



# Pengaruh Jenis Alkohol dalam Trans-Esterifikasi Minyak Sawit (CPO) dengan Katalis Heterogen CaO-MgO

Aman Santoso<sup>1,\*</sup>, M Rizky<sup>1</sup>, Sumari Sumari<sup>1</sup>, Anugrah Ricky Wijaya<sup>1</sup>, Rini Retnosari<sup>1</sup>, Muhammad Roy Asrori<sup>1</sup>

<sup>1</sup>)Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang

Jl. Semarang No. 5, Malang, 65145, Telp: (0341) 3301130, Fax: (0341)551921

<sup>\*</sup>) Penulis korespondensi : [aman.santoso.fmipa@um.ac.id](mailto:aman.santoso.fmipa@um.ac.id)

## Abstract

*Effect of various alcohols in Trans-Esterification of Palm Oil (CPO) with CaO-MgO Catalyst.* The purpose of this research is the synthesis of alkyl esters from CPO through transesterification reaction using catalyst CaO-MgO. This experimental laboratory research through stages: (1) CPO refinement, (2) determination of CPO free fatty acid numbers, (3) activation of CaO-MgO catalysts, (5) synthesis of alkyl esters from CPO with alcohol (methanol and ethanol), (6) identification of the components of synthesized alkyl ester using GC-MS, characterization of alkyl esters including density, viscosity, refractive index and acid number test. The results showed that (1) alkyl esters can be synthesized from CPO through the transesterification reaction with methanol and CaO-MgO catalysts with a yield of 85.72%, while the transformation of ethanol is difficult to form ethyl ether (2) the character of methyl ester: density 0.86 g/mL, viscosity 3.23 cSt, refractive index 1.44819, and acid number 0.747 mg KOH/g methyl ester, (3) the main component of the synthesized alkyl ester contains 1.20% methyl myristic compound, methyl palmitate 40.637% methyl linoleate 9.332%, methyl 7-octadecenoate 42.986%, and methyl stearate 4.427%.

**Keywords:** CPO; CaO-MgO catalysts; transesterification

## Abstrak

Alkohol yang sering digunakan dalam reaksi transesterifikasi adalah metanol, namun bersifat toksik, sehingga perlu alternatif alkohol lain. Tujuan penelitian ini mensintesis alkil ester dari CPO melalui reaksi transesterifikasi menggunakan katalis CaO-MgO dengan jenis alkohol yang berbeda. Penelitian eksperimental laboratoris ini melalui tahapan: (1) rafinasi CPO, (2) penentuan karakter CPO, (3) penentuan angka asam lemak bebas CPO, (4) aktivasi katalis CaO-MgO, (5) sintesis alkil ester dari CPO dengan alkohol (metanol dan etanol), (6) identifikasi komponen senyawa penyusun dengan GC-MS, serta karakterisasi meliputi massa jenis, viskositas, indeks bias dan uji angka asam. Hasil penelitian menunjukkan (1) alkil ester hasil transesterifikasi CPO dengan metanol dan katalis CaO-MgO diperoleh rendemen 85,72 %, sedangkan transesterifikasi dengan etanol sulit terbentuk etil ester (2) karakter metil ester hasil sintesis memiliki massa jenis 0,86 g/mL, viskositas 3,23 cSt, indeks bias 1,44819, dan angka asam 0,747 mg KOH/g metil ester, (3) komponen utama alkil ester hasil sintesis adalah metil miristat 1,200%, metil palmitat 40,637%, metil linoleat 9,323%, metil 7-oktadekenoat 42,986%, dan metil stearat 4,427%.

**Kata kunci:** alkil ester; Crude palm oil (CPO); katalis CaO-MgO; transesterifikasi

## PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil *Crude Palm Oil* (CPO) terbesar di dunia. CPO di Indonesia banyak digunakan dalam

pembuatan produk makanan, kosmetik, dan obat-obatan. Karena kelimpahannya di Indonesia, tidak sedikit pula dijumpai CPO kualitas rendah yang tidak memungkinkan dibuat produk-produk berkualitas

tinggi, maka perlu adanya diversifikasi produk lain yang memungkinkan dapat dibuat dengan bahan CPO berkualitas rendah (Ulfayana dkk., 2014). Telah banyak dikembangkan penelitian sintesis alkil ester dari CPO, yang dikenal sebagai biodiesel (Kusyanto and Hasmara, 2017). Biodiesel ini dimanfaatkan sebagai pengganti bahan bakar fosil solar. Minyak nabati merupakan sumber energi terbarukan dan memiliki kadar energi yang mirip dengan minyak diesel yaitu solar yang tidak dapat diperbarui. Oleh karena itu, peralihan ke sumber energi alternatif terbarukan menjadi suatu keharusan (Huang dkk., 2012).

