

Uji Karakteristik Hasil Transesterifikasi Dari Ekstrak Biji Ketapang (*Terminalia catappa Linn*) Terhadap Pengaruh Variasi Waktu Dengan Katalis KOH

Debora Ariyani¹⁾, Eka Megawati²⁾, Yuniarti³⁾ Amirul Mukminin⁴⁾

¹⁻⁴⁾Sekolah Tinggi Teknologi Migas, Balikpapan

Email: debora.ariyani88@gmail.com

Abstrak

Tumbuhan yang berpotensi sebagai bahan bakar biodiesel adalah tumbuhan ketapang (*Terminalia catappa Linn*). Ketapang mengandung minyak sebesar 40,15% sehingga minyak biji ketapang memiliki prospek untuk dijadikan suatu pilihan baru dalam industri minyak nabati dan merupakan tanaman yang potensial karena memiliki kandungan asam lemak jenuh. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil ekstrak dari biji ketapang dan mengetahui nilai pH dan FFA hasil esterifikasi dan transesterifikasi. Metode yang dilakukan untuk menghasilkan minyak adalah ekstraksi dengan metode maserasi dengan massa 75 gram biji ketapang dan variasi waktu 1,2,3,4,5 hari. Pada penelitian ini menunjukkan bahwa perendaman pada hari ketiga memiliki volume yang besar dengan nilai FFA yang tidak terlalu besar yaitu sebesar 39 %. Ekstrak minyak biji ketapang memiliki nilai % yield 44,29 % - 60 % dilanjutkan dengan proses esterifikasi, pada proses ini didapatkan nilai FFA sebesar 1,81 % dengan pH 4. Hasil transesterifikasi diperoleh metil ester, menunjukkan nilai berat jenis 0,84 g/ml, kandungan asam lemak bebas (% FFA) 1,686 % dan pH 7.

Kata Kunci: Ketapang, % Yield, %FFA, pH, Metil Ester

Abstract

Plants that have the potential as biodiesel fuel are ketapang plants (Terminalia catappa Linn). Ketapang contains 40.15% oil so that ketapang seed oil has the prospect of being a new choice in the vegetable oil industry and is a potential plant because it contains saturated fatty acids. The purpose of this study was to determine the results of extracts from ketapang seeds and to determine the pH and FFA values of esterification and transesterification results. The method used to produce oil is extraction by maceration method with a mass of 75 grams of ketapang seeds and variations in time of 1,2,3,4,5 days. In this study, it was shown that the immersion on the third day had a large volume with a not too large FFA value of 39%. Ketapang seed oil extract has a value of % yield 44.29% - 60% followed by the esterification process, in this process the FFA value of 1.81% with pH 4. The results of transesterification obtained methyl ester, indicating a specific gravity value of 0.84 g/ml, free fatty acid content (% FFA) 1.686% and pH 7.

Keywords: Ketapang, % Yield, %FFA, pH, Methyl Ester

Pendahuluan

Berdasarkan data dari Direktorat Jenderal Energi Baru Terbarukan dan Konservasi Energi Kementerian ESDM dalam CNN Indonesia bahwa pertumbuhan konsumsi energi di Indonesia mencapai 7% pertahun, dan angka tersebut berada diatas pertumbuhan konsumsi energi di dunia yaitu 2,6% pertahun. Oleh karena itu dibutuhkan energi alternatif sebagai penunjang bahan bakar yang telah ada. Salah satu bahan yang dapat diperbaharui dan banyak didapatkan di alam ialah berasal dari tumbuh-tumbuhan

atau yang sering disebut dengan bahan bakar nabati (BBN) yang berasal dari biomassa seperti biodiesel. Salah satu tumbuhan yang berpotensi sebagai bahan bakar biodiesel adalah tumbuhan ketapang (*Terminalia Catappa Linn*). Tumbuhan ketapang merupakan tumbuhan yang banyak terdapat di daerah pantai. *Terminalia Catappa Linn* mengandung minyak sebesar 40,15% sehingga minyak biji ketapang memiliki prospek untuk dijadikan suatu pilihan baru dalam industri minyak nabati (Saputri dkk, 2013).

