oleh asam palmitat (C16:0) dan asam palmitoleat (C16:1) berpotensi menghasilkan biodiesel dengan yield yang tinggi.

Ekstraksi minyak *microalgae* secara umum masih dilakukan dengan menggunakan metode konvensional seperti *Soxhletasi*. Namun metode konvensional tersebut memerlukan waktu yang relatif lama dan membutuhkan energi panas yang berlebih.

Dari kelemahan yang didapat dengan menggunakan metode konvensional tersebut, sehingga diperlukan teknis ekstraksi minyak microalgae yang baru yaitu dengan metode yang lebih optimal, memiliki waktu ekstraksi yang relatif singkat dan dapat mengurangi penggunaan pelarut organik meliputi Microwaved-Assisted Extraction (MAE), Supercritical Fluid Extraction (SCFE), Pressurized Solvent Extraction (PSE), Microwave-Assisted Hydrodistillation (MAHD) dan lain-lain. Seperti halnya yang telah dilakukan penelitian dengan metode Microwaved-Assisted Extraction (MAE).

Berdasarkan penelitian sebelumnya yaitu pada ekstraksi minyak mikroalga dari *Chlorella* dan *Scenedesmus sp.* dengan menggunakan mikroalga basah. Metode yang digunakan dalam mengekstrak minyak adalah dengan metode *Wet Lipid Extraction Procedure* (WLEP). Metode tersebut menggunakan solvent asam sulfat, natrium hidroksida dan N-Heksana dengan dipanaskan pada suhu 90°C selama 30 menit. Kemudian mencentrifuge untuk memisahkan residu yang ada pada mikroalga. Dengan metode penelitian diatas mendapatkan yield sebesar 79,4% (Ashik S dan Ronald,2012). Dengan menggunakan solvent diatas maka dapat digunakan pada metode ekstraksi yang lain untuk mendapatkan yield yang tinggi.

Dan pada peneltian ini, menggunakan metode *Microwaved-Assisted Extraction* (MAE) karena memiliki kelebihan dibandingkan metode-metode yang telah disebutkan di atas diantaranya adalah waktu esktraksi dan kebutuhan pelarut yang relatif rendah. Hal ini dikarenakan adanya gelombang elektromagnetik yang bisa menembus bahan dan mengeksitasi molekul-molekul bahan secara merata. Gelombang pada frekuensi 2500MHz (2,5GHz) ini diserap oleh bahan. Saat diserap, atomatom akan tereksitasi dan menghasilkan panas. Proses ini tidak

membutuhkan konduksi panas seperti pada oven biasa. Maka dari itu, prosesnya dilakukan sangat cepat. Disamping itu, gelombang mikro pada frekuensi ini diserap baik oleh bahan gelas, keramik dan sebagian jenis plastik.. Berdasarkan uji GC/MS (Gas Chromatography / Mass Spectrometry), metode MAE tidak mengubah komponen kimia yang ada dalam minyak mikroalga tersebut, serta metode ini dapat dikategorikan sebagai green technology karena dapat mengurangi kebutuhan energi.

Atas dasar di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan ekstraksi minyak dari *microalgae Chlorella sp.* dengan metode *Microwaved-Assisted Extraction* (MAE). Dengan menggunakan metode tersebut diharapkan dapat diperoleh *yield* minyak *microalgae* (*Chlorella sp.*) yang optimal serta mutu minyak *microalgae* yang dapat diterima di pasaran.

#### I.2 Rumusan Masalah

Dalam pengambilan minyak dari *microalgae Chlorella sp.* dengan metode *Microwaved-Assisted Extraction* (MAE), dan berdasarkan latar belakang yang sudah dijelaskan diatas dapat dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

- 1. Pengaruh massa bahan terhadap volume pelarut
- 2. Pengaruh daya *microwave*
- 3. Pengaruh waktu terhadap yield

# I.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini untuk mempelajari kondisi operasi optimal untuk ekstraksi minyak dari *microalgae Chlorella sp.* dengan metode *Microwaved-Assisted Extraction* (MAE) yang meliputi, pengaruh massa bahan terhadap volume pelarut, daya *microwave* yang dibutuhkan untuk ekstraksi, serta waktu terhadap *yield* pada proses ekstraksi.

#### L4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ekstraksi *microalgae Chlorella sp.* ini meliputi :

- 1. Memberikan informasi mengenai proses pengambilan *microalgae Chlorella sp.* yang efektif dan efisien dalam mendapatkan *yield* minyak *microalgae Chlorella sp* yang optimal serta mutu minyak *microalgae Chlorella sp* yang dapat diterima di pasaran.
- 2. Memberikan wawasan baru bagi penulis dan masyarakat mengenai pemanfaatan mikroalga sebagai bahan alternatif.
- 3. Mendukung program pemerintah dalam hal efisiensi energi, pengembangan energi alternatif dalam rangka mewujudkan ketahanan energi nasional.
- 4. Dapat digunakan sebagai referensi atau rujukan dalam pembuatan industri biodiesel dari *microalgae Chlorella sp.* dalam skala besar.
- 5. Dan sebagai bahan referensi dan informasi bagi penulis selanjutnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti tentang pengambilan minyak *microalgae Chlorella sp.*

# BAB II TINJAUAN PUSTAKA

#### II.1 Potensi Microalgae sebagai Biodiesel

Secara kimiawi, biodiesel dapat diartikan sebagai bahan bakar yang mengandung monoalkil ester dari asam lemak rantai panjang yang dapat diperoleh dari lemak nabati maupun hewani. Beberapa keunggulan biodiesel dibandingkan dengan bahan bakar konvensional lainnya terletak pada beberapa hal yaitu biodiesel mampu mereduksi emisi gas-gas berbahaya seperti CO, NOx, SOx, O<sub>3</sub>, sifatnya yang dapat diperbarui serta *non-toxic*. Penggunaan mikroalga sebagai salah satu bahan baku biofuel mempunyai prospek yang bagus karena mikroalga mudah dibudidayakan dan dapat berproduksi lebih banyak dibanding bahan baku lainnya. Selain itu, mikroalga dalam masa pertumbuhannya dapat memanfaatkan kelebihan karbon dioksida di udara sehingga mempunyai dampak positif menurunkan efek rumah kaca akibat *global warming* dan *climate change* (Jun Cheng, 2014).

Keunggulan lain pengembangan mikroalga bahan bakar alternatif biodiesel adalah kandungan minyak (lipid) mikroalga mencapai 70%, efisiensi fotosintesis yang tinggi, jumlah biomassa yang banyak, pertumbuhan yang lebih cepat, tidak berkompetisi dengan produksi pangan, dapat menggunakan air hasil daur ulang sehingga mampu menghemat sumber daya air (water recycling) dan dapat mengubah CO2 menjadi biomassa melalui proses fotosintesis. Sistem mikroalga juga menggunakan lebih sedikit air dibandingkan dengan sumber minyak tradisional lain. Oleh karena itu, mikroalga mampu memproduksi lebih banyak minyak per unit area, dibandingkan dengan bahan baku minyak terestrial lain.

Tabel II.1. Hasil Produksi Minyak Berbagai Tanaman

Jenis Tanaman Minyak dalam liter/hektar
Jarak 1.413

Bunga Matahari	952
Safflower (Chartamus tinctorius)	779
Palem	5.950
Kedele	446
Kelapa	2.689
Microalgae	100.000

Sumber: Kristanti, 2012

Dalam penelitian ini biodiesel akan dihasilkan dari bahan baku berupa mikroalga jenis *Chlorella sp.* Jenis mikroalga ini merpakan kelompok organisme protista autotrof, yakni protista yang mampu membuat makanannya sendiri, karena mempunyai pigmen klorofil. *Chlorella sp.* merupakan salah satu kelompok alga hijau yang paling banyak jumblahnya diantara alga hijau lainnya, *Chlorella sp.* mengandung lipid cukup tinggi dengan kisaran 10-58% berat kering sehingga berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan baku biodiesel (Chisti, 2007).

Pemungutan minyak dari mikroalga dapat dilakuan dengan berbagai metode estraksi, yang mana masing-masing metode menghasilkan %*yield* minyak yang berbeda-beda. Mengacu dari penelitian yang sudah dilakukan, minyak dari mikroalga dapat diekstrak dengan menggunakan pelarut asam sulfat, natrium hidroksida dan n-heksan dengan menggunakan bantuan centrifuge untuk memisahkan residu dan memisahkan klorofil dari kandungan mikroalga yang disertai dengan pemanasan pada variabel daya dan waktu ekstraksi.

Terdapat ratusan mikroalga yang sebagian besar mikroalga laut memiliki kandungan lipid yang cukup tinggi dan metabolisme produksi lipid sudah dilakukan dan dikarakterisasi. Komponen utama lipid dari mikroalga adalah trigliserida. Senyawa trigliserida dari mikroalga dapat diubah ke dalam bentuk metil ester melalui transesterifikasi. Asam lemak metil ester (FAME) yang dihasilkan dapat digunakan sebagai bahan bakar biodiesel. Lemak mikroalga

pada umumnya terdiri dari asam lemak tidak jenuh, seperti linoleat, eicosapentaenoic acid (EPA) dan docosahexaenoic acid (DHA). Mikroalga mengandung lemak dalam jumlah yang besar, terutama asam arachidonat (yang mencapai 36% dari total asam lemak) dan sejumlah asam eikosapentaenoat. Selain itu, lemak mikroalga juga kaya akan asam lemak poli tidak jenuh (PUFA) dengan 4 atau lebih ikatan rangkap.

Keuntungan penggunaan mikroalga menurut Schenk et al. (2008) dan Ahmad et al. (2010) sebagai biodiesel yaitu

- 1. Meningkatkan efisiensi ataupun mengurangi biaya. Biaya pemanenan mikroalga *relative* lebih rendah dibandingkan biomasa yang lain. Selain itu pemanfaatan mikroalga sebagai bahan baku biodiesel tidak akan mengganggu kestabilan supplai rantai makanan manusia.
- 2. Pengembangan mikroalga tidak memerlukan area yang luas dibanding tanaman lain.
- 3. Mikroalga mempunyai kandungan minyak sekitar 20 sampai 50% berat keringnya.
- 4. Mikroalga dapat mengikat CO<sub>2</sub> di udara
- 5. Dapat dipanen hampir sepanjang tahun sehingga menjadi sumber yang berkelanjutan
- 6. Menghasilkan minyak yang *non-toxic* dan ramah lingkungan

# II.2. Chlorella sp.

#### II.2.1 Klasifikasi

Klasifikasi dari Chlorella sp. adalah sebagai berikut :

Kingdom : Plantae

Filum : Chlorophyta
Kelas : Chlorophyceae
Ordo : Chlorococcales
Family : Chlorellaceae
Species : Chlorella sp.



Gambar II.1 Microalgae Chlorella sp.

#### II.2.2 Morfologi

Sel *Chlorella sp.* berbentuk bulat atau bulat telur dan umumnya merupakan alga bersel tunggal (unicellular). Diameter selnya berkisar antara 2-8 mikron, berwarna hijau dan dinding selnya keras yang terdiri dari selulosa dan pektin, serta mempunyai protoplsama yang berbentuk cawan. *Chlorella sp* dapat bergerak tetapi sangat lambat sehingga pada pengamatan seakan-akan tidak bergerak (Isnansetyo dan Kurniastuty, 1995).

Chlorella sp. berkembangbiak secara vegetatif. Sel anak berkembang menjadi sel induk, sel-sel induknya mengeluarkan zoospora yang masing-masing dinamakan aplanospora. Dari satu sel induk dapat dihasilkan beberapa buah spora. Tahap pertumbuhan Chlorella sp. dapat dibedakan sebagai berikut:

- 1. Tingkat pertumbuhan; pada tingkat ini terjadi penambahan besarnya sel.
- 2. Tingkat pemasakan awal; pada tingkat ini terjadi beberapa proses persiapan pembertukan sel anak.
- 3. Tingkat pemasakan akhir; pada tingkat ini terjadi pembentukan sel induk muda.
- 4. Tingkat pelepasan sel atau pelepasan autospora; pada tahap ini dinding sel induk akan pecah dan akhirnya terlepas menjadi sel-sel baru.

Faktor- faktor yang dapat mendukung keberhasilan kultur alga berkualitas baik dengan kepadatan yang diinginkan harus diperhatikan. Faktor- faktor pendukung ini antara lain faktor biologi, kimia, fisika dan kebersihan lingkungan kultur.

#### II.2.3 Lipid dan Asam Lemak

Total kandungan minyak dan lemak dari mikroalga berkisar antara 1% sampai 70% dari berat kering. Kandungan lipid dalam mikroalga biasanya dalam bentuk gliserol dan asam lemak dengan panjang C14-C22. Mereka biasanya jenuh atau tidak jenuh. Beberapa spesies mikroalga hijau-biru khususnya berfilamen, cenderung memiliki konsentrasi asam lemak jenis PUFA (polusaturated fatty acid) yang tinggi (25% samapi 60%).

Mikroalga eukariotik memiliki keunggulan dalam kandungan lipid jenis MFA (monosaturated fatty acid) dan SFA (saturated fatty acid). Trigliserida merupakan salah satu jenis yang paling umumterkandung dalam lemak mikroalga dan bisa mencapai 80% dari total fraksi lipid. Disamping trigliserida, kandungan lipid utama lainnya adalah sulphoquinovosyl digliserida, digliserida, monogalaktosildigliserida (MGDG), digalaktosil digliserida (DGCG), lesitin, fosfatidil gliserol dan fosfatidil inositol. Terdapat beberapa variasi jenis lipid yang ditemukan dalam beberapa jenis mikroalga. Sebagai contoh pada mikroalga hijau, seperti pada tumbuhan tingkat tinggi, asam linoleat sangat umum teridentifikasi, tetapi dalam Bacillariophyceae, asam linoleat hanyalah elemen pelengkap. Kelas Bacillariophyceae mengandung asam lemak palmitat, heksedekenoat dan C20-Asam pelienoat. Dan ada juga Dinophyta memiliki kandungan asam lemak UFA 18:8, 20:0 dan 22:6 serta asam lemak jenis 16:0 UFA. (Belarbie et.al,. 2000)

Komposisi asam lemak mikroalga juga bervariasi secara kuantitaif dan kualitatif dengan kondisi pertumbuhan. Disamping asam lemak yang tela disebutkan, mikroalga jenis mensintestis beberapa kelas asam lemak yang baru.seperti klorosulfolipid, yang dilaporkan telah ditemukan dalam *chrysphyceae*, *Chlorophyceae* dan *Cyanophyceae*.

Diketahui bahwa mikroalga mempunyai kandungan minyak cukup tinggi. Komponen utama minyak dari mikroalga adalah triasil gliserida. Berikut pada **Tabel II.2** adalah kandungan minyak dari *Chlorella sp.* dibanding dengan mikroalga lain dan pada **Tabel II.3** dijabarkan kandungan senyawa asam lemak dari beberapa spesies mikroalga.

**Tabel II.2.** Kandungan Minyak Berbagai Jenis Mikroalga (Chisti 2007)

Mikroalga	Kandungan Lipid (% berat biomassa kering)	Produktivita s Lipid (ml/L/hari)
Ankistrodesmus sp.	24.0 - 31.0	-
Botryococcus braunii	25.0 - 75.0	-
Chaetoceros muelleri	33,6	21,8
Chaetoceros calcitrans	14,6 – 16,4/39,8	17,6
Chlorella emersonii	25,0-63,0	10,3 - 50,0
Chlorella protothecoides	14,6-57,8	1214
Chlorella sorokiniana	19,0 –2,0	44,7
Chlorella vulgaris	5,0 - 58,0	11,2-40
Chlorella sp.	10,0-58,0	42,1
Chlorella pyrenoidosa	2,0	-
Chlorella	18,0 - 57,0	18,7
Chlorococcum sp.	19,3	53,7
Crypthecodinium cohnii	20,0-51,1	-

Dunaliella salina	6,0-25,0	116,0
Dunaliella	23,1	-
primolecta Dunaliella tertiolecta	16,7 – 71,0	-
Dunaliella sp.	17,5 - 67,0	33,5
Ellipsoidion sp.	17,5 - 67,0	47,3
Euglena gracilis	14,0-20,0	-
Haematococcus pluvialis	25,0	-
Isochrysis sp.	7,1 - 33	37,8
Monodus	16,0	30,4
subterranus Monallanthus salina	20,0 - 22,0	-
Nannochloris sp.	20,0-56,0	60,9 - 76,5
Nannochloropsis oculata	10,0 - 29,7	84,0 – 142,0
Nannochloropsis sp.	12,0-53,0	37,6 - 90,0
Neochloris oleoabundans	29,0-65,0	90,0 – 134,0
Nitzschia sp.	16,0-47,0	-
Oocystis pusilla	10,5	-
Pavlova salina	30,9	49,4
Pavlova lutheri	35,5	40,2
Phaeodactylum	18,0 - 57,0	44,8
tricornutum Porphyridium cruentum	9,0 – 18,8/60,7	34,8
Scenedesmus obliquus	11,0 – 55,0	-

Scenedesmus quadricauda	1,9 – 18,4	35,1
Scenedesmus sp.	19,6 - 21,1	40,8 - 52,9
Skeletonema sp.	13,3 - 31,8	27,3
Skeletonema costatum	13,5 - 51,3	17,4
Spirulina platensis	4,0 - 16,6	-
Spirulina maxima	4,0-9,0	-
Thalassiosira pseudonna	20,6	17,4
Tetraselmis suecica	8,5 - 23,0	27,0 - 36,4
Tetraselmis sp.	12,6 - 14,7	43,4

(Sumber: Teresa dkk. Microalgae for Biodiesel Production and Other Application)

**Tabel II.3.** Kandungan Asam Lemak dalam Beberapa Spesies Mikroalga (Kawaroe et. al., 2010)

Nama	Scendesm	Chlorell	Nannochl	Spirulin
Senyawa	us sp.	a sp.	oropsis sp.	a sp.
Asam	0,07	-	0,30	0,07
kaprilat				
Asam laurat	0,22	0,02	0,99	3,08
Asam	0,34	-	7,06	2
myristat				
Asam stearat	13,85	29,50	-	3,5
Asam	20,29	8,09	23,07	17,28
palmitat				
Asam oleat	-	2,41	12,25	22,58-
Asam valerat	-	10,06	-	-
Asam	-	-	-	-
margarit				

Asam palmitoleat	9,78	2,15	42,32	0,24
Asam palmitolineat	-	-	-	-
Asam linoleat	25,16	45,07	2,47	9,93
Asam linolenat	16,16	11,49	-	-
Gliserol trilaurat	3,73	-	-	-
Vinil laurat	35,52	-	-	-

# II.3 Metode Pengambilan Minyak Mikroalga

Minyak hasil ekstraksi sangat ditentukan oleh metode perusakan dan juga alat yang digunakan. Proses dengan menggunakan metode dan alat yang tepat dapat meningkatkan efisiensi ekstraksi (Lee dkk., 2009). Terdapat beberapa metode yang digunakan untuk mengekstrak minyak dari mikroalga selain metode yang digunakan dalam peneletian ini (*Microwaved-Assisted Extraction* (MAE)), antara lain:

# a. Metode Pengepresan (Could Oil Extraction)

Pengeresan merupakan metode yang paling sederhana karena hanya membutuhkan alat press saja. metode ini sangat cocok dipakai untuk produksi dalam skala kecil. Proses ini mempunyai efisiensi yang sangat rendah karena untuk mendapatkan minyak, mikroalga harus dipress hingga hancur. Metode ini hanya dapat mengekstraksi minyak 70% dari jumlah kadungan minyak mikroalga, sedangkan sisanya masih bercampur dengan sisa ekstraksi yang berupa karbohidrat (Sulistyo, 2010). Contoh metode ini adalah Ekstraksi minyak kemiri dengan cara pengepresan.

#### b. Metode Pelarut Heksana (*Hexane Solvent Oil Extraction*)

Ekstraksi dapat dilakukan dengan menggunakan bahan kimia. Benzena dan eter dapat digunakan sebagai pelarut, namun harganya yang mahal menjadi pertimbangan untuk memakainya, heksana adalah salah satu pelarut yang sering digunakan karena harganya yang relatif murah dan mudah didapat. Penggunaan heksana dapat dilakukan dengan *metode lepage* yang dimodifikasi. Ekstraksi dengan heksana dilakukan dengan mencampurkan heksana dengan isopropanol dengan perbandingan 3:2 kemudian dicampurkan dengan bahan kering dan dicentrifuge. Penggunaan heksan juga dapat dilakukan pada metode pengpresan, heksana dicampurkan dengan biomassa sisa pengepressan (Halim dkk., 2011). Contoh dari metode ini adalah ekstraksi minyak atsiri bunga krisan dengan pelarut heksana.

#### c. Ekstraksi Fluida Superkritis (Supercritical Fluid Extraction)

Metode ekstrasi minyak dangan memanfaatkan sifat fluida pada keadaan superkritis untuk mengekstraksi bahan organik dari sampel padat. Fluida Superkritis adalah keadaan ketika fluida berada pada temperatur dan tekanan superkritis, pada keadaan ini dinding sel akan rusak dan mengakibatkan minyak akan keluar (Purwadi, 2006).

Namun cara ini membutuhkan alat khusus untuk penahan tekanan dan membutuhkan cairan ekstraksi superkritis/CO<sub>2</sub>. CO<sub>2</sub> dicairkan dengan tekanan dan dipanaskan hingga mencapai suatu titik dengan sifat-sifat yang dimilikinya antara cair dan gas. Fluida cair ini selanjutnya bertindak sebagai pelarut (Sulistyo, 2010). Contoh dari metode ini adalah ekstraksi minyak atsiri.

#### d. Metode Kedutan Osmotik (Osmotic Shock)

Metode *osmotic shock* ini melakukan penurunan tekanan osmotik secara tiba-tiba pada suatu mikroorganisme sehingga akan menyebabkan sell rusak. Metode ini dapat digunakan untuk melepaskan komponen-komponen seluler seperti minyak (Anonim, 2015). Contoh dari metode ini adalah ekstraksi minyak nabati.

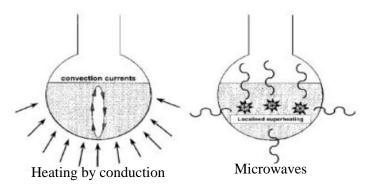
#### e. Metode Ultrasonik (*Ultrasonic Extraction*)

Teknik ini dikenal dengan sonikasi yaitu pemanfaatan efek gelombang ultrasonik untuk mempengaruhi perubahan-perubahan yang terjadi pada proses. Keuntungan utama dari ekstraksi dengan bantuan gelombang ultrasonik dibandingkan dengan ekstraksi konvensional menggunakan *soxhlet* yaitu efisiensi lebih besar dan waktu operasinya lebih singkat. Selain itu ekstraksi konvensional menggunakan *soxhlet* biasanya memberikan laju perpindahan yang rendah (Garcia, 2004).

Metode ultrasonik menggunakan reaktor ultrasonik, gelombang ultrasonik dapat digunakan untuk membuat gelembung kavitasi dalam bahan pelarut. Ketika gelembung pecah didekat dinding sel, menciptakan gelombang kedut dan menyebabkan dinding sel pecah sehingga melepas minyak yang ada dalam sel (Vinatoru, 2001). Contoh metode ini adalah Ekstraksi Oleoresin Jahe dengan bantuan Ultrasonik.

#### **II.4** *Microwaved Assisted Extraction* (MAE)

Ekstraksi merupakan langkah yang terpenting dalam analisa kualitatif dan kuantitaid dari produk herbal. *Soxhlet* adalah metode ekstraksi yang paling banyak digunakan, namun sohlet memeiliki kekurangan, yaitu memerlukan waktu yang panjang (8, 16, 24 jam atau lebih) sehingga memerlukan energi panas yang berlebihan. Sehingga diperlukan teknik ekstraksi baru yaitu metode yang lebih optimal, memiliki waktu ekstraksi yang diperpendek dan dapat mengurangi penggunaan pelarut organik sehingga mencegah polusi di laboratorium dan dapat mengurangi biaya persiapan sampel.



**Gambar II.3** Skema prinsip pemanasan dari ekstraksi secara konvensional dan radiasi dari gelombang *microwave* pada metode MAE (*microwaved-assisted extraction*)

MAE merupakan ekstraksi yang memanfaatkan radiasi gelombang mikro untuk mempercepat ekstraksi selektif melalui pemanasan pelarut secara cepat dan efisien (Jain *et al.*, 2009). Menurut beberapa hasil penelitian, MAE meningkatkan efisiensi dan efektifitas ekstraksi bahan aktif berbagai jenis rempah-rempah, tanaman herbal dan buah-buahan (Calinescu *et al.*, 2001). Gelombang mikro mengurangi aktivitas enzimatis yang merusak senyawa target (Sales *et al.*, 2010).

Microwaves merupakan gelombang elektromagnetik tak terionkan dengan frekuensi antara 300 MHz – 300 GHz dan berada di antara sinar-X dan sinar infra merah dalam spektrum elektromagnetik. Kapasitas panas dari radiasi gelombang mikro sebanding dengan properti dielektrik dari bahan dan sebaran muatan elektromagnetik (Santos, 2011). Mekanisme dasar pemanasan *microwave* melibatkan pengadukan molekul polar atau ion yang berisolasi karena pengaruh medan listrik dan magnet yang disebut polarisasi dipolar. Dengan adanya medan yang berisolaso, partikel akan beradaptasi dimana gerakan partikel tersebut dibatasi oleh gaya interaksi antar partikel dan tahanan listrik. Akibatnya partikel tersebut menghasilkan gerakan acak yang menghasilkan panas.

Panas radiasi gelombang mikro memanaskan dan menguapkan air sel bahan. Tekanan pada dinding sel meningkat, akibatnya sel mengalami pengembangan (*swelling*). Tekanan mendorong dinding sel dari dalam, meregangkan dan memecahkan sel tersebut. Rusaknya matrik bahan mempermudah senyawa target keluar dan terekstraksi (Jain *et al.*, 2009). Ada beberapa hal, yang memungkinkan ekstraksi bahan kering dengan MAE karena masih terdapat beberapa sel bahan yang mengandung air (*moisture*) dalam jumlah sangta kecil. Perusakan sel semakin efektif dengan penggunaan pelarut bernilai faktor disipasi tinggi. Namun, penggunaan suhu tinggi tidak aplikatif untuk senyawa target termolabil. Untuk melindungi senyawa tersebut yang tidak stabil pada panas, digunakan pelarut transparan terhadap gelombang mikro seperti heksana dan klorofom (Mandal *et al.*, 2007).

Suhu tinggi radiasi gelombang mikro menghidrolisis ikatan eter pada konstituen dinding sel tanaman yaitu selulosa. Dalam wakti yang singkat selulosa berubah menjadi fraksi terlarut. Suhu tinggi pada dinding sel bahan juga meningkatkan dehidrasi selulosa dan meurunkan kekuatan mekanis selulosa. Akibatnya, pelarut lebih mudah mengakses senyawa target dalam sel. Dalam kasus kerusakan sel akibat berbagai metode ekstraksi terhadap tembakau, metode MAE menunjukan tingkat kerusakan sel yang lebih tinggi dibanding metode ekstraksi refluksasi panas (*heatreflux*) akibat kenaikan suhu dan tekanan dalam sel secara signiikan. Perpindahan ion terlarut akibat radiasi gelombang mikro memudahkan penetrasi pelarut ke matriks bahan. Hal tersebut menyebabkan panas terlokalisir. Akibatnya terjadi pengembangan volume dan perusakan terhadap sel.

Kelebihan MAE adalah waktu esktraksi dan kebutuhan pelarut yang relatif rendah dibanding ekstraksi konvensional (Mandal *et al.*, 2007). Hal ini dikarenakan adanya gelombang elektromagnetik yang bisa menembus bahan dan mengeksitasi molekul-molekul bahan secara merata. Gelombang pada frekuensi 2500MHz (2,5GHz) ini diserap oleh bahan. Saat diserap, atomatom akan tereksitasi dan menghasilkan panas. Proses ini tidak

membutuhkan konduksi panas seperti pada oven biasa. Maka dari itu, prosesnya dilakukan sangat cepat. Disamping itu, gelombang mikro pada frekuensi ini diserap oleh bahan gelas, keramik dan sebagian jenis plastik. Dan adapula beberapa jenis bahan dapat diekstrak secara simultan dan menghasilkan hasil rendemen menyerupai performa SFE (*Supercrticial Fluid Extravtion*). Sebaliknya, diperlukan kondisi ekstraksi yang tepat dalam menggunakan pelarut mudah terbakar ataupun ekstrak bersenyawa termolabil dalam pelarut berfaktor disipasi tinggi (Salas *et al.*, 2010).

**Tabel II.4** Perbandingan ekstraksi soxhletasi, UAE, MAE dan SFE

Parameter	Soxhletasi	UAE	MAE	SFE
Berat bahan	5-10	5-30	0,5-1	1-10
(gram)				
Volume	>300	300	10-20	5-25
pelarut (ml)				
Suhu (°C)	Titik didih	Ruang	40, 70,	50, 200
			100	
Waktu	1 jam	30 menit	30-45	30-60
			menit	menit
Tekanan	Ruang	Ruang	1-5	150-650
(atm)				
Konsumsi	1	0,05	0,05	0,25
energi				
relatif				

Jain et al. (2009)

# II.5 Studi Hasil Penelitian Sebelumnya (State of the Art)

1. Jurnal: "Biodiesel from mixed culture algae via a wet lipid extraction prodecuer"

Dalam penelitian tersebut dijelaskan tentang optimasi ekstraksi minyak mikroalga menggunakan prosedur ekstraksi yang akan menghasilkan lipid. Dalam melakukan ekstraksi pada penelitian ini menggunakan solvent asam sulfat, natrium hidroksida dan n-heksana, dengan menggunakan panas sebesar 90°C selama 30 menit, kemudian menggunakan centrifuge untuk memisahkan endapan dan supernatantnya. Pada penelitian terebut, menggunakan centrifuge selain untuk memisahkan endapan dan supernatantnya, juga bisa untuk menghilangkan atau memisahkan kandungan klorofil yang terdapat mikroalga. Dimana kandungan klorofil tersebut menyatu dengan endapan. Maka lipid yang didapat tidak mengandung klorofil.

2. Jurnal : "Ekstraksi Pektin Kulit Jeruk Bali Dengan Microwaved-Assisted Extraction dan Aplikasinya Sebagai Edible Film"

Penelitian ini dilakukan untuk mengekstraksi pektin kulit jeruk bali dengan Microwaved-Assisted Extraction. Dalam penelitian tersebut dilakukan pengektrasian pektin dengan kulit jeruk bali yang mengandung pektin ±26,7% yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan edible film. Teknologi Microwaved-Assisted Extraction (MAE) merupajan teknik untuk mengekstraksi bahan-bahan terlarut didalam bahan tanaman dengan bantuan energi gelombang mikro. Ekstraksi dilakukan dengan variasi daya dan waktu ekstraksi. Teknologi Microwave Assisted Extraction (MAE) merupakan teknik untuk mengekstraksi bahan-bahan terlarut di dalam bahan tanaman dengan bantuan energi gelombang mikro. Teknologi tersebut cocok bagi pengambilan senyawa yang bersifat termolabil karena memiliki kontrol terhadap temperatur yang lebih baik dibandingkan proses pemanasan konvensional. Selain kontrol suhu yang lebih baik, MAE juga memiliki beberapa kelebihan lain, diantaranya adalah waktu ekstraksi yang lebih singkat, konsumsi energi dan solven yang lebih sedikit, yield yang lebih tinggi, akurasi dan presisi yang lebih tinggi, dan setting peralatan yang menggabungkan fitur sohklet dan kelebihan dari MAE

Halaman ini sengaja dikosongkan

## **BAB III**

### METODELOGI PENELITIAN

### III.1. Garis Besar Penelitian

Proses ekstraksi minyak untuk menjadi bahan pembuatan biodiesel menggunakan mikroalga *Chlorella sp.* ini menggunakan metode Microwave-Assisted Extraction Gelombang microwave digunakan untuk mempercepat waktu reaksi dengan menggunakan homogen. Pemanasan dengan gelombang katalis mempunyai karakteristik yang berbeda dengan pemanasan konvensional, karena panas dibangkitkan secara internal akibat getaran molekul-molekul bahan yang ingin dipanaskan oleh gelombang mikro. Penelitian dilakukan dengan memvariasikan daya microwave, waktu reaksi dan jumlah massa dari bahan. Hasil ekstraksi lipid kemudian dianalisis. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Proses Departemen Teknik Kimia, Teknologi Industri, Institut Fakultas Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.

#### III.2 Bahan dan Alat Penelitian

### III.2.1. Bahan Penelitian

- 1. Mikroalga *Chlorella sp*.
  - Mikroalga *Chlorella sp.* yang akan digunakan sebagai bahan baku pada pembuatan biodiesel ini didapatkan dari Balai Budidaya Air Payau (BBAP) Jepara dalam kondisi kering (*dry microalgae*)
- 2. N-Heksana
  - Larutan ini digunakan sebagai solvent pada proses ekstraksi bahan baku
- 3. Metanol (CH<sub>3</sub>OH)
  - Metanol yang digunakan sebagai pereaksi untuk mengikat minyak dengan kadar 99 %.

### 4. NaOH

NaOH padat merupakan katalis yang digunakan pada saat proses ekstraksi menggunakan gelombang mikro. Katalis NaOH digunakan untuk menetralisir kandungan asam

### 5. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

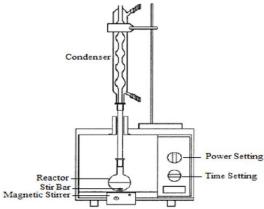
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan memiliki kadar 98%. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> digunakan untuk merusak sel-sel mikroalga agar terjadinya proses hidrolisis pada lipid yang masih komplex untuk menjadi asam lemak bebas

### 6. Aquades

Aquades salah satunya digunakan untuk pengenceran katalis H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan katalis NaOH.

# III.2.2 Rangkaian untuk Proses Ekstraksi Minyak

Peralatan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebuah *microwave Electrolux* model EMM2007X dengan frekwensi sebesar 2,45 GHz dan daya maksimum sebesar 800 Watt. Reaksi ekstraksi dilakukan dalam reaktor kaca labu dan dilengkapi dengan kondensor. Rancangan peralatan yang digunakan pada proses reaksi extraction seperti pada **Gambar III.1** sebagai berikut:



Gambar III.1. Rangkaian Alat Microwave Assisted Extraction

### III.3. Prosedur Penelitian

Pada peneltian ini, dilakukan 2 (dua) prosedur yang berbeda. Ekstraksi pertama ini adalah prosedur penelitian awal yang digunakan, yang dimana prosedur penelitian ekstraksi pertama ini tidak mendapatkan hasil yang optimal, maka dari itu dalam penelitian ini dilakukan prosedur yang lain untuk bisa mendapatkan hasil yang optimal. Pada prosedur penelitian ekstraksi pertama dan kedua yang berbeda adalah pelarut dan treatment itu sendiri. Adapun tahapan prosedur penelitian ini adalah sebagai berikut:

### III.3.1 Prosedur Penelitian Ekstraksi Pertama

- 1. Mempersiapkan alat dan bahan
- 2. Memasukkan mikroalga *Chorella sp.* sebanyak 10 gram ke dalam labu leher satu
- 3. Menambahkan pelarut (n-hexane-methanol) sesuai dengan perbandingan yang telah ditetapkan sebanyak 50mL.
- 4. Menyalakan dan mengatur daya di dalam *microwave* sesuai variabel yang telah ditetapkan.
- 5. Melakukan proses ekstraksi dengan *microwave* dan menghentikan proses ekstraksi ketika mencapai waktu reaksi yang telah ditetapkan.
- 6. Mendinginkan campuran hasil ekstraksi.
- 7. Menyaring hasil ekstraksi dengan filtrat vakum untuk memisahkan filtrat dan residu.
- 8. Mencuci residu dengan 30 ml pelarut n-hexane-metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar minyak yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali.
- 9. Memasukkan filtrat ke dalam corong pisah
- 10.Menambahkan aquadest untuk mengikat garam-garam yang ada dalam campuran.
- 11. Mendistilasi filtrat untuk memisahkan pelarut dan minyak mikroalga.

12. Menghitung *%yield* yang didapatkan dan melakukan analisis GC-MS.

### III.3.2 Prosedur Peneltian Ekstraksi Kedua

- 1. Mempersiapkan alat dan bahan
- 2. Menimbang mikroalga *Chlorella sp.* kering sesuai variabel, lalu memasukkan mikroalga kedalam labu leher satu
- 3. Mengambil H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebanyak 5,5 ml dan diencerkan dengan aquades sampai dengan 100 ml. Setelah itu memasukkan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang sudah diencerkan kedalam labu leher satu yang sudah ada mikroalganya.
- 4. Larutan mikroalga dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dipanaskan didalam *microwave* selama 15 menit (sesuai variabel) dan dengan daya 600 wat (sesusai variabel).
- 5. Setelah pemanasan (mikroalga dan H2SO4) di *microwave* selesai lalu ditambahan NaOH, NaOH 20 gram diencerkan dengan 100 ml aquades dan kemudian dipanaskan lagi menggunakan *microwave* selama 10 menit (sesuai variabel) dan dengan daya yang sama.
- 6. Setelah larutan diatas selesai di *microwav*e, labu leher satu dikeluarkan dan dibiarkan sampai dengan suhu ruangan.
- 7. Mencentrifuge larutan tersebut, terdapat 2 layer pada tahap ini (endapan dan supernatant). Pisahkan 2 layer tersebut ke beaker glass yang berbeda. Lakukan sampe larutan habis.
- 8. Setelah selesai lanjutkan dengan mencentrifuge endapan yang telah diencerkan dengan aquades, pisahkan 2 layer lagi pada beaker glass yang tadi sudah disediakan (redisu dan supernatant)
- 9. Menambahkan 30 ml 0,5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada supernatant yang sudah selesai dicentrifuge, homogenkan. Setelah itu mencentrifuge kembali larutan tersebut.
- 10. Setelah seleai mencentrifuge, larutan tersebut ditambahkan 50 ml Heksana

- 11. Memanaskan larutan + 50 ml Heksana dengan *microwave* selama 10 menit (sesuai variabel) dan dengan daya 600 watt (sesuai variabel).
- 12. Mendinginan larutan yang selesai di *microwave* sampai suhu ruangan.
- 13. Mencentrifuge larutan tersebut dan setelah selesai di centrifuge dipanaskan dengan hotplate sampai larutan membentuk endapan kristal.
- 14. Mencampurkan metanol dan heksana ke endapan kristal tersebut sampai terbentuk 2 layer kemudian di saring dengan menggunakan kertas saring di vacuum filter. Filtrat yang didapatkan dimasukan pada corong pemisah untuk mendapatkan 2 layer lagi, kemudian mengambil layer bagian bawah dan memanaskan di hotplate pada suhu 150°C sampai semuanya menguap, dan tersisa minyak.Sedangkan untuk layer bagian atas merupakan recovery dari N-Heksana.
- 15. Menimbang botol yang berisikan minyak

#### III.4 Variabel Penelitian

Pada penelitian ini terdapat 2 (dua) kali prosedur penelitian untuk mendapatkan hasil ekstraksi yang baik. Dan setiap percobaan menggunakan variabel yang berbeda-beda. Variabel yang digunakan untuk setiap percobaannya adalah sebagai berikut:

### III.4.1 Penelitian Ekstraksi Pertama

Variabel penelitian pada tahapan penelitian ekstraksi pertama adalah sebagai berikut:

Berat massa *microalgae*: Pelarut : 1:5; 1:10; 1:15

Daya *microwave* (watt) : 450; 600

Waktu Ekstraksi (menit) : 30; 60; 90; 120

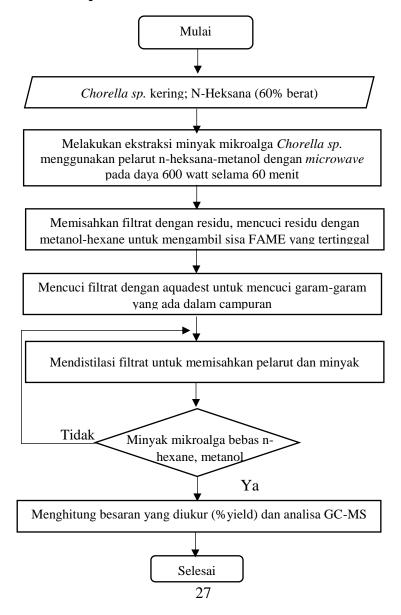
# III.4.2 Penelitian Ekstraksi Kedua

Variabel penelitian pada tahapan penelitian ekstraksi kedua adalah sebagai berikut:

Massa *Microalgae* kering (gram) : 10; 20; 30 Daya *microwave* (watt) : 300; 450; 600 Waktu Ekstraksi (menit) : 20; 35; 50; 80

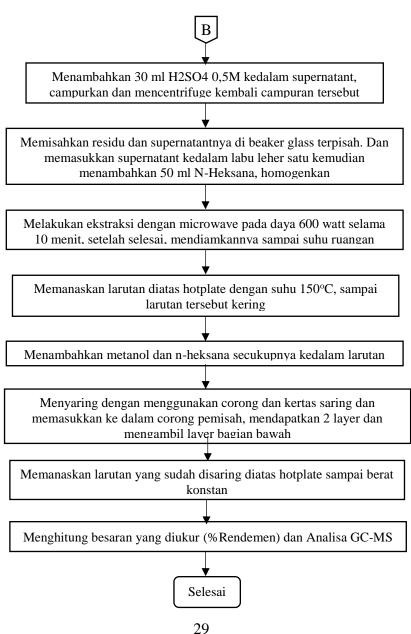
### III. 5 Flowchart Prosedur Penelitian

## 1. Tahapan Percobaan Ekstraksi Pertama



# 2. Tahapan Percobaan Ekstraksi Kedua





### III.6. Analisa Data

Minyak yang diperoleh dari ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella sp.* dengan metode *Microwaved-Assisted Extraction* akan dianalisa dengan beberapa pengukuran untuk mengetaahui kadar dan kualitas.

1. %Yield

$$Yield = \frac{massa\ crude\ oil}{massa\ microalgae\ kering}\ x\ 100\%$$

2. Densitas

Bisa menggunakan, picnometer.

$$\frac{1}{\rho camp.} = \frac{X1}{\rho 1} + \frac{X1}{\rho 2}$$

3. Analisa kadar air

Mikroalga *Chlorella sp.* kering di oven selama 3 jam pada suhu 100°C.

Massa mikroalga sebelum di oven = m1

Massa mikroalga setelah di oven = m2

$$Kadar \ air = \frac{m1 - m2}{m1} x \ 100\%$$

4. GC (Gas Chromatography)

Uji analisa GC dilakukan untuk mengetahui kandungan dan komposisi dari hasil sampel terbaik dari ektraksi minyak *microalgae Chlorella sp.* 

### **BAB IV**

## HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Penelitian ekstraksi minyak *Microalage dari Chlorella sp.* ini dilakukan dengan menggunakan metode *Microwave Assisted Extraction*. Bahan baku *Microalgae* yang digunakan dalam penelitian adalah *Chlorella sp.* yang diperoleh dari Balai Budidaya Air Payau (BBAP) Jepara dalam kondisi kering (*dry microalgae*). Jenis *microalgae* tersebut dipilih karena merupakan salah satu mikroalga yang banyak dibudidayakan di Indonesia Selain itu *Chlorella sp.* mempunyai potensi yang sangat besar untuk bahan baku produksi trigliserida sehingga memiliki potensi yang sangat besar untuk dapat dijadikan sebagai bahan untuk pembuatan biodiesel (Campbell, 2008).

Umumnya penelitian yang melakukan ekstraksi minyak dari mikroalga masih menghasilkan yield dibawah 50% dan ekstrak masih mengandung pigmen klorofil. Klorofil dan magnesium yang terikat merupakan kontaminan untuk minyak alga dan dapat menurunkan kualitas minyak sebagai bahan baku untuk biodiesel (Sathish et al, 2012). Banyak metode yang sudah di implementasikan untuk mendapatkan hasil ekstrak terbaik dari bahan mikroalga seperti super critical fluid, pyrolisis, ultrasound, dan ekstraksi *microwave*. Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Sathish (2012) menunjukkan bahwa metode ekstraksi dengan microwave lebih unggul dan menguntungkan dibanding metode seperti super critical fluid, pyrolisis, ultrasound, dll. Proses ekstraksi berlangsung cepat tidak membutuhkan waktu yang lama, tidak membutuhkan konsumsi energi yang banyak, ramah lingkungan, dan yang terpenting menghasilkan yield yang tinggi dengan produk yang lebih bersih serta tidak menghasilkan limbah yang berbahaya (Purwanto, et al, 2016). Metode ekstraksi dengan microwave dianggap sebagai teknologi yang paling sederhana dan paling efektif untuk ekstraksi lipid mikroalga dibanding beberapa metode lain.

# IV.1 Proses Ekstraksi Minyak Microalage dari Chlorella Sp.

Tahapan penelitian ini dibagi menjadi 2 tahapan, yaitu tahapan pertama ektraksi sokhletasi microalgae Chlorella sp. untuk mendapatkan kandungan minyak dari bahan tersebut guna sebagai acuan dalam menghitung yield minyak dan kedua melakukan tahapan ekstraksi dengan gelombang mikro untuk menghasilkan minyak. Ekstraksi merupakan suatu metode pemisahan dimana padatan atau larutan dikontakkan dengan pelarut (dua yang terpenting, pelarut dan zat terlarut harus saling larut) untuk memindahkan satu komponen atau lebih ke dalam pelarut. Metode ekstraksi yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstraksi solid - liquid. Metode ini dipilih dikarenakan salah satu metode konvensional yang luas digunakan dalam mengekstrak minyak dalam suatu padatan. Proses ini juga dikenal sebagai leaching, yaitu teknik pemisahan yang sering digunakan untuk memindahkan suatu zat terlarut dari padatan dengan bantuan pelarut (Handa, 2008).

### IV.1.1 Metode soxhletasi

Tahap ekstraksi soxhletasi dilakukan selama 12 jam dengan pelarut n-heksan (60% berat) menggunakan heating mantle pada suhu konstan 150°C dan suhu destilasi juga dijaga konstan sekitar 120 - 150°C. 30 gr microalgae Chlorella sp diekstraksi menggunakan metode soxhletasi dengan pelarut n-heksana sebanyak 200 ml selama 12 jam pada suhu konstan 150°C menggunakan heating mantle. Pelarut n-heksana dikarenakan ikatan yang dimiliki oleh n-heksana bersifat non polar sehingga berdasarkan ikatan antar molekul, molekul yang memiliki sifat non polar akan cenderung berikatan dengan molekul yang memiliki ikatan non polar juga. Selain itu, berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Anastasia (2007) telah membandingkan efektifitas pelarut n-heksana, kloroform dan etanol terhadap bahan. Dibandingkan ketiga pelarut tersebut, n-heksana memiliki rendemen terbesar sekitar 32,53% dibandingan kloroform dan etanol yang masing-masing sekitar 9,28% dan 9,11%. Ektraksi

soxchletasi dipilih karena prosesnya simultan (berkesinambungan) terhadap suatu bahan yang diekstrak dengan pelarut panas. (Anastasia, 2007). Setelah proses soxchletasi selesai, maka dilanjutkan proses destilasi menggunakan pemanasan *heating mantle*. untuk menghilangkan campuran pelarut yang terkandung di dalam campuran lipid-n-heksana. Proses ini berlangsung pada suhu 120-150°C selama 8 jam. Setelah larutan n-heksan ter*recovery* dan destilat minyak yang didapat pun masih mengandung sisa-sisa n- heksan dari proses soxchletasi di uapkan pada penanggas air. Penguapan menggunakan hotplate berlangsung pada suhu 120 °C. Setelah n- heksan habis teruap maka didapatkan *crude oil* dari *microalgae Chlorella sp. Yield* minyak yang didapatkan dari proses soxhletasi adalah 20,36%. Sehingga, hasil ini menjadi dasar penentuan *yield crude oil*.

# IV.1.2 Metode Ektraksi Minyak dengan *Microwaved-Assisted-Extraction* (MAE) dengan Pelarut Polar dan Non-Polar

kedua. percobaan dilakukan dengan Microwave Assisted Extraction. MAE merupakan proses ekstraksi memanfaatkan mikro dengan gelombang (gelombang elektromagentik) dimana panas radiasi gelombang mikro ini dapat memanaskan dan menguapkan air pada sampel sehingga tekanan pada dinding sel meningkat. Akibatnya, sel membengkak (*swelling*) dan tekanan tersebut mendorong dinding sel dari dalam, meregangkan, dan memecahkan sel tersebut (Alupululai, 2012). Rusaknya sel tumbuhan mempermudah senyawa target keluar dan terekstraksi (Jain, 2009). Metode pertama untuk tahapan ekstraksi ini mula-mula 10 gram mikrolaga Chorella sp. diekstraksi menggunakan *microwave* dengan 50 ml pelarut n- heksan:metanol (3:2 v/v) selama 60 menit dengan daya microwave 600 watt. Pelarut yang digunakan merupakan campuran antara pelarut non-polar yaitu n-heksan dan pelarut polar yaitu metanol. Penggunaan campuran pelarut ini dimaksudkan agar proses ekstraksi berlangsung lebih maksimal, dimana pelarut non polar akan mengikat molekul non polar dan pelarut polar akan mengikat molekul polar juga. Perbandingan pelarut n- heksan:metanol (3:2 v/v) didasarkan pada penelitian yang telah dilakukan oleh Piasecka (2013). Dalam penelitian tersebut, diperoleh hasil ekstraksi minyak mikroalga dengan vield yang cukup tinggi yaitu 22% dengan menggunakan metode pemanasan microwave. Setelah proses ekstraksi dilakukan dengan *microwave*, hasil ekstraski kemudian difiltrasi dengan filtrat vakum untuk memisahkan residu (endapan) dan filtratnya. Residu kemudian dicuci dengan 30 ml pelarut nheksan:metanol (1:1 v/v) sebanyak tiga kali dengan tujuan agar minyak yang tertinggal diresidu dapat diperoleh kembali. Selanjutnya, filtrat kemudian dicuci dengan aquadest untuk mengikat garam-garam. Filtrat yang telah dicuci kemudian didistilasi untuk memisahkan pelarut dan minyak mikroalga. Berdasarkan hasil analisis, persen yield minyak yang diperoleh yaitu 6% dari berat keringnya. Minyak yang dihasilkan masih mengandung pigmen hijau klorofil dimana klorofil yang terikat merupakan kontaminan untuk minyak alga dan dapat menurunkan kualitas minyak sebagai bahan baku untuk biodiesel (Sathish et al, 2012). Hasil ini belum memuaskan dan belum maksimal untuk penelitian ekstraksi minyak dari mikroalga Chorella sp. Sehingga dicoba metode kedua untuk mendapatkan hasil yang lebih baik.

# IV.1.3 Metode Ektraksi Minyak dengan *Microwaved-Assisted-Extraction* (MAE) dengan Pelarut Asam

Metode kedua dilakukan dengan variabel daya (300 Watt, 450 Watt, 600 Watt), variabel massa (10 gr, 20 gr, 30 gr) dan variabel waktu (20 mnt, 35 mnt, 50 mnt, 80 mnt). Pada metode kedua harapannya dapat menghasilkan minyak yang bersih dari kontaminan klorofil dan garam-garam pengotor serta menghasilkan minyak yang lebih banyak. Mula-mula mikroalga *Chlorella sp.* bubuk sebanyak 10 gr dimasukkan kedalam labu leher satu ukuran 1000 ml dengan penambahan 100 ml 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang sudah diencerkan. Labu leher yang sudah diisi tersebut dimasukkan ke dalam *microwave* dan disambungkan dengan kondensor libieg. *microwave* yang sudah dimodifikasi dengan

ditambahkan alat magnetic stirrer dan diatasnya dipasang alat kondensor liebig untuk proses pendinginan dengan mengaliri air dingin. Kondensor liebig sebagai pendingin untuk menjaga tekanan yang terjadi didalam *microwave* yang berisi bahan agar tidak terjadi penguapan larutan yang dapat menyebabkan kebocoran dan bahan pun menjadi kering dan gosong. Sehingga, kondensor *liebig* dialiri dengan air dingin untuk menjaga tekanan saat menghasilkan panas. microwave dinyalakan pada daya 600 watt dengan ditambahkan bantuan magnetic stirrer selama 15 menit. Fase awal ini disebut dengan acid hydrolysis. Kondisi pemanasan disertai penambahan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dapat menyebabkan terjadinya perusakan dinding sel alga untuk menghidrolisis ikatan lipid yang kompleks menjadi asam lemak bebas. Setelah 15 menit, labu dikeluarkan dari *microwave* dan didinginkan sampai suhu ruangan 35-37°C. Pada pemanasan ini, alga bubuk yang sudah tercampur dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sudah mengalami kerusakan dinding sel dan berubah warna yang awalnya berwarna hijau segar menjadi hijau coklat pekat, hal ini membuktikan pernyataan dari Sathish (2012) bahwa kerusakan dinding sel mikroalga dipengaruhi oleh pelarut H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Sathish et al, 2012).

Alga yang dinding selnya telah dirusak kemudian ditambahkan 20 gr NaOH dengan konsentrasi 5 M yang sudah diencerkan. Labu dipanaskan lagi pada daya 600 Watt dengan stirrer selama 15 menit. Pencampuran bahan dan pelarut NaOH dengan bantuan pengadukan stirrer dapat meningkatkan penyerapan microwave dan meningkatkan yield lipid (Quitain et al, 2011). Penambahan NaOH bertujuan untuk menetralisir dan merubah asam lemak bebas (free fatty acids) menjadi bentuk garam dan mensaponifikasi lipid kompleks yang tersisa.

Reaksi netralisir:

$$H_2SO_4 + NaOH \rightarrow Na_2SO_4 + H_2O$$

Umumnya penambahan katalis basa berkisar antara 1 hingga 20 gr (Quitain *et al*, 2011). Setelah 15 menit pemanasan, sampel di

dinginkan sampai suhu ruangan. Penambahan NaOH menimbulkan pembentukkan emulsi (Refaat et al, 2010). Warna berubah menjadi hijau kehitaman dan membentuk endapan emulsi. Sampel di sentrifugasi selama 12 menit agar fase cair terpisah dari residu endapan biomass alga. Lipid-lipid yang tetap dalam bentuk garamnya akan larut pada fasa cair dengan mempertahankan pH tinggi selama sentrifugasi, dengan demikian lipid akan di isolasi dari biomassa alga. Sentrifugasi berfungsi untuk memisahkan zat padat dengan zat yang lebih ringan, dimana zat padat yang lebih berat akan menumpuk dibawah dan zat yang lebih ringan akan menuju keatas. Hal ini memudahkan untuk mendapatkan supernatant. Hasil yang diambil dari proses sentrifugasi adalah fase supernatant, sedangkan residu yang berupa padatan dicuci dengan aquadest. Residu yang sudah larut dengan aquadest kemudian di sentrifugasi kembali untuk mendapatkan sisa-sisa dari supernatant yang masih terkandung didalam padatan. Residu kemudian dibuang (Sathish et al, 2012).

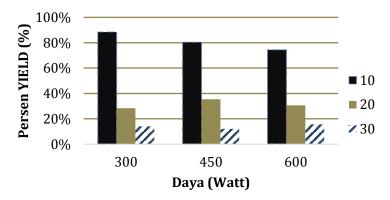
Fase kedua merupakan pengendapan klorofil diikuti dengan ekstraksi lipid dari endapan padatan. Supernatant yang didapat ditambahkan dengan 30 ml 0.5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang sudah encer, kemudian diaduk hingga merata. Penambahan 30 ml 0.5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk membentuk endapan padatan dari klorofil. Penambahan larutan asam untuk merendahkan pH agar dibawah tujuh, hal ini dapat membuat garam dari asam lemak bebas dapat kembali menjadi bentuk asam lemak bebas sebenanrnya dengan tambahan yaitu membentuknya endapan padatan karena penurunan pH. Karena asam lemak bebas tidak larut dalam air, lipid terikat dengan endapan yang padat. Supernatant yang sudah tercampur 0.5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kemudian di sentrifugasi selama 12 menit. Pada sentrifugasi kedua, supernatant yang tercampur dengan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> akan menghasilkan endapan klorofil. Hasil dari sentrifugasi kedua adalah fase liquid, sedangkan fase padatan yang berupa endapan klorofil dibuang. Fase liquid dimasukkan ke dalam labu dan ditambahan 50 ml hexane diaduk hingga tercampur secara rata kemudian dipanaskan dengan microwave pada daya 600 watt selama 10 menit. Pemanasan fase liquid dengan ditambahkannya heksan agar terjadinya pemisahan lipid dari fase padat ke fase pelarut, sementara klorofil tetap dalam fase padat. Setelah pemanasan, sampel didinginkan hingga mencapai suhu 35-37°C. Sampel dipindahkan kedalam wadah beaker glas 500 ml untuk diuapkan diatas hotplate pada suhu 145 °C agar dapat menguapkan pelarut hingga tersisa lipid saja. Pada proses pemanasan, pelanpelan pelarut akan menguap dan sedikit demi sedikit akan terbentuk garam yang nanti akan menjadi hasil penguapan ini. Ketika pelarut sudah mulai habis garam pun akan menumpuk didasar wadah, bentuknya seperti kristal berwarna kuning. Warna kuning dari kristal garam merupakan lipid dari hasil ekstraksi, lipid tersebut terikat dengan kristal garam sehingga proses selanjutnya adalah mencuci garam dengan heksan dan metanol.

Heksan dicampurkan ke garam dan diaduk rata untuk mengikat lipid yang bersifat non-polar pada kristal garam dan menambahkan metanol untuk mengikat lipid yang bersifat polar pada garam. Kristal garam dan pelarut diaduk terus menerus hingga terbentuk 3 layer. Ketika pelarut dan kristal garam diaduk lipid mulai terikat dengan pelarut dan kristal garam pun mengalami perubahan warna menjadi cokelat pudar dan jenuh. Terdapat 3 layer yang terbentuk hasil dari pencampuran pelarut heksanmetanol dengan kristal garam. Layer teratas berwarna bening merupakan heksan, layer kedua berwarna kuning keemasan merupakan campuran dari lipid dan metanol, dan layer ketiga paling bawah adalah kristal garam yang tidak larut dengan pelarut. Lipid sangat larut dengan metanol daripada heksan. Hal ini menunjukkan bahwa ikatan polar paling banyak terkandung didalam lipid karena lipid sangat larut dengan pelarut polar. Kristal garam tidak akan larut dengan pelarut heksan dan metanol tetapi sangat larut dengan air, hal ini memudahkan untuk memisahkan lipid dari garam tersebut. Hasil dari pencucian dilanjutkan dengan pemisahan lipid dari pengotor dan garam dengan menggunakan corong dan kertas saring. Filtrat yang masih tercampur heksan selanjutnya dipisahkan dengan corong pemisah yang akan membentuk dua layer dimana layer atas adalah heksan dan layer bawah adalah lipid, yang akan diambil untuk menjadi produk adalah layer bawah. Fase lipid dimasukkan kedalam botol untuk penguapan terakhir agar bersih dari pelarut dan mendapatkan produk lipid seutuhnya. Penguapan dilakukan dengan hotplate pada suhu konstan 145 °C. Hasil akhir dari penelitian ini didapatkan lipid dari *microalgae Chlorella sp.* dengan *yield* 74.4% dari berat keringnya. Lipid yang dihasilkan dalam bentuk liquid atau berupa minyak. Percobaan ini dilakukan dengan variabel yang lain. Variabel percobaan antara lain variabel daya 300 Watt, 450 Watt, 600 Watt, variabel massa 10 gr, 20 gr, 30 gr, dan variabel waktu ekstraksi 20 menit, 35 menit, 50 menit, 80 menit).

# IV.2 Pengaruh Daya, Rasio Massa, dan Waktu Terhadap Yield Crude Oil

# IV.2.1 Pengaruh Daya Terhadap Yield Crude Oil

Penelitian ektraksi minyak dari mikroalga sangat dipengaruhi oleh daya yang digunakan untuk pemanasan pada *microwave*. Variabel daya yang dilakukan pada penelitian ini adalah 300, 450 dan 600 watt. Berdasarkan grafik IV.1 menunjukkan bahwa *yield* minyak tertinggi sebanyak 88.45% dihasilkan pada daya 300 watt, kemudian diikuti dengan *yield* 80.4% pada daya 450 watt, dan 74.4% pada daya 600 watt.

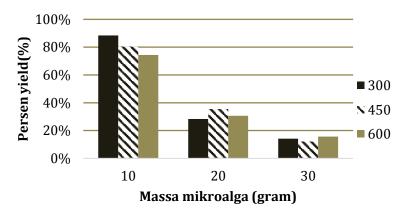


# **Gambar IV.1** Grafik pengaruh daya terhadap persen *yield crude* oil

Dalam ekstraksi minyak, *microwave* berperan sebagai driving force untuk memecah struktur membran sel alga, sehingga minyak dapat terdifusi keluar dan larut dalam pelarut (Liang et al, 2008). Secara umum, efisiensi ekstraksi meningkat seiring dengan meningkatnya daya microwave (Shu dan Ko, 2003). Meningkatnya efisiensi pada daya rendah dicapai pada ekstraksi dengan durasi yang singkat. Namun demikian, pada daya yang lebih tinggi variasi daya tidak memberikan pengaruh nyata pada yield ekstraksi (Gao dkk., 2006). Pada percobaan ini hasil terbaik diberikan pada ekstraksi dengan daya microwave yang rendah yakni 300 watt. Semakin tinggi daya yang digunakan, maka perolehan ekstrak daya pada *microwave* semakin rendah. Kenaikan menyebabkan kerusakan pada substansi organik dari mikroalaga seperti trigliserida (Saifuddin et al, 2004). Semakin besar daya microwave yang digunakan akan memberikan yield minyak mikroalga semakin turun. Hal ini disebabkan karena pada suhu operasi yang semakin tinggi seiring dengan semakin besarnya daya microwave yang digunakan dapat menyebabkan terjadinya degradasi thermal terhadap miyak mikroalga (Chemat et al, 2013). Berdasarkan pengamatan tempratur pada setiap daya microwave, perubahan tempratur yang baik dan stabil terjadi pada daya 600 watt.

# IV.2.2 Pengaruh Rasio Massa Terhadap Yield Crude Oil

Untuk pengaruh massa terhadap *yield* minyak, variabel massa yang digunakan adalah 10 gr, 20 gr, dan 30 gr.



**Gambar IV.2** Grafik pengaruh massa mikroalga terhadap persen *yield crude oil* 

Pada **gambar IV.2** *yield* tertinggi dihasilkan oleh massa 10 gr pada pemanasan daya 300 watt dengan yield 88.45%, sedangkan untuk massa 20 gr *yield* tertinggi didapatkan dari daya 450 watt sebanyak 35,49%, dan pada massa 30 gr menghasilkan *yield* tertinggi pada daya 600 watt dengan yield 15,63%. Rasio massa sangat berpengaruh terhadap lipid yang dihasilkan. Berdasarkan grafik pada gambar IV.2 menunjukkan bahwa semakin bertambah massa maka semakin sedikit yield yang dihasilkan. Hal yang harus diperhatikan dalam suatu proses ekstraksi adalah volume pelarut harus cukup dengan massa bahan guna agar bahan seluruhnya terendam dalam pelarut (Mandal dkk., 2007). Umumnya teknik ekstraksi konvensional, rasio pelarut-bahan baku yang lebih besar akan meningkatkan perolehan ekstrak, namun dalam ekstraksi gelombang mikro rasio pelarut-bahan baku yang lebih besar dapat mengakibatkan turunnya perolehan ekstrak (Mandall dkk et al, 2009). Ketika massa lebih banyak dibandingkan pelarut maka perusakan sel mikroalga tidak merata dan tidak menyeluruh menyebabkan hanya sedikit lipid yang terpecahkan dan terambil, selebihnya sel mikroalaga yang tidak pecah menjadi pengotor dan

garam. Bila hanya sedikit lipid yang didapatkan maka ikatan rantai karbon dan trigliserida yang dihasilkan juga sedikit dan bisa saja tidak terbentuk rantai hidrokarbon yang panjang menyebabkan lipid tidak layak sebagai bahan baku pembuatan biofuel. Untuk variabel daya 300 watt dengan massa 10 gr, 20 gr, dan 30 gr didapatkan yield lipid sebesar 88.45%, 28.36%, 14.16%. Pada variabel daya 450 watt dengan massa 10 gr, 20 gr, dan 30 gr didapatkan *yield* sebesar 80.4%, 35.50%, dan 12.11%. Pada pada daya 600 watt dengan massa 10 gr, 20 gr, dan 30 gr didapatkan yield lipid sebesar 74.4%, 30.63%, dan 15.63%. Hal ini membuktikan semakin bertambahnya massa maka semakin menurun yield lipid yang didapatkan karena semakin besar kepadatan bahan mengakibatkan laju ekstraksi semakin lambat karena terhambatnya ruang gerak untuk pecahnya membran sel alga, sehingga akhirnya menyebabkan yield dan efisiensi ekstraksi menurun. Berdasarkan data penelitian menunjukkan bahwa massa 10 gr adalah masa yang optimal untuk ekstraksi minyak dan massa 30 gr kurang optimal (Sathish et al, 2012).

### IV.2.3 Pengaruh Waktu Terhadap Yield Crude Oil

Untuk pengaruh waktu terhadap yield minyak yang dihasilkan, pada **Gambar IV.3** menunjukkan bahwa waktu terbaik untuk ekstraksi minyak adalah 35 menit pada daya 600 watt dengan yield 74.4%. Waktu merupakan faktor yang sangat penting pada proses ekstraksi minyak. Bila proses ektraksi berlangsung melebihi waktu reaksi yang optimal maka akan mengakibatkan kerusakan minyak (Refaat et al, 2010). Lama waktu untuk mengekstrak berhubungan dengan efek thermal yang disebabkan oleh minyak tidak gelombang mikro. Yield akan mengalami peningkatan ketika reaksi telah mencapai kondisi equilibrium (Tang et al 2016). Sehingga pada waktu reaksi 35 menit, reaksi telah mencapai kondisi equilibrium dan merupakan waktu reaksi optimum.



**Gambar IV.3** Grafik pengaruh waktu ekstraksi terhadap persen *yield crude oil* 

Waktu ektraksi yang terlalu lama mengakibatkan pemanasan berlebih pada perusakan sel, hilangnya pelarut dengan jumlah besar, dan hilangnya energi pada proses (Patil et al, 2011). Ketidakstabilan suhu yang paling signifikan terjadi pada daya 300 watt, dibanding daya 450 dan 600 watt. Dan berdasarkan data yang diperoleh, daya 600 watt memberikan suhu yang lebih tinggi dibandingkan pada daya yang lainnya. Suhu yang tinggi dapat membantu pemecahan dinding sel dan membuat kontak antara pelarut dan lipid lebih mudah dan menghasilkan *yield* yang lebih tinggi. Namun, penggunaan suhu yang terlalu tinggi juga dapat menyebabkan sebagian minyak terbakar (P.Li *et al*, 2011). Dari **gambar IV.3** membuktikan bahwa waktu yang optimum untuk mengekstraksi minyak terjadi pada pemanasan selama 35 menit dan jika pemanasan lebih lama maka *yield* mengalami penurunan.

### IV.3 Hasil Percobaan Ekstraksi Minyak

Pada percobaan dengan variabel daya 300 watt lipid yang dihasilkan berupa fosfolipid. Fosfolipid merupakan lipid yang mengandung gugus polar, lipid kompleks yang terbentuk dari gliserol, asam lemak, alkohol amino, dan gugus fosfat (Page, 1989). Fosfolipid memiliki sifat fisik yang berbentuk padatan dan memiliki titik leleh yang tinggi, hal ini terbukti ketika fosfolipid padat dipanaskan pada suhu 120°C meleleh menjadi kental dan bila ditempatkan pada suhu ruangan kembali menjadi padatan. Fosfolipid digolongkan sebagai lipid amfipatik karena terdiri dari dua bagian yaitu kepala dan ekor, dimana bagian kepala dari fosfolipid bersifat hidrofilik atau larut dalam air sedangkan bagian ekor bersifat hidrofobik atau tidak larut dalam air. Bagian ekor fosfolipid yang bersifat hidrofobik dapat terikat dengan gugus nonpolar dan pada bagian kepala yang bersifat hidrofilik dapat mengikat gugus polar (Ngali, 2009). Hasil dari percobaan yang menghasilkan lipid padat digolongkan fosfolipid karena sifatnya yang larut pada pelarut polar dan memiliki wujud padatan. Dilihat dari tren percobaan menunjukan bahwa semakin tinggi daya maka semakin menurun yield lipid, semakin bertambah massa maka semakin menurun juga yield lipid. Fosfolipid mendominasi lipid yang dihasilkan oleh variabel daya 300 watt. Hal ini disebabkan fosfolipid merupakan penyusun membran sel mikroalga. Munculnya fenomena fosfolipid menimbulkan hipotesa pada daya 300 watt hanya mampu memecah membran sel yang disusun oleh fosfolipid dan lipid yang terambil adalah fosfolipid yang sifatnya polar. Perubahan suhu pada daya 300 watt tidak stabil. Pada waktu ekstraksi yang singkat kenaikan suhu dan penurunan suhu yang tak menentu dapat memicu perusakan membran sel yang tidak sempurna sehingga hanya mampu mengekstrak fosfolipid. Saat ekstraksi dengan variabel daya 450 watt mulai terjadi pemecahan membran sel yang lebih memungkinkan untuk menembus dan membuat kontak antara pelarut dan lipid. Hal ini terbukti pada percobaan dengan daya 450 watt didapatkan lipid berwujud minyak yang kental. Variabel daya 450 watt mampu menghasilkan lipid dalam bentuk minyak karena suhu pada daya tersebut mulai stabil. Percobaan dengan variabel daya 600 watt membuktikan bahwa semakin tinggi daya maka semakin banyak membran sel yang rusak dan semakin banyak lipid yang dapat terekstrak. Lipid yang dihasilkan berupa lipid cair yaitu minyak. Faktor suhu pada setiap variabel daya juga mempengaruhi lipid yang didapatkan. Efek gelombang mikro yang luas menyebabkan terjadinya penetrasi pelarut melewati dinding sel dan kemudian menyebabkan sel pecah dan mengeluarkan minyak. Semakin lama waktu ekstraksi maka semakin tinggi dan stabil suhu didalam *microwave*, tetapi semakin tinggi suhu dan semakin lama waktu ekstraksi menimbulkan terjadinya *thermal degradation* yaitu perusakan minyak yang disebabkan oleh degradasi termal.

Hasil yang diperoleh dari percobaan untuk variabel daya 300 watt dengan massa 10 gr, 20 gr, dan 30 gr menghasilkan *yield* lipid sebesar 88.45%, 28.36%, 14.16%. Hasil dari tiga percobaan tersebut wujud dari lipid berupa padatan. Pada variabel daya 450 watt dengan massa 10 gr, 20 gr, dan 30 gr didapatkan *yield* sebesar 80.4%, 35.50%, dan 12.11% dengan wujud lipid berupa liquid kental. Variabel terakhir pada daya 600 watt dengan massa 10 gr, 20 gr, dan 30 gr didapatkan *yield* lipid sebesar 74.4%, 30.63%, dan 15.3% dengan wujud lipid yang dihasilkan berupa lipid cair. Berdasaran uji analisa GC-MS kandungan terbanyak pada lipid adalah asam palmitat.

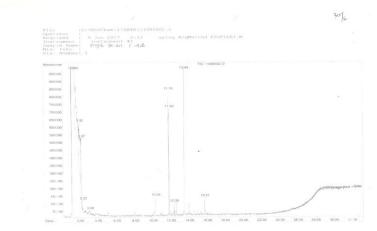
Metode MAE lebih baik dan effisien dibandingkan dengan metode ekstraksi soxhletasi karena hasil minyak yang didapatkan jauh lebih banyak dibandingkan dengan metode soxhletasi. Waktu yang digunakan untuk ekstraksi jauh lebih cepat dengan metode MAE. Panas yang diberikan oleh gelombang mikro langsung terjadi didalam bahan sehingga terjadi pemanasan yang cepat secara menyeluruh. Dengan demikian, hasil yang ekstraksi yang lebih tinggi dan selektivitas target senyawa dapat diperoleh pada waktu reaksi yang lebih pendek (Quitain *et al*, 2011). Percobaan yang dilakukan dengan metode MAE ada dua yaitu percobaan ekstraksi dengan pelarut polar dan non-polar kemudian metode

kedua adalah ekstraksi dengan pelarut asam dan basa. Hasil dari metode kedua jauh lebih baik daripada metode pertama. Hal ini disebabkan karena lipid yang didapatkan lebih banyak dibanding metode pertama, selain itu lipid yang dihasilkan bersih dari klorofil serta pengotor-pengotor lainnya. Metode kedua dapat dilakukan juga dengan kondisi bahan mikroalga yang basah dengan perlakuan yang sama (wet) (Sathish *et al*, 2012).

# IV.4 Karakteristik Lipid Chlorella Sp.

# IV.4.1 Hasil Analisa GC-MS Mikroalga Chlorella sp.

Setelah dilakukan ekstraksi lipid, selanjutnya melakukan analisa *Gas Chromatography-Mass Spectrofotometry* (GC-MS) untuk hasil tersebut. Analisa GC-MS bertujuan untuk mengetahui komponen-komponen yang terkandung di dalam lipid terutama komponen asam lemak yang akan menjadi suatu acuan dalam penentuan molar metanol untuk tahapan pembuatan biofuel selanjutnya. **Gambar IV.1.** menunjukkan hasil analisa GC-MS tersebut.



Gambar IV.4 Grafik hasil uji GC-MS lipid Chlorella Sp.

Berdasarkan hasil analisa GC-MS diatas, diketahui bahwa komposisi asam lemak didominasi oleh asam palmitat sebesar

36,2% didapatkan dari jumlah semua corrected areas dibagi dengan corrected area pada kandungan asam palmitat. Hasil ini sesuai dengan literatur bahwa asam lemak yang dominan dalam lipid *Chlorella sp.* adalah asam palmitat untuk jenis asam lemak jenuh (ALJ) (Moazami et al., 2011). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Olofsson et al., (2012) menyatakan bahwa asam lemak yang berpotensi cukup baik untuk diubah menjadi biodiesel diantaranya asam stearat, asam palmitat dan asam oleat. Asam palmitat memiliki sifat kimia tidak larut dalam air dan memiliki sifat fisika yang wujudnya kristal padat pada suhu ruangan, titik didihnya pada suhu 352 °C. (Putriaswantihsn, 2015). Hal ini menjelaskan mengapa minyak yang diperoleh dalam bentuk padatan kristal. Dari hasil GC-MS terdapat beberapa asam yang dapat diubah menjadi biodiesel. Maka dari hasil GC-MS dapat diperoleh bahwa ekstraksi minyak Chlorella Sp. berpotensi untuk menjadi bahan pembuatan biodiesel.

### IV.4.2 Pembuatan Biofuel

Lipid yang telah didapatkan dari proses ekstraksi dan di uji GC-MS memenuhi standar untuk pembuatan biofuel. Minyak alga dapat di konversikan menjadi biodiesel dengan proses transesterifikasi. Transesterifikasi adalah proses reaksi kimia antara trigliserida dan alkohol dengan penambahan katalis untuk menghasilkan *methyl ester* yang disebut biodiesel. *Microalgae* di deskripsikan sebagai kaya minyak karena rantai *hydrocarbon* dan minyak kompleks lainnya. Rata-rata minyak yang dapat dihasilkan dari *microalgae* antara 1% dan 70% (w/w) dan beberapa spesies dapat mencapai 90% (w/w) dalam keadaan tertentu. (Purwanto, *et al*, 2016)

Penggunaan katalis sangat mempengaruhi pembuatan biofuel. Ada beberapa katalis yang umumnya digunakan untuk pembuatan biofuel diantaranya katalis homogen dan katalis heterogen. Proses transesterifikasi menggunakan katalis homogen dapat memberikan hasil *yield* yang bagus. Penggunaan katalis dan

pemanasan dengan *microwave* dapat meningkatkan laju reaksi biofuel. Tetapi katalis homogen memiliki beberapa kelemahan, yaitu kompleksitas dan tingginya biaya pemurnian dan pemisahan produk, adanya limbah asam dan alkali, kesulitan dalam pemulihan gliserol karena kelarutan metanol dan katalis yang tinggi, kebutuhan energi yang tinggi dan adanya pembentukkan sabun sebagai produk samping. Sedangkan untuk katalis heterogen memiliki beberapa keuntungan seperti proses pemurnian yang sederhana, sedikit menghasilkan limbah, katalis heterogen dapat digunakan kembali. Katalis heterogen dapat mencegah terjadinya reaksi saponifikasi saat berlangsungnya proses transesterifikasi. Penggunaan katalis heterogen lebih ramah lingkungan dan dapat digunakan secara batch maupun kontinyu tanpa harus penambahan langkah untuk purifikasi.

Katalis homogen yang umumunya digunakan adalah NaOH (natrium hidroksida) dan KOH (kalium hidroksida) merupakan katalis yang paling umum digunakan dalam pembuatan biodiesel karena dapat digunakan pada temperatur dan tekanan operasi yang relatif rendah serta memiliki kemampuan katalisator yang tinggi. Meskipun katalis basa memiliki kemampuan katalisator yang tinggi serta harganya yang relatif murah dibandingkan dengan katalis asam. Kehadiran asam lemak bebas dalam sistem reaksi dapat menyebabkan reaksi penyabunan yang sangat mengganggu dalam proses pembuatan biodiesel

$$R - COOH + KOH \rightarrow R - COOK + H2O$$
  
(Asam Lemak Bebas) (Alkali) (Sabun) (Air)

Selain menggunakan katalis penggunaan alkohol seabagai reaktan juga dibutuhkan. Umumnya reaktan alkohol yang digunakan untuk transesterifikasi adalah etanol dan metanol. Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi ester untuk menghasilkan ester baru yang mengalami penukaran posisi asam lemak (Swern, 1982). Melalui reaksi transesterifikasi, trigliserida

dalam minyak bereaksi dengan alkohol menghasilkan biodiesel atau FAME (*fatty acid methyl ester*) dengan bantuan katalis (Manurung, 2006).

Pada pengujian untuk mengubah hasil ekstraksi menjadi biofuel dengan menggunakan bahan baku metanol dan NaOH. Untuk 10gram hasil ekstraksi yang didapatkan maka akan menggunakan 15mL metanol dan 0,1gram NaOH kemudian dengan *microwave* selama 6-7menit dengan daya 450watt. Kemudian hasil yang telah selesai *microwave* dimasukkan kedalam corong pemisah dan dicuci dengan aquadest hangat dan akan terdapat 2 layer dimana gliserol dan biofuel terpisah. Dan untuk mendapatkan berapa persen biofuel yang didapatkan maka filtrat yang didapatkan dari corong pemisah dipanaskan dengan hotplate sampai beratmya konstan. Maka dari itu persen biodiesel yang didapatkan akan diketahui. Dan persen *yield* yang didapat pada pengujian satu sample dari hasil ekstraksi yaitu mendapatkan persen *yield* sebesar 88,9%.

# BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### V.1 Kesimpulan

- 1. Metode *Microwave-Assisted Extraction* (MAE) dapat digunakan untuk mengekstrak mikroalga *Chlorella sp.*
- 2. Metode *Microwave-Assisted Extraction* (MAE) lebih baik dan lebih menguntungkan untuk digunakan dibanding dengan metode soxhletasi.
- 3. Kondisi operasi optimal untuk ekstraksi minyak mikroalga *Chlorella sp.* dengan metode *Microwave-Assisted Extraction* (MAE) berdasarkan parameternya vaitu:
  - Daya microwave optimum yang diperlukan untuk proses ekstraksi adalah 450 W dan 600 W untuk mikroalga Chlorella sp dengan kondisi lipid berbentuk liquid.
  - Massa optimal pada bahan mikroalga kering yaitu pada massa mikroalga sebanyak ±10 gram. Dapat dilihat pada hasil penelitian bahwa dengan massa 10 gram mendapatkan yield sebesar 88,45% pada daya 300 watt; 80,4% pada daya 450watt dan 74,4% pada 600watt
  - Dan waktu ekstraksi optimum yang diperlukan adalah selama 35 menit agar mendapatkan yield yang tinggi. Dari perbandingan waktu, yield yang diperoleh pada waktu ekstraksi 35 menit adalah sebesar 74.4%.

### V.2 Saran

1. Sebaiknya dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai variabel daya pada proses ekstraksi terhadap mikroalga *Chlorella sp.* 

- 2. Sebaiknya dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai variabel waktu pada proses ekstraksi terhadap mikroalga *Chlorella sp.*
- 3. Sebaiknya dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai variabel konsentrasi pelarut pada proses ekstraksi terhadap mikroalga *Chlorella sp.*
- 4. Perlunya dilakukan penelitian terhadap kualitas minyak mikroalga *Chlorella sp.* yang dihasilkan.

### DAFTAR PUSTAKA

- Ahmed Refaat. 2010. Production of Biodiesel Using The Microwave Technique. Journal of ResearchGate.
- Armando T. Quitain, Shunsaku Katoh, and Motonobu Goto. 2011. Microwaved-Assisted Synthesis of Biofuels. Bioelectrics Research Center, Kumamoto University, Japan.
- A Suryanto, Suprapto, Mahfud Mahfud. 2015. The Production of Biofuels from Coconut Oil Using Microwave. Process Laboratory, Departement of Chemical Engineering, Sepuluh Nopember Institute of Technology, Indonesia.
- Bai Ming-Der Bai, Chun-Yen Chen, Wen-Chang Lu, Hou-Peng Wan, Shih-Hsin Hoc, Jo-Shu Chang. 2015. "Enhancing the oil extraction efficiency of Chlorella vulgaris with cell-disruptive pretreatment using active extracellular substances Laboratories, Industrial Technology Research Institute, Hsinchu, Taiwan
- Bligh Dyer, 1959. A Rapid Method for Total Lipid Extraction and Purification, Can. J. Biochem.
- Chisti, J., 2007, *Biodiesel from microalgae*., Biotechnology Advances, (25) 294-06. Cisneros.
- Chemat F. and Cravotto G. 2013. *Microwave-assisted Extraction* for Bioactive Compounds: Theory and Practice. Springer. New York, Hal 1-52.
- Elwin. 2014. Analisa Pengaruh Waktu Pretreatment Dan Konsentrasi Naoh Terhadap Kandungan Selulosa, Lignin Dan Hemiselulosa Eceng Gondok Pada ProsesPretreatment Pembuatan Bioetanol. Universitas Brawijaya. Malang
- Gude Veera Gnaneswar. 2013. "Microwave energy potential for biodiesel production". Sustainable Chemical Processes.
- Helmy Purwanto, Indah Hartati, dan Laeli Kurniasari. 2010. Pengembangan Microwave Assisted Extraction (MAE) Pada Produksi Minyak Jahe Dengan Kadar Zingiberene Tinggi. Universitas Wahid Hasyim, Semarang.

- Kurniasari, L., Hartati, I., Ratnani, R. D., Sumantri, I., 2008. Kajian Ekstraksi Minyak Jahe Menggunakan Microwave Assisted Extraction (MAE). Mo
- Liang, H., Hu, Z., dan Cai, M. 2008. "Desirability Function Approach for the Optimization of Microwave-assisted Extraction of Saikosaponins from Radix bupleuri", Separation and Purification Technology, Vol. 61, No. 3, hal. 266-275.
- Luqman Buchori, I. Istadi, P. Purwanto. 2016. Advanced
   Chemical Reactor Technologies for Biodiesel Production
   From Vegetable Oils. Departement of Chemical Engineering,
   Diponegoro University, Indonesia.
- Sathish Ashik, Ronald C.Sims. 2012. "Biodiesel from mied culture algae via a wet lipid extraction". Department of Biological Engineering. Utah Satet University, United States
- Syaeful Wildan, 2012, "Pengambilan Minyak *Microalgae Chlorella sp.* dengan Metode Micrwoave Assisted Extraction". Prodi Teknik Kimia D3, Fakultas Teknik, Universitas Negeri Semarang. Indonesia

# APPENDIKS A CONTOH PERHITUNGAN

Semua contoh perhitungan dari data variabel mikroalga kering dengan massa 10 gram dengan daya 600 watt dengan menggunakan waktu ekstraksi total 35 menit

# A.1 Analisa Yield Minyak

- Menimbang gelas ukur kosong yang dinotasikan sebagai (A gr)
- 2. Menimbang gelas ukur yang telah diisi minyak yang dinotasikan sebagai (B gr)
- 3. Menghitung berat minyak (gr) dengan selisih :

Berat minyak 
$$(gr) = B-A$$

4. Menghitung yield minyak dengan rumus:

% Yield = 
$$\frac{\text{Massa lipid yang diperoleh}}{\text{Massa mikroalga kering yang digunakan}} x 100\%$$

Contoh perhitungan pada variabel ini adalah:

- 1. Berat bahan baku *Microalgae* bubuk = 10 gr
- 2. Berat botol kosong = 9,71 gr
- 3. Berat botol berisi minyak = 17,15 gr
- 4. Berat lipid yang diperoleh = (17,15-9,71) gram
  - = 7,44 gram
- 5. % Yield =  $\frac{7,44}{10}$  x 100% = 74,4%

# A.2 Perhitungan kebutuhan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Massa microalgae Chlorella sp. kering = 10 gram

Pada perhitungan dijurnal menggunakan :  $100 mg = 0.1 \ gram = 1 \ ml$ 

Maka untuk  $10 \ gram = 100 \ ml \ 1M$  H2SO4 (1ml diencerkan)

Untuk menggunakan 1M maka:

$$H2SO4 98\% = 18,7 M$$
  
 $V1.M1 = V2.M2$ 

$$100.1 = 18,7.V2$$
  
 $V2 = 5,34 ml$ 

Sedangnkan umtuk menggunakan 0,5 M maka:

$$H2SO4 98\% = 18,7 M$$
  
 $V1.M1 = V2.M2$   
 $100.0,5 = 18,7 .V2$   
 $V2 = 2,7 ml$ 

### A.3 Perhitungan kebutuhan NaOH

BM NaOH= 40

100ml 5M

Maka NaOH yang dibutuhkan sebanyak:

$$n = \frac{m}{BM} x \frac{1000}{mL}$$
$$5 = \frac{m}{40} x \frac{1000}{100}$$

m = 20 gram (dilarutkan dengan 100 ml aquades)

# A.4 Perhitungan Berat Jenis Minyak

Perhitungan densitas dilakukan pada kondisi operaso, T=40°C dan P=1 atm

Rumus yang digunakan:
$$\frac{1}{\rho camp} = \frac{x1}{\rho 1} + \frac{x1}{\rho 2}$$

Dimana:

pcamp = Massa jenis campuran = Massa jenis n-heksana ρ1 ο2 = Massa jenis minyak X1 = fraksi berat n0heksana = fraksi berat minyak X2

Contoh perhitungan:

= 0.6548 gr/mLρ1 Volume campuran = 10 M1

Massa n-heksana (M1) = 5.06 gram

Massa lipid (M2) 
$$= 3,59 \text{ gram}$$

$$= M1+M2$$

$$= 5,0594 + 3,59 \text{ gram}$$

$$= 8, 6494 \text{ gram}$$

$$= \frac{M1}{Massa Total}$$

$$= \frac{5,06 \text{ gram}}{8,6494 \text{ gram}}$$

$$= 0,585$$

$$X2 = 1-X1$$

$$= 1-0,585$$

$$= 0,415$$
Massa jenis campuran (pcamp) 
$$= \frac{massa \text{ total}}{volume \text{ campuran}}$$

$$= \frac{8,6494 \text{ gram}}{10 \text{ gram}}$$

$$= 0,865$$

Menghitung massa enis minyak menggunakan rumus:

$$\frac{1}{\rho camp} = \frac{x\dot{1}}{\rho 1} + \frac{x1}{\rho 2}$$

Sehingga apabila  $\rho 2$  bertindak sebagai massa jenis minyak, maka hubungan persamaan menjadi :

$$\rho 2 = \frac{(\rho campx \rho 1xX2)}{\rho 1 - (\rho campxX1)}$$

$$\rho 2 = \frac{(0,865 \frac{gr}{ml} x0,6548 gr/ml \ x0,415)}{0,6548 gr/ml - (0,865 gr/ml \ x0,585)}$$

$$\rho 2 = 1,58 \frac{gr}{ml}$$

### A.5 Perhitungan Hasil GC-MS

Hasil Analisa GC-MS didapatkan *corrected areas* sebesar 58162975. Untuk mendapatkan *%total* kandungan yang didapatkan dari masing-masing maka :

$$\% \ of \ total = \frac{corr. \ area \ Asam \ Palmitat}{sum \ of \ corrected \ areas}$$

$$\% of \ total = \frac{21058388}{58162975}$$

 $\% of \ total = 36,20\%$ 

### Berikut adalah tabel hasil analisa GC-MS:

NO	Nama Senyawa	Corr.	%of
		Area	total
1	Propanoic acid, 2- methyl-,	2419037	4,159
	hexyl ester (CAS)		
2	Butanoic acid, 2-methyl-,	13042389	22,424
	hexyl ester		
3	Hexyl pentanoate	11831382	20,342
4	Butanoic acid, 2-methyl-,	1639397	2,819
	hexyl ester		
5	Hexyl isovalerate	760456	1,307
6	Dodecane, 4-6-dimethyl	2018092	3,470
7	Hexadecanoic acid	21058388	36,206
8	Hexanoic acid, hexyl ester	1792804	3,082
	(CAS)		
9	Aromadendrene	3601031	6,191