Biodiesel mempunyai beberapa kelebihan, yaitu ramah lingkungan, hampir tidak mengandung belerang, rendahnya emisi CO, SO<sub>2</sub>, HC, dan asap pembakaran (Gashaw dkk., 2015; Rosmawaty dkk., 2015). Penggunaan alkil ester sebagai pengganti solar begitu sangat prospektif dalam rangka menciptakan kondisi ramah lingkungan. Senyawa alkil ester (biodiesel) ini dihasilkan dari reaksi minyak atau asam karboksilat dengan alkohol yang disertai katalis. Katalis mempunyai peran sebagai mempercepat laju reaksi suatu reaksi serta mengurangi energi aktivasi dalam suatu reaksi kimia. Proses pembuatan alkil ester tersebut dikenal sebagai proses transesterifikasi, yaitu mengubah gugus asam lemak menjadi suatu ester yang dapat menggantikan solar. Pada umumnya katalis yang digunakan dalam transesterifikasi adalah katalis homogen, seperti NaOH atau KOH. Katalis homogen dalam sintesis biodiesel memiliki kelemahan yaitu kesulitan pemisahan hasil dan tidak dapat digunakan kembali, sehingga akhir-akhir ini katalis heterogen mulai menjadi perhatian.

Katalis heterogen yang sering digunakan peneliti dalam proses transesterifikasi umumnya berupa oksida logam golongan alkali (Li, Na, K, Rb, Cs) dan golongan alkali tanah (Mg, Ca, Sr, Ba) dalam bentuk oksida seperti CaO. Sebagai contoh, katalis heterogen CaO-MgO ini mempunyai banyak keuntungan, yaitu aktivitas yang tinggi, kondisi reaksi rendah, masa hidup katalis panjang, mudah dipisahkan dan dapat digunakan kembali, serta harga relatif murah (Suryandari dkk., 2013). Keuntungan lain dari penggunaan katalis heterogen yaitu karena harganya murah, mudah didapat, dan tidak terlalu beracun (Lee dkk., 2009; Mohamed dkk., 2015). Hal ini dapat dijadikan acuan dalam penggunaan katalis heterogen dalam proses transesterifikasi (Lee et al., 2014; Leung et al., 2010).

Transesterifikasi atau bisa disebut juga alkoholisis, yaitu penggantian alkohol dari ester oleh alkohol lain dengan bantuan katalis asam atau basa menjadi bentuk ester baru dan produk samping berupa gliserol (Musta et al., 2017). Alkohol bertindak sebagai pereaksi yang akan mengubah suatu ester gliserida menjadi ester lain (Mata and Martins, 2010). Alkohol yang umumnya sering dipakai dalam proses transesterifikasi yaitu metanol, karena harganya yang relatif lebih murah serta paling reaktif dibandingkan

jenis alkohol lainnya. Namun seperti diketahui bahwa sifat toksik yang dimiliki metanol yang cukup tinggi, maka diperlukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan kualitas alkil ester yang lebih baik lagi. Pada penelitian ini akan dicari tahu pengaruh penggunaan jenis alkohol dalam sintesis alkil ester, dimana alkohol yang divariasikan adalah metanol dan etanol.

Berdasarkan uraian sebelumnya, peneliti menekankan pentingnya kebutuhan alkil ester sebagai biodiesel yang terus meningkat setiap tahun. Karakter alkil ester terbaik sangat diperlukan dalam pengembangan biodiesel, sehingga perlu diteliti pengaruh jenis alkohol terhadap kualitas biodiesel. Tujuan penelitian ini adalah sintesis alkil ester dari CPO melalui reaksi transesterifikasi menggunakan katalis heterogen CaO-MgO, dan menentukan karakter alkil ester hasil sintesis dari CPO melalui reaksi transesterifikasi dengan metanol atau etanol berdasarkan standar SNI 04-7182-2006 (BSN, 2006). Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan dampak baik pada proses produksi biodiesel di Indonesia.

## METODE PENELITIAN

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia Universitas Negeri Malang. Identifikasi dan karakterisasi hasil sebagian dilakukan di Laboratorium unit layanan pengujian Farmasi UNAIR.

### Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah: termometer 110°C, corong pisah, neraca analitik AND HF-300 0,01g, gelas eluen, Erlenmayer 100 mL, gelas Beaker 100 mL, gelas Beaker 1000 ml, gelas ukur 5 mL, stopwatch, cawan penguapan, desikator, kertas indikator universal, furnace, sentrifuge H-103n Kokusan, pengaduk magnet, seperangkat alat refluks, pengaduk mekanik CH-47 merk EYELA, hot plate HP-30s merk Shimadzu, seperangkat alat GC-MS Shimadzu QP-2010 CH-47 EYELA, viskosimeter Ostwald, refraktