



PENGARUH VARIASI WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN DALAM PEMBUATAN ETIL ESTER DARI MINYAK KELAPA

[The Effect of Variations in Reaction Time and Stirring Speed of Ethyl Ester Produced from Coconut Oil]

Jusman^{1*}, Bambang Setiaji², Triyono², Akhmad Syoufian²

¹⁾Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tadulako
Jl. Soekarno Hatta, Kampus Bumi Tadulako Tondo Palu, Telp. 0451- 422611

²⁾Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada
Sekip Utara Kotak Pos 21 BLS Yogyakarta 55281

*)Corresponding Author: jusman_palu04@yahoo.com (+62852 4109 5775)

Diterima 31 Maret 2018, Disetujui 28 April 2018

ABSTRACT

The objective of this research is to obtain optimum ethyl ester. This research was initiated by the transesterification reaction between coconut oil and ethanol with variations in reaction time and stirring speed. Ethyl ester was analyzed by GC (Gas Chromatography) and GC-MS (Gas Chromatography-Mass Spectroscopy). The optimum transesterification result of 76.48 % was obtained at the ratio of oil/ethanol/NaOH 1: 2: 0.02 (100 mL : 50 mL : 2 g) with stirring speed of 300 rpm. The stirring speed and reaction time in a row above 400 rpm and 30 minutes wich produced yield of ethyl ester above 80 %.

Keywords: *coconut oil, transesterification, reaction time and stirring speed*

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan memperoleh etil ester yang optimum. Penelitian ini diawali dengan reaksi transesterifikasi antara minyak kelapa dan etanol dengan variasi waktu dan kecepatan pengadukan. Etil ester dianalisis dengan GC dan GC-MS. Hasil transesterifikasi optimum sebesar 76,48 % diperoleh pada rasio minyak kelapa/etanol/NaOH 1:2:0,02 (100 mL : 50 mL : 2 g) dengan kecepatan pengadukan 300 rpm. Kecepatan pengadukan dan waktu reaksi berturut-turut di atas 400 rpm dan 30 menit menghasilkan rendamen etil ester di atas 80 %.

Kata Kunci : *minyak kelapa, transesterifikasi, variasi waktu, dan kecepatan pengadukan*

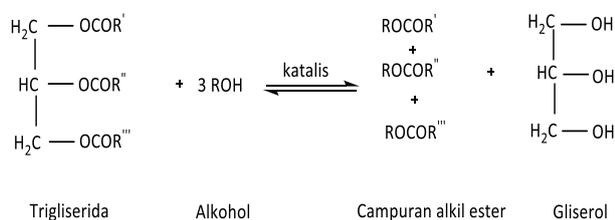
LATAR BELAKANG

Reaksi transesterifikasi merupakan reaksi kesetimbangan antara senyawa ester dengan alkohol (Gambar 1) dengan menggunakan katalis kimia ataupun enzimatik (Schuchardt *et al.*, 1998).



Gambar 1 Persamaan umum untuk reaksi transesterifikasi

Senyawa ester yang umumnya terlibat pada reaksi transesterifikasi adalah trigliserida atau disebut juga minyak atau lemak. Minyak nabati sering digunakan dalam reaksi ini dengan bantuan katalis asam atau basa kuat yang selanjutnya menghasilkan alkil ester asam lemak dan gliserol (Gambar 2).



Gambar 2 Transesterifikasi minyak nabati (Fukuda *et al.*, 2001)

Reaksi transesterifikasi melewati tiga tahapan, salah satunya adalah terbentuknya senyawa antara berupa mono dan digliserida (Freedman *et al.*, 1986) Secara stoikiometris reaksi akan berlangsung sempurna jika terdapat 1 mol trigliserida dan 3 mol alkohol atau dengan kata lain perlu penggunaan alkohol berlebih agar reaksi berjalan kearah produk dan tentunya akan meningkatkan hasil alkil ester yang terbentuk

(Schuchardt *et al.*, 1998). Adapun aspek yang berpengaruh dalam proses transesterifikasi antara lain: 1) jenis dan konsentrasi katalis (asam atau basa); 2) rasio molar alkohol/minyak; 3) suhu ; dan 4) pengadukan. Selain itu, pada reaksi ini reaktan harus terbebas dari kandungan air dan asam lemak bebas untuk menghindari terbentuknya sabun (Schuchardt *et al.*, 1998).

Penelitian tentang faktor yang mempengaruhi transesterifikasi telah banyak dilakukan, diantaranya Freedman *et al.* (1984) mempelajari transesterifikasi minyak nabati dengan rasio molar metanol/ minyak (6: 1), katalis NaOH 1 %, pada suhu 32, 45, dan 65°C membutuhkan waktu 0, 1 jam untuk mencapai konversi ester masing-masing 64, 87, dan 94 %. Freedman *et al.* (1986) menyatakan bahwa penggunaan CH₃ONa dalam metanolisis meskipun dalam konsentrasi yang rendah 0,5 % memberikan hasil (98%) dengan waktu reaksi yang singkat (30 menit). Meneghetti *et al.* (2006) melaporkan bahwa tingkat konversi etil ester tinggi diperoleh ketika reaksi dilakukan pada 80°C dengan rasio molar alkohol : minyak : katalis (60 : 10 : 2), katalis asam dilaporkan memberikan laju reaksi rendah dibandingkan dengan katalis basa. Cernoch *et al.* (2010) mempelajari distribusi etil ester, gliserida, dan gliserol dari etanolisis minyak lobak dengan menggunakan katalis KOH, waktu reaksi berada pada kisaran 1,5 -2 jam

memberikan hasil 97 % etil ester, sedang gliserol 0,29 %. Kucek *et al.* (2007) menyatakan bahwa proses etanolisis dari minyak kedelai yang dimurnikan menggunakan katalis NaOH dan KOH, rasio molar etanol : minyak (6:1 dan 12 : 1), konsentrasi katalis NaOH 0,3 % dan KOH 1 % pada suhu 30 dan 70 °C, hasil analisis menunjukkan konversi ester 97,2 % diperoleh pada kondisi rasio molar 12 : 1, suhu 70 °C, dan katalis NaOH 0,3 %, sedangkan katalis KOH 1 % pada kondisi yang sama konversi etil ester 95,6 %.

Tippayawong *et al.* (2005) mempelajari proses optimasi produksi etil ester dari minyak kedelai (FFA 1%) melalui *central composite design*, hasil analisis menunjukkan konversi etil ester 93% dicapai pada kondisi rasio molar etanol : minyak (10.5 : 1), suhu 70 °C dan konsentrasi katalis NaOH 1 %. Zhou *et al.* (2003) mempelajari pengaruh rasio molar alkohol/minyak, konsentrasi basa, dan suhu pada proses etanolisis minyak bunga matahari dan kanola. Hasil analisis menunjukkan bahwa konversi etil ester 99 % diperoleh pada kondisi rasio molar etanol/minyak 30 : 1, katalis KOH 1,4 %, suhu 23 °C dengan waktu reaksi 15 menit.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: minyak kelapa diambil dari PT. Tropica Nucifera Indonesia, bahan lain seperti

etanol, natrium hidroksida, asam klorida, dan natrium sulfat anhidrat.

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas standar yang biasa dipakai di laboratorium, selain itu juga digunakan peralatan pendukung seperti mesin pengaduk merek RW 16 basic-*IKAWERKE* (propeller stirrer), sedangkan peralatan analisis terdiri dari : *Gas Chromatography* (GC) merek Hewlett Packard 5890 series II (Kolom : RTX-5100- ; Oven : 100-2-8-280 ; *Carrier* : H₂ 40ml/menit ; injektor : 280°C, *split* 75 Kpa, injeksi: 0,5ul ; Detektor : FID (*Flame Ionitation Detector*) 290°C, *Gas Chromatography-Mass Spectroscopy* (GC-MS QP2010S Shimadzu Kolom: Rastek RXi-5MS, panjang: 30 m, diameter dalam: 0,25 mm, temperatur oven: 100 °C; Pengion: EI (*Electron Impact*) digunakan untuk mengetahui kandungan komponen organik dan massa relatif dari komponen organik (Laboratorium Kimia Organik FMIPA UGM).

PROSEDUR KERJA

Preparasi Sampel

Sintesis etil ester asam lemak minyak kelapa dilakukan dalam reaktor berpengaduk kapasitas 2 liter. Untuk mendapatkan kondisi produksi yang menghasilkan etil ester asam lemak maksimum, diterapkan perlakuan pengaruh agitasi pengaduk dan waktu reaksi terhadap etil ester asam lemak yang dihasilkan.