Pengambilan minyak biji ketapang dapat dilakukan dengan cara ekstraksi. Ekstraksi merupakan suatu proses pengambilan kandungan zat yang digunakan dalam suatu fasa padatan melalui kontak dengan pelarut. Menurut (Donna dkk, 2014) metode ekstraksi terbagi menjadi 2 yaitu maserasi dan soxhletasi. Pada penelitian ini digunakan metode maserasi karena maserasi metode yang paling sederhana, dimana bahan dihaluskan berupa serbuk kasar ataupun ukuran yang lebih kecil kemudian dilarutkan dengan pelarut dengan cara direndam. Pelarut yang digunakan dalam ekstraksi ini adalah heksana. Hal ini karena heksana tidak reaktif dan inert dalam reaksi organik karena bersifat sangat non-polar. Heksana juga tidak memerlukan tingkat pemanasan yang tinggi dan daya ekstraksinya tinggi, yang menjadikan heksana sebagai pelarut yang baik untuk mengekstrak minyak dari bijinya (Faizal, 2009). Oleh karena itu penulis merencanakan akan melakukan perbandingan hasil dari Faisal dkk, 2016 hingga mendapatkan metil ester dengan menggunakan esterifikasi dan transesterifikasi menggunakan katalis KOH.

Metode

Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan secara eksperimental di Laboratorium Kimia dan Pengolahan Migas, Sekolah Tinggi Teknologi Minyak dan Gas Bumi Balikpapan pada bulan februari sampai Maret 2021.

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah Labu leher tiga, Kondensor, *Hotplate*, Seperangkat alat titrasi, Selang, Termometer, Gelas *beaker*, Pipet tetes, Corong, Kertas saring, Piknometer, Pompa air, Blender, Aluminium foil, Botol kaca, Spatula, Kaca arloji, Neraca analitik, Statif, Buret, Erlenmeyer, Gelas ukur, Seperangkat alat destilasi. Bahan Baku yang digunakan diambil dari tanaman Ketapang di Balikpapan, Ekstrak minyak biji Ketapang, Kertas pH, Metanol, NaOH, Indikator *fenolftalein*, Aquades, H₂SO₄, Heksana, Etanol, KOH

Pembuatan Biodiesel

Persiapan Penelitian

Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam penelitian adalah preparasi bahan dasar, pengeringan biji ketapang, penghalusan biji ketapang, perendaman sampel dengan menggunakan heksanol dengan variasi waktu 1 – 5 hari, kemudian hasil setiap perendaman di destilasi, dan menganalisa FFA dan % *yield*

Dilakukan preparasi bahan dimulai dengan memisahkan biji buah ketapang dengan kulit ketapang, lalu dilakukan pengeringan dengan menjemur biji buah ketapang dibawah sinar matahari hingga kandungan air didalam biji ketapang hilang. Setelah dilakukan pengeringan biji buah ketapang dihaluskan menggunakan blender hingga biji buah ketapang halus.

Proses Eksperimen

a. Proses maserasi dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Menyaring biji buah ketapang
2. Menimbang biji buah ketapang dengan masing-masing massa 75 gram, kemudian dimasukkan kedalam botol kaca dengan variasi waktu tiap botol 1-5 hari
3. Memasukkan 500 ml heksana kedalam masing masing botol

b. Proses Destilasi

1. Sampel yang telah direndam dimasukkan ke dalam labu takar
2. Kemudian dipanaskan dengan suhu 68 °C
3. Ditunggu hingga destilat berpisah dengan pelarutnya
4. Dilakukan berulang dengan hari yang telah divariasikan

Tahap-Tahap Penelitian

a. Perhitungan % *yield*

$$\%yield = \frac{\text{berat minyak hasil destilat}}{\text{berat sampel awal}} \times 100 \% \dots\dots\dots (1)$$

b. % FFA

Pengujian FFA (*free fatty acid*) digunakan untuk mengetahui kandungan asam lemak bebas yang terkandung didalam minyak. Kenaikan nilai FFA menunjukkan minyak mengalami kerusakan akibat hidrolisa. Semakin tinggi nilai FFA dalam minyak maka kualitas minyak rendah dan sebaliknya semakin rendah nilai FFA dalam minyak maka kualitas minyak bagus.

Untuk mengetahui nilai atau kadar % FFA dilakukan dengan titrasi, adapun langkah-langkah yang dilakukan pada saat titrasi adalah sebagai berikut:

1. Memasukkan 0,7 gram massa sampel dan 7,5 ml etanol kedalam 2 buah erlenmeyer
2. Kemudian tambahkan 3 tetes *indicator fenolftalein* menggunakan pipet tetes, lalu membuka sedikit demi sedikit *valve* pada buret, hingga warna pada larutan berubah, lalu diamkan selama kurang lebih 30 detik hingga warna tidak berubah lagi, setelah itu lihat berapa volume NaOH yang telah tertesi atau digunakan.
3. Menghitung persen kadar FFA dengan menggunakan rumus perhitungan:

$$\%FFA = \frac{v_{titrasi} \times N_{NaOH} \times Mr_{NaOH}}{m_{sampel}} \times 100 \% \dots\dots (2)$$

c. Massa jenis

Pengujian massa jenis menggunakan piknometer. Massa jenis dapat dihitung menggunakan rumus berikut:

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{m_{pikno\ isi} - m_{pikno\ kosong}}{v} \dots\dots\dots (3)$$

Keterangan:

- ρ = massa jenis (gram/ml)
- m = massa (gram)
- v = volume (ml)

d. Esterifikasi

Dalam melakukan esterifikasi ada beberapa tahap diantaranya:

1. Memasukkan 124 ml ekstrak hasil destilasi ke dalam labu takar
2. Menambahkan metanol dengan perbandingan 1 : 6 (sampel : metanol) sebanyak 744 ml.
3. Sampel yang telah dicampur dengan metanol direflux \pm 2 jam
4. Menambahkan H₂SO₄ sebanyak 1 % dari massa sampel sebanyak 1,24 ml secara bertahap
5. Hasil esterifikasi dimasukkan kedalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam
6. Memisahkan hasil dan endapan dengan membuka sedikit demi sedikit valve corong pisah

e. Transterifikasi

Dalam melakukan transesterifikasi ada beberapa tahap diantaranya:

1. Mencampurkan sampel hasil esterifikasi dengan metanol dan KOH dengan perbandingan 1 : 20 : 0,3 (sampel : metanol : KOH)
 2. Direflux \pm 40 menit
 3. Hasil transesterifikasi dimasukkan kedalam corong pisah dan didiamkan selama \pm 24 jam
 4. Memisahkan metil ester dengan gliserin dengan membuka sedikit demi sedikit valve corong pisah
- f. Pencucian
1. Mencampurkan metil ester dengan larutan asetat dan aquades dengan perbandingan 1 : 1
 2. Mengukur pH hingga sampel netral

Hasil dan Pembahasan

Untuk mendapatkan minyak biji ketapang, buah ketapang dikumpulkan terlebih dahulu, Lalu dilalakukan preparasi sampel biji Ketapang yaitu biji Ketapang dilakukan pemisahann dipisahkan biji buah dari cangkanya. Setelah itu biji ketapang dihaluskan menggunakan blender lalu dijemur dibawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar air yang masih terikut dan menjadi sampel yang siap digunakan. Setelah itu sampel dilanjutkan ke proses ekstrasi, dimana Ekstraksi merupakan suatu proses penarikan senyawa metabolit sekunder dengan bantuan pelarut. Adapun variabel yang ditentukan adalah waktu perendaman biji ketapang dalam pelarut selama 1 hari, 2 hari, 3 hari, 4 hari, dan 5 hari. Hasil dari ekstraksi biji ketapang kemudian dipisahkan dengan pelarut *n-hexane* dengan metode destilasi dengan pemanasan campuran sebesar 70 °C. Proses destilasi dihentikan ketika pelarut *n-hexane* telah habis teruapkan dengan indikasi meningkatnya suhu pemanasan pada larutan campuran. Hasil ekstrasi diperoleh seperti pada tabel 1 dibawah ini :

Tabel 1. Data Hasil Ekstraksi

Waktu Perendaman Sampel	Volume Ekstraksi (ml)	Volume Minyak (ml)
1 hari	350 ml	60 ml
2 hari	340 ml	90 ml
3 hari	320 ml	124 ml
4 hari	315 ml	126 ml
5 hari	300 ml	140 ml

Pada tabel diatas dapat dilihat pada waktu perendaman hari ke 5 mendapatkan volume minyak yang paling banyak sebesar 140 ml. Kemudian ke 5 sampel yang telah didapatkan dilakukan analisa pH, densitas (ρ), % FFA, dan % *yield*. Adapun hasil Analisa tersebut disajikan pada tabel 2 berikut :

Tabel 2. Kesimpulan Data Ekstraksi

Sampel Perendaman Hari Ke-	Volume Minyak	pH	ρ	% <i>yield</i>	% FFA
1	60 ml	6	0,808 g/ml	44,29 %	34,2 %
2	90 ml	6	0,81 g/ml	48,4 %	37,96 %
3	124 ml	6	0,813 g/ml	50,67 %	39 %
4	126 ml	6	0,862 g/ml	56 %	43,95 %
5	140 ml	6	0,807 g/ml	60 %	47,83 %

Berdasarkan tabel diatas dapat dilihat bahwa pada data atau sampel perendaman hari ke 3 hingga ke 5 memiliki volume minyak yang cukup besar yaitu diatas 100 dan bila dilihat nilai FFA dari ketiga data tersebut data hari perendaman ke-3 yang memiliki nilai FFA lebih kecil. Jadi pada ekstrak perendaman hari ke 3 yang disini akan dilanjutkan ke tahap esterifikasi untuk menurunkan kadar asam lemak bebasnya.

Hasil Proses Esterifikasi

Esterifikasi merupakan reaksi antara asam karboksilat dengan alkohol untuk membentuk suatu ester. Reaksi ini dikatalisis oleh suatu asam dan bersifat *reversible*. Pada penelitian ini dilakukan proses reflux sebanyak 2 kali dikarenakan jumlah sampel yang tidak memungkinkan untuk dilakukan reflux secara bersamaan. Pada Adapun hasil dari proses esterifikasi pada sampel hari ke -3 seperti tabel 3 berikut :

Tabel 3. Data Hasil Analisa Esterifikasi

Reflux ke-	Volume Sampel	Volume Metanol	Volume H ₂ SO ₄	Volume Ester	pH	%FFA
1	70 ml	420 ml	0,7 ml	9,4 ml	4	4,12 %
2	54 ml	324 ml	0,54 ml	7,6 ml	4	3,99 %

Berdasarkan dari tabel diatas, dapat dilihat bahwa kedua sampel tersebut memiliki nilai pH yang sama serta %FFA yang mendekati sama. Kemudian kedua sampel tersebut digabungkan untuk dilanjutkan ke proses transesterifikasi.

Hasil Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah reaksi antara ester dan alkohol yang menghasilkan ester dan alkohol baru. Reaksi transesterifikasi disebut juga reaksi alkoholisis dari ester karena reaksi tersebut disertai dengan pertukaran bagian alkohol dari suatu ester. Sampel hasil esterifikasi dicampurkan dengan metanol dan katalis KOH dengan perbandingan 1 : 20 : 0,3 (sampel : metanol : KOH). Adapun hasil transesterifikasi seperti pada tabel 4 berikut :

Tabel 4. Data Hasil Analisa Transesterifikasi

Percobaan	pH	Densitas	%FFA
1	7	0,838 g/ml	5,25 %
2	7	0,842 g/ml	5,37 %

Simpulan dan Saran

1. Biji ketapang sangat berpotensi untuk dijadikan sebagai bahan baku pembuatan metil ester karena biji ketapang memiliki kandungan minyak sebesar 55,4951 %
2. Hasil yang didapatkan dengan metode sokhletasi memiliki % yield sebesar 23,8838 % - 49,9858 %. Sedangkan pada metode maserasi didapatkan % yield sebesar 44.29 % - 60 %. Hal tersebut menunjukkan metode maserasi lebih efektif untuk meningkatkan % yield pada penelitian biji ketapang
3. Nilai % FFA yang didapatkan pada metode sokhletasi adalah 3,564 - 4,996 % dengan densitas 0,8983 – 0,915 g/ml. Sedangkan pada penelitian ini didapatkan % FFA sebesar 1,686 % dengan densitas sebesar 0,84 g/ml.
4. Penggunaan katalis pada penelitian ini mempengaruhi karakteristik dari pembuatan biodiesel

Ucapan Terima Kasih

Kami menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada mahasiswa yang terlibat langsung dalam penelitian ini maupun pihak-pihak lain yang terlibat secara tidak langsung. Demikian pula kami, menyampaikan terima kasih kepada Ketua dan Ketua LPPM Sekolah Tinggi Teknologi Migas atas restunya dan mohon maaf atas semua khilaf dan kesalahan.

Daftar Pustaka

- Anggraini, I. F., & Hijriah, A. Y. (2019). Pengaruh Variasi Jumlah Metanol Dalam Reaksi Pembuatan Biodiesel Dari Fraksi Stearin Minyak Sawit. *Jurnal Teknik Patra Akademika*, 10(01), 33-40.

- Ariyani, D., Megawati, E., Ira, P., Sadesi, A., & Sugiarto, M. A. (2020). Pembuatan Biodiesel Dan Pengaruh Jenis Pelarut Dan Massa Biji Terhadap % Yield Ekstrak Minyak Biji Ketapang (*Terminalia catappa* Linn). *PETROGAS: Journal of Energy and Technology*, 2(1), 51-56.
- Bouta, I. M., Abdul, A., & Kandowangko, N. Y. (2020). Nilai Bilangan Peroksida Dan Asam Lemak Bebas Pada Virgin Coconut Oil Hasil Fermentasi Yang Disuplementasi Dengan Kunyit (*Curcuma longa* L.). *Jambura Edu Biosfer Journal*, 2(2), 51-56.
- BSN, Badan Standardisasi Nasional. (2015). Standar Nasional Indonesia Biodiesel SNI 7182:2015. Jakarta.
- CNN Indonesia, 2018. Cadangan Energi Indonesia Menipis, Saatnya Melek Energi Terbaru, Jakarta.
- Dalming, T., Aliyah, A., Mufidah, M., & Asmawati, A. (2018). Kandungan serat buah nipah (*Nypa fruticans* Wurmb) dan potensinya dalam mengikat kolesterol secara in vitro. *Media Farmasi*, 14(1), 144-149.
- Donna, D., Damanik, P., Surbakti, N., & Hasibuan, R. 2014. Ekstraksi Katekin dari Daun Gambir (*Uncaria Gambir* Roxb) Dengan Metode Maserasi, 3 (2), 10-14
- Faizal, M., Noprianto, P., & Amelia, R. (2009). Pengaruh Jenis Pelarut, Massa Biji, Ukuran Partikel dan Jumlah Siklus Terhadap Yield Ekstraksi Minyak Biji Ketapang. *Jurnal Teknik Kimia*, 16(2).
- Heriyanto, N. M., Subiandono, E., & Karlina, E. (2011). Potensi dan sebaran nipah (*Nypa fruticans* (Thunb.) Wurmb) sebagai sumberdaya pangan. *Jurnal Penelitian Hutan Dan Konservasi Alam*, 8(4), 327-335.
- Isnawati, A. P., Retnaningsih, A., & Nofita, N. (2018). Perbandingan teknik ekstraksi maserasi dengan infusa pada pengujian aktivitas daya hambat daun sirih hijau (*piper betle* l.) terhadap *escherichia coli*. *Jurnal Farmasi Malahayati*, 1(1), 19-24.
- Nafidzah, I., Radam, R., & Arryati, H. (2019). Rendemen pengolahan tepung buah nipah (*Nypa fruticans* Wurmb) dari Desa Bunipah Kecamatan Aluh-Aluh Kalimantan Selatan. *Jurnal Sylva Scientiae*, 1(1), 65-71.
- R. Sudradjat, Yogie, S., D. Hendra & D. Setiawan. (2010). Pembuatan Biodiesel dengan Proses Transesterifikasi.
- Rusli, R., Rosniar, R., Haeruddin, H., & Nurlansi, N. (2011). Identifikasi Gugus Fungsi Minyak Buah Nipa (*Nypa fruticans*) Kaliwanggu Teluk Kendari Sulawesi Tenggara. *Journal of Tropical Pharmacy and Chemistry*, 1(2), 143-149.
- Saputra, R., Irawan, H., Idris, F., Idris, F., & Pi, S. (2016). Pemanfaatan Nira Nipah (*Nypa Frutican*) Menjadi Bioetahnol Menggunakan Ragi (*Saccharomyce Scereviseae*) Dengan Lama Waktu Fermentasi Yang Berbeda. *Repository Umrah*.
- Saputri, Delima dkk. 2013. Stabilitas Fisik dan Kimia Minyak Bji Ketapang (*terminalia catappa lin*) selama penyimpanan. *Laboratorium Penelitian dan Pengembangan Farmaka Tropis*. Universitas Mulawarman. Samarinda. Kalimantan Timur