## APPENDIKS B DATA HASIL PENELITIAN

### **B.1** Hasil Percobaan Ekstraksi Pertama

No	Rasio	Massa Mikroalga (gram)	Metanol	N- Heksana	Daya	Waktu Ekstraksi (menit)	Botol	Botol + Minyak	Minyak	Yield
1	1:10	20	30	60	600	30	9,8	13,49	3,69	18,5%
2	1:15	10	50	100	600	30	8,8	9,42	0,62	6,2%
3	1:05	10	25	25	600	30	9,84	10,15	0,31	3,1%
4	1:10	10	30	70	450	60	9,9	10,02	0,12	1,2%
5	1:10	10	70	30	450	60	9,8	9,90	0,10	1,0%
6	1:10	10	50	50	450	60	9,7	9,76	0,06	0,6%
7	1:20	10	200	0	450	60	53,1	53,16	0,06	0,6%
8	1:20	10	0	200	450	60	9,67	9,73	0,06	0,6%
9	1:05	10	20	30	600	60	9,62	9,79	0,17	1,7%
10	1:15	10	120	30	300	90	9,5	9,94	0,44	4,4%
11	1:15	10	150	0	600	90	9,6	10,04	0,44	4,4%
12	1:15	10	100	50	150	30	9,6	9,80	0,20	2,0%

B.2 Hasil Percobaan Ekstraksi Ketiga

			Variabel								
			Waktu	Ekstrasi (	(menit)				Yield		
No	Daya	Massa (gr)	Larutan 1	larutan 2	larutan 3	Botol kosong	Botol +minyak	Minyak (gr)	(%)		
1		10	15	10	10	40,819	49,664	8,845	88,45%		
2	300	20,18	15	10	10	40,08	45,804	5,724	28,36%		
3		30,13	15	10	10	99,17	103,4371	4,2671	14,16%		
4	450	10	15	10	10	89,92	97,96	8,04	80,40%		
5	430	20,46	15	10	10	99,54	106,803	7,263	35,50%		

6		30,07	15	10	10	100,361	104,0021	3,6411	12,11%
7		10	15	10	10	9,71	17,15	7,44	74,40%
8	600	20,0316	15	10	10	98,9335	105,0697	6,1362	30,63%
9		30,417	15	10	10	100,61	105,3631	4,7531	15,63%

## B.3 Hasil Percobaan Ekstraksi Ketiga (Perbandingan Waktu Ekstraksi)

			Variabe	1						
No		Massa	W	aktu (mei	nit)	Botol	Botol	minyak	yield	
110	Daya	(gr)	larutan	larutan	larutan	kosong	+minyak	mmyak	yicia	
	(gr)		1	2	3					
1			10	5	5	52,4	59,49	7,09	70,9%	
2	600	10	15	10	10	9,71	17,15	7,44	74,4%	
3	600	10	20	15	15	88,92	95,8122	6,8922	68,9%	
4			30	25	25	9,6755	16,032	6,3565	63,6%	

# B.4. Hasil Pengukuran Suhu pada Ekstraksi *microwave-assisted* pada daya 300 watt

Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)	Waktu (menit)	Suhu (°C)
0	27	31	72	62	65	93	74
1	52	32	75	63	73	94	75
2	69	33	62	64	73	95	75
3	69	34	74	65	74	96	75
4	69	35	63	66	73	97	75
5	70	36	65	67	73	98	75
6	71	37	62	68	72	99	74
7	71	38	63	69	73	100	74
8	71	39	63	70	73	101	74
9	71	40	64	71	73	102	74
10	72	41	64	72	71	103	74
11	72	42	63	73	71	104	74
12	72	43	62	74	70	105	75
13	73	44	62	75	71	106	74
14	73	45	75	76	70	107	74

15	73	46	73	77	70	108	75
16	73	47	74	78	70	109	75
17	74	48	65	79	70	110	75
18	73	49	65	80	70	111	75
19	74	50	64	81	71	112	75
20	74	51	64	82	72	113	75
21	74	52	64	83	71	114	75
22	74	53	69	84	72	115	75
23	74	54	64	85	71	116	75
24	74	55	64	86	72	117	75
25	74	56	65	87	72	118	75
26	74	57	65	88	75	119	76
27	74	58	65	89	75	120	75
28	76	59	65	90	75		•
29	76	60	64	91	75		
30	75	61	64	92	75		

# B.5. Hasil Pengukuran Suhu pada Ekstraksi *microwave-assisted* pada daya 450 watt

Waktu	Suhu	Waktu	Suhu	Waktu	Suhu	Waktu	Suhu
(menit)	(°C)	(menit)	(°C)	(menit)	(°C)	(menit)	(°C)
0	29	31	74	62	67	93	75
1	64	32	74	63	67	94	75
2	68	33	75	64	69	95	75
3	68	34	75	65	69	96	75
4	68	35	75	66	69	97	75
5	69	36	75	67	72	98	75
6	70	37	76	68	72	99	75
7	71	38	75	69	72	100	75
8	71	39	76	70	72	101	75
9	71	40	76	71	72	102	75
10	72	41	76	72	72	103	76
11	71	42	76	73	73	104	76
12	71	43	76	74	73	105	76
13	71	44	76	75	73	106	76

14	72	45	76	76	74	107	76
15	72	46	70	77	73	108	76
16	72	47	71	78	74	109	76
17	74	48	68	79	74	110	76
18	74	49	68	80	74	111	75
19	74	50	68	81	74	112	75
20	74	51	68	82	74	113	75
21	74	52	68	83	72	114	76
22	74	53	68	84	72	115	75
23	74	54	69	85	72	116	75
24	74	55	69	86	72	117	76
25	74	56	69	87	71	118	76
26	74	57	69	88	74	119	76
27	74	58	67	89	74	120	76
28	74	59	67	90	74		•
29	74	60	67	91	75		
30	74	61	67	92	75		

B.6. Hasil Pengukuran Suhu pada Ekstraksi *microwave-assisted* pada daya 600 watt

tibbibiteti p		. <b></b> .	0 0 11 0000	
Waktu	Suhu		Waktu	Suhu
(menit)	(°C)		(menit)	(°C)
0	29		31	75
1	69		32	76
2	72		33	76
3	73		34	75
4	73		35	76
5	73		36	76
6	73		37	75
7	72		38	75
8	72		39	75
9	72		40	75
10	74		41	76
11	73		42	74
12	74		43	74
13	74		44	74
14	74		45	75

15	72	46	75
16	72	47	75
17	72	48	75
18	72	49	76
19	72	50	76
20	74	51	76
21	74	52	75
22	74	53	75
23	74	54	75
24	74	55	76
25	75	56	76
26	74	57	76
27	75	58	76
28	75	59	76
29	75	60	75
30	75		

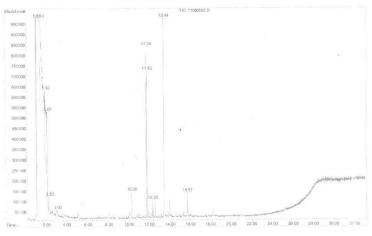
Halaman ini sengaja dikosongkan

### **APPENDIKS C**

### HASIL ANALISA KOMPONEN GC-MS

- Hasil Analisa Komponen Minyak Mikroalga *Chlorella sp.* 





#### Cara Kerja

1. Larutan sampel diinjeksikan pada GC-MS

#### Kondisi GC

Instrument = Agilent 6980N Network GC System dengan autosampler

Detektor = Agilent 5973 inert MSD

Kolom = J&W Scientific, HP-5 5% fenilmetilsiloksan 30 m, 0.32mm, 0.25um

Inlet = split 1:100 , 280C

Oven = terprogram; 50C (5mnt) -> 10C/mnt ->280C (5mnt)

Flow dlm Kolom = 1,0 ml/menit (konstan)

 Aux
 = 280C

 MS Quad
 = 150C

 MS Source
 = 230C

 Scan Mode
 = 20-600 amu

 Solvent delay
 = 0 menit

 Pustaka
 = Wiley versi 7.0

 Volume Injeksi
 = 0.4 uL

### where tetrette weboth

Data Path : C:\MSDChem\1\DATA\
Data File : 11000002.D
Acq On : 9 Jun 2017 2:12 Operator Sample Misc Misc : ALS Vial : 1 Sample Multiplier: 1 Integration Parameters: AUTOINT1.E Integrator: ChemStation Method : C:\MSDCHEM\1\METHODS\PROFILE1.M
Title : Title Signal : TIC 
 peak
 R.T. first
 max last
 PK neight
 peak neight

 1
 10.264
 1542
 1549
 1565
 FB 2
 124485

 2
 11.737
 1766
 1773
 1780
 VV
 792157

 3
 11.823
 1780
 1786
 1801
 VV
 694442

 4
 12.309
 1853
 1860
 1866
 VV
 4
 83270

 5
 12.382
 1866
 1871
 1882
 VV
 8
 33945
 corr. corr. area % max. 5 2419037 11.49% % of total 4.159%

13042389 61.93% 11831382 56.18% 1639397 7.79% 760456 3.61% 22.424% 20.342% 2.819% 1.307% 1882 1897 1919 VB 4 86294 2018092 9.58% 3.470% 2019 2032 2059 PV 1249827 21058388 100.00% 36.206% 2104 2109 2128 VV 5 80170 1792804 8.51% 3.082% 2334 2372 2409 BV 5 117915 3601031 17.10% 6.191% 6.191% 6. 12.552 7 13.440 8 13.946 9 15.676

Sum of corrected areas: 58162975

PROFILE1.M Fri Jun 09 02:52:20 2017

NO	Retention Time	Nama Senyawa	%of total
1	10,24	Propanoic acid, 2- methyl-, hexyl ester (CAS)	4,159
2	11,737	Butanoic acid, 2-methyl-, hexyl ester	22,424
3	11,823	Hexyl pentanoate	20,342
4	12,309	Butanoic acid, 2-methyl-, hexyl ester	2,819
5	12,382	Hexyl isovalerate	1,307
6	12,552	Dodecane, 4-6-dimethyl	3,470
7	13,440	Hexadecanoic acid	36,206
8	13,946	Hexanoic acid, hexyl ester (CAS)	3,082
9	15,676	Aromadendrene	6,191

### APPENDIKS D DOKUMENTASI PENELITIAN



Gambar D.1 Produk Minyak



**Gambar D.2** Bahan Penelitian (Mikroalga Kering)



**Gambar D.3** Bahan Penelitian (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaOH dan N-Heksana)



**Gambar D.4** Proses Ekstraksi menggunakan *microwaved* 



**Gambar D.5** Pencampuran Mikroalga Kering dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



**Gambar D. 6** Penambahan NaOH



**Gambar D.8** Penambahan N-Heksana



Gambar D.7 Proses Centrifuge



**Gambar D.9** Residu yang didapatkan



**Gambar D.10** Supernatant hasil dari centrifuge

**Gambar D.11** Pemisahan Menggunakan Kertas Saring dan Corong





Gambar D.12 Pemisahan Menggunakan Corong Pemisah untuk mengambil N-Heksana yang berlebih

Halaman ini sengaja dikosongkan

#### **RIWAYAT PENULIS**



Penulis lahir di Surabaya, 20 November 1994. Penulis merupakan anak ketiga dari bersaudara. Penulis menempuh pendidikan SD pada tahun 2002-2008 di SD Negeri Kertajaya XII Surabaya, SMP pada tahun 2008-2011 di SMP Negeri 1 Surabaya, dan SMA pada tahun 20011-2013 di SMA TRIMURTI Surabaya. Penulis melanjutkan studi S-1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, dan mengambil Departemen Teknik Kimia. Penulis mengerjakan tugas akhir di Laboratorium Teknologi Proses Kimia. Selama proses penulisan tugas akhir penulis membuat Pra Desain Pabrik Pembuatan Biodiesel dari Microalgae (Chlorella sp.) dan Skripsi Ekstraksi Minyak dari *Microalgae* (Chlorella sp.) dengan Microwaved Assisted Extraction Sebagai Bahan Pembuatan Biodiesel.

		Data Pribadi Penulis
Nama	:	Yurie Nurmitasari
Alamat	:	Perumahan Dosen ITS Jalan Teknik Geodesi R-8 Surabaya, 60111
Email	:	yuriemitaa@gmail.com
Telp	:	081230573482



Penulis lahir di Pekanbaru, 19 April 1994. Penulis merupakan anak keempat dari 4 bersaudara. Penulis menempuh pendidikan SD pada tahun 2001-2006 di SD Cendana Duri Mandau, Riau, SMP pada tahun 2006-2009 di SMPS Cendana Duri Mandau, Riau, dan SMA pada tahun 2009-2012 di SMAS Cendana Duri Mandau, Riau. Penulis melanjutkan studi S-1 Institut Teknologi Sepuluh di Surabaya, Nopember (ITS) mengambil Departemen Teknik Kimia. Penulis mengerjakan tugas akhir di Laboratorium Teknologi Proses Kimia. Selama proses penulisan tugas akhir penulis membuat Pra Desain Pabrik Pembuatan Biodiesel dari Microalgae (Chlorella sp.) dan Skripsi Ekstraksi Minyak dari *Microalgae* (Chlorella sp.) dengan Microwaved Assisted Extraction Sebagai Bahan Pembuatan Biodiesel.

		Data Pribadi Penulis
Nama	:	Annisaa Rhaudiayh Reza
Alamat	:	Klampis Sacharosa No. 69, Surabaya, 60111
Email	:	annisaareza@gmail.com
Telp	:	081958923696