Pengaruh agitasi pengaduk (Jusman et al., 2013)

Kajian pengaruh agitasi pengaduk terhadap etil ester asam lemak yang terbentuk dilakukan menggunakan bahan baku minyak kelapa yang dihasilkan pada tahap penelitian sebelumnya. Komposisi reaksi etanolisis yakni rasio etanol/minyak kelapa/NaOH 1:2: 0,02. Agitasi pengaduk yang diterapkan masing-masing 200 rpm (A), 300 rpm (B), 400 rpm (C), 500 rpm (D), dan 600 rpm (E). Reaksi berlangsung di dalam reaktor berpengaduk pada suhu ruang selama 60 menit. Reaksi dihentikan dengan asam klorida 6 M, kemudian gliserol dan sisa etanol dipisahkan dalam corong pemisah. Produk reaksi bebas etanol dan gliserol dilewatkan pada natrium sulfat anhidrat untuk membebaskan air yang terikat, kemudian ditentukan etil ester asam lemak yang terbentuk menggunakan metode gas kromatografi (GC). Agitasi pengaduk yang menghasilkan etil ester asam lemak

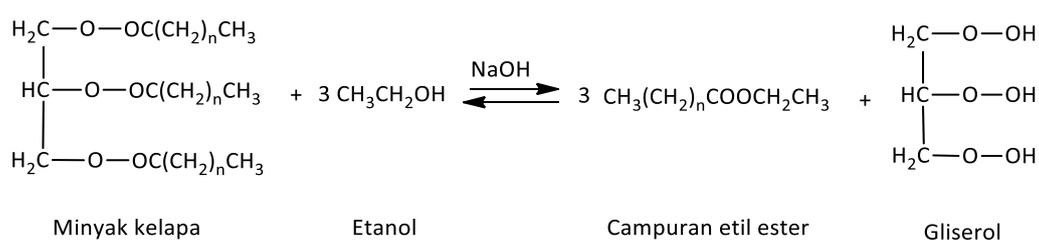
maksimum, digunakan pada penelitian tahap selanjutnya.

Pengaruh waktu reaksi

Kajian pengaruh waktu reaksi terhadap etil ester asam lemak dilakukan dengan menerapkan waktu reaksi antara 20 sampai 60 menit. Pelaksanaan reaksi mengikuti cara sebelumnya dengan menggunakan agitasi pengaduk terbaik hasil penelitian sebelumnya. Parameter yang diamati adalah sama dengan sebelumnya. Waktu reaksi yang menghasilkan etil ester asam lemak maksimum digunakan pada penelitian selanjutnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

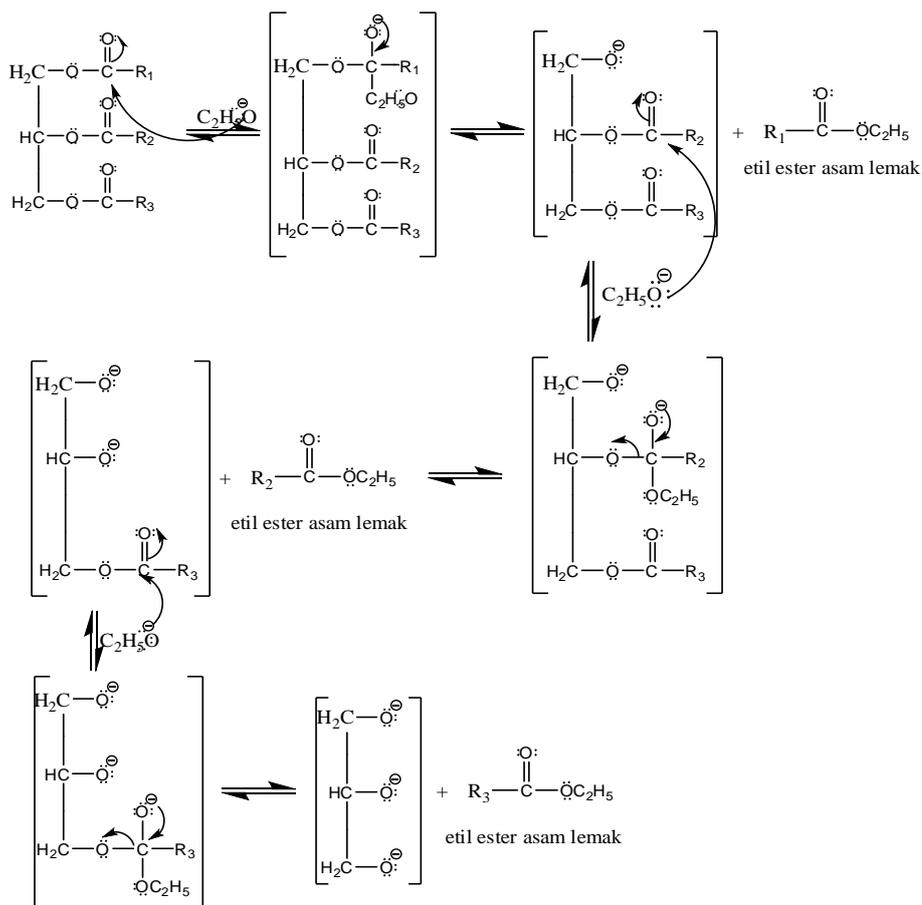
Pada penelitian ini dilakukan transesterifikasi antara minyak kelapa murni dan etanol menggunakan katalis natrium hidroksida (Gambar 3). Hasil reaksi transesterifikasi menghasilkan campuran etil ester asam lemak.



Gambar 3 Reaksi transesterifikasi minyak kelapa

Pada tahapan awal reaksi saat NaOH dilarutkan dalam etanol akan terbentuk Na-OCH₂CH₃. Di mana gugus etoksi (-OCH₂CH₃) merupakan nukleofil

kuat yang akan menyerang karbon karbonil trigliserida minyak kelapa serta merubah trigliserida menjadi campuran etil esternya (Gambar 4).



Gambar 4. Mekanisme reaksi transesterifikasi minyak kelapa dengan etanol

Proses transesterifikasi dilakukan dengan menambahkan minyak kelapa murni 100 mL ke dalam 50 mL etanol, katalis NaOH 2 gram, berlangsung selama 60 menit pada suhu ruang, dan agitasi dilakukan dengan kecepatan pengadukan 300 rpm. Adapun rendamen campuran etil ester yang dihasilkan 76,48 %. Berdasarkan hal tersebut rendahnya rendamen etil ester yang dihasilkan kemungkinan disebabkan oleh adanya air dalam etanol, serta kandungan asam lemak bebas dalam minyak. Keberadaan air akan menyebabkan terjadinya reaksi hidrolisis sehingga etil ester yang terbentuk akan terhidrolisis menjadi ion

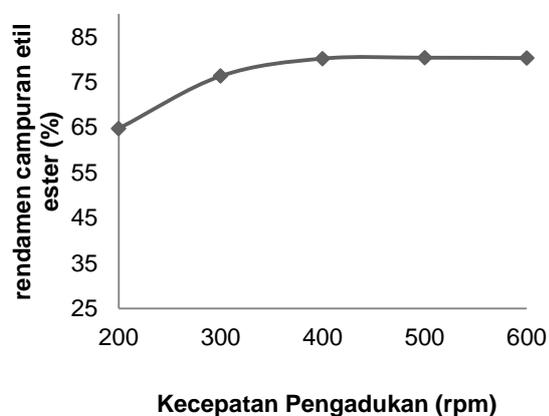
karboksilat dan etanol. Di samping itu keberadaan air dan asam lemak bebas juga menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan dari trigliserida sebelum reaksi transesterifikasi berjalan sempurna. Menurut penelitian Venkanna dan Reddy (2009) menyatakan bahwa proses penyabunan akan berpengaruh terhadap produk yang dihasilkan, di mana terjadinya pembentukan sabun akan menyebabkan pemisahan gliserol menjadi sulit dan hilangnya etil ester.

Untuk meningkatkan rendamen campuran etil ester maka tahapan penelitian selanjutnya adalah melakukan variasi pengadukan dan variasi waktu.

Rendemen etil ester yang dihasilkan kemudian dianalisis dengan gas kromatografi untuk mengetahui komposisi etil ester utamanya kandungan etil laurat. Di mana diketahui bahwa komponen terbesar dari minyak kelapa murni adalah kandungan asam laurat. Sehingga dengan mengetahui komposisi tersebut dapat dijadikan patokan untuk mengetahui kondisi optimum dari reaksi transesterifikasi.

Pengaruh variasi pengadukan terhadap rendemen campuran etil ester

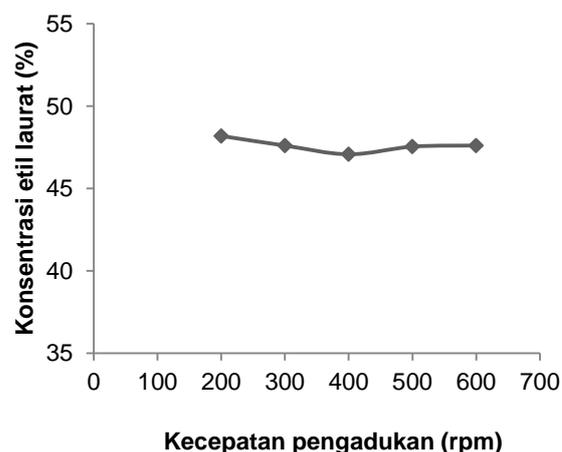
Penggunaan variasi pengadukan bertujuan untuk mendapatkan *rendemen* maksimum dari etil ester asam lemak. Di mana diterapkan pengadukan 200 sampai 600 rpm.



Gambar 5 Grafik hubungan variasi pengadukan terhadap *rendemen* etil ester.

Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen etil ester yang dihasilkan meningkat (Gambar 5). Pada kecepatan pengadukan 200 rpm rendemen yang dihasilkan 64,72 %, sedangkan pada kecepatan 300 rpm rendemen yang dihasilkan 76,28 %.

Untuk kecepatan pengadukan di atas 400 rpm rendemen etil ester yang dihasilkan cenderung stabil kisaran 80 %. Adanya variasi pengadukan menyebabkan terjadinya tumbukan antara permukaan molekul tiap reaktan sehingga produk yang dihasilkan juga semakin meningkat. Campuran etil ester yang dihasilkan dianalisis menggunakan gas kromatografi, hal ini bertujuan untuk mengetahui komposisi etil ester utamanya konsentrasi etil laurat yang ada dalam campuran etil ester tersebut.

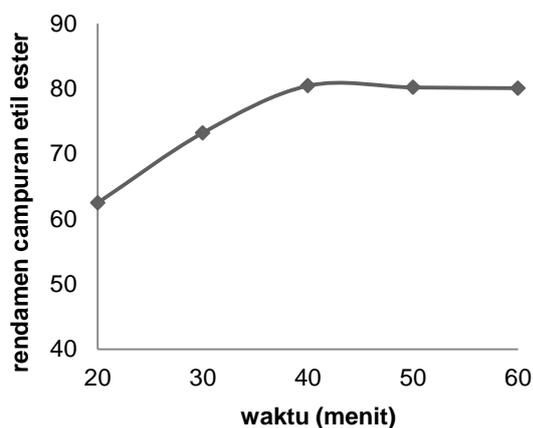


Gambar 6 Grafik hubungan variasi pengadukan terhadap komposisi etil laurat

Berdasarkan Gambar 6 hasil analisis gas kromatografi terhadap konsentrasi etil laurat untuk pengadukan 200 rpm yaitu 48,18 % menunjukkan puncak yang tertinggi, kemudian pengadukan di atas 200 rpm konsentrasi etil laurat cenderung stabil dengan konsentrasi kisaran 47 %. Hal ini berarti bahwa pengaruh pengadukan terhadap konsentrasi etil laurat tidak berpengaruh secara signifikan.

Pengaruh variasi waktu terhadap rendemen campuran etil ester

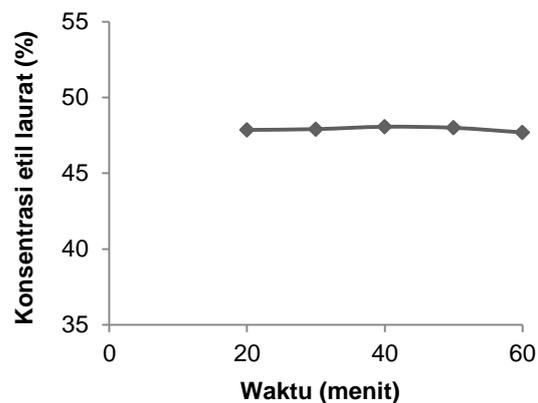
Penggunaan variasi waktu bertujuan untuk mendapatkan rendemen maksimum dari campuran etil ester asam lemak. Dengan variasi waktu 20 menit sampai 60 menit.



Gambar 7 Grafik hubungan variasi waktu terhadap rendemen etil ester

Berdasarkan Gambar 7 menunjukkan bahwa pengaruh variasi waktu terhadap rendemen campuran etil ester yang dihasilkan meningkat seiring dengan waktu reaksi, namun demikian tingkat kesetimbangan waktu reaksi dalam suatu sistem reaksi memiliki batasan kesetimbangan sehingga etil ester yang terbentuk akan menurun. Hal ini dimungkinkan karena adanya pengaruh katalis NaOH yang bereaksi dengan asam lemak pada minyak kelapa mempengaruhi pembentukan gliserol sehingga terjadi reaksi saponifikasi dan kemungkinan terjadi reaksi hidrolisis kembali etil ester menjadi asam lemaknya. Hasil transesterifikasi campuran etil ester dianalisis dengan gas kromatografi untuk

mengetahui konsentrasi etil laurat yang terkandung dalam campuran etil ester.

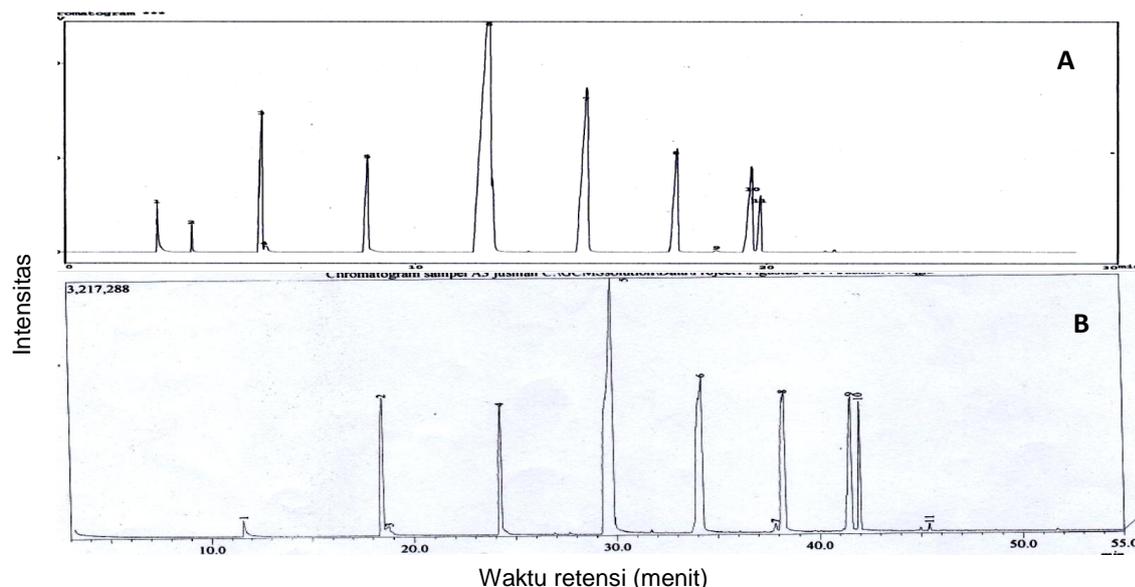


Gambar 8 Grafik hubungan variasi waktu terhadap konsentrasi etil laurat.

Berdasarkan Gambar 8 menunjukkan bahwa konsentrasi etil laurat tertinggi 48,05 % pada variasi waktu 40 menit, sedangkan konsentrasi etil laurat terendah pada variasi waktu 60 menit yaitu 47,7 %. Hal ini berarti bahwa perlakuan variasi waktu dalam proses transesterifikasi etil ester tidak terlalu berpengaruh secara signifikan terhadap konsentrasi etil laurat.

Hasil analisis etil ester dengan GC dan GC-MS

Hasil transesterifikasi berupa campuran etil ester dianalisis dengan GC dan GC-MS, sehingga diharapkan dapat diketahui jenis ester asam lemak yang terdapat dalam campuran etil ester tersebut. Berdasarkan hasil analisis menggunakan GC dan GC-MS dapat diketahui bahwa terdapat 11 puncak yang teridentifikasi sebagai campuran etil ester (Gambar 9).



Gambar 9 Kromatogram GC (A) dan GC-MS (B) hasil transesterifikasi etil ester

Hal ini berarti bahwa campuran etil ester yang dihasilkan terdapat 11 senyawa, yang terdeteksi sebagai senyawa etil ester ada 9 puncak dan 2

puncak sebagai asam lemak minyak kelapa. Senyawa-senyawa tersebut berdasarkan data NIST (*National Institute Standard Technology*) dan *Wiley Library*.

Tabel 1 Hasil interpretasi kromatogram spektra massa GC-MS

Puncak	Waktu retensi menit	% relatif	Senyawa	BM	%SI
1	11,618	0,75	Etil kaproat	144	95
2	18,502	8,37	Etil kaprilat	172	94
3	18,792	0,51	Asam kaprilat	144	94
4	24,304	7,42	Etil kaprat	200	94
5	29,867	36,09	Etil laurat	228	95
6	34,254	18,96	Etil miristat	256	93
7	37,846	0,39	Asam palmitat	256	93
8	38,292	11,58	Etil palmitat	284	94
9	41,606	10,14	Etil oleat	310	92
10	42,025	5,60	Etil stearat	312	94
11	45,406	0,20	Etil palmitat	284	94

Keterangan : % SI=% kemiripan senyawa berdasarkan data NIST

KESIMPULAN

Berdasarkan uraian dari hasil dan pembahasan penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa sintesis etil ester melalui proses transesterifikasi berlangsung pada kondisi rasio minyak

kelapa/etanol/NaOH perbandingan 1 : 2 : 0,02 (100 mL : 50 mL : 2 gram) pada agitasi pengadukan 300 rpm, rendemen etil ester yang dihasilkan 76,48 %. Konsentrasi etil ester yang dihasilkan melalui variasi pengadukan di atas 300

rpm, dan waktu reaksi di atas 30 menit menghasilkan rendemen etil ester dengan kisaran 80 %. Hasil analisis menggunakan GC dan GC-MS dapat diketahui bahwa terdapat 11 puncak yang teridentifikasi sebagai campuran etil ester.

DAFTAR PUSTAKA

- Cernoch, M., Hajek, M., Skopal, F. (2010). Ethanolysis of Rapeseed Oil : Distribution of Ethyl Ester, Glycerides, and Glycerol Between Ester and Glycerol Phases. *Bioresour. Technol.*, 10: 2071-2075.
- Darnoko, D., M. Cheryan. (2000). Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor, *J. Am. Oil Chem. Soc.* 77: 1263–1267.
- Freedman, B., E.H. Pryde, T.L Mounts. (1984). Variables affecting the yield of fatty esters from transesterified vegetable oils, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 61(10): 1638–1643.
- Freedman, B., R.O Butterfield, E.H. Pryde. (1986). Transesterification kinetics of soybean oil, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 63 (10): 1375–1380.
- Fukuda, H., Kondo, A., & Noda, H. (2001). Biodiesel fuel production by transesterification of oils. *Journal of bioscience and bioengineering*, 92(5), 405-416.
- Jusman, Setiaji, B., Triyonob, Syoufian, A. (2013). Fractionation Of Medium Chain Fatty Acid Ethyl Esters From Virgin Coconut Oil Via Transesterification and Distillation Under Reduced Pressure. *International Journal of Basic & Applied Sciences IJBAS-IJENS.* 13(1): 60-64.
- Kucek, KT., A. Maria., Oliveira, F.C., M. Wilhelm H., Ramos, L P. (2007). Ethanolysis of Refined Soybean Oil Assisted by Sodium and Potassium Hydroxides. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 84: 385-392.
- Meneghetti, S.M.P., Meneghetti, M.R., Wolf, C.R., Silva, E.C., Coimbra, M.de A., Carvalho, H.V. (2006). Ethanolysis of Castor and Cottonseed Oil : A Systematic Study Using Classical Catalysts *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 83: 819-822.
- Schuchardt, U., Sercheli, R., Vargas, R.M. (1998). Transesterification of vegetable oils: a review. *J. Braz. Chem. Soc.*, 9: 199–210.
- Tippayawong, N., Kongjareon, E., Jompakdee, W. (2005). Ethanolysis of Soybean Oil Into Biodiesel : Process Optimization Via Central Composite Design, *J. Mech. Sci. Technol.*, 10 (19): 1902-1909.
- Venkanna, BK., Reddy, C V. (2009). Biodiesel production and optimization from *Calophyllum inophyllum* linn oil (honne oil)--a three stage method. *Bioresource Technology.* 100(21): 5122-5125.
- Zhou, W., Konar, S. K., Boocock, G. B. (2003). Ethyl esters from the single-phase base - catalyzed ethanolysis of vegetable oils. *J. Am. Oil Cem. Soc.* 80(4):367–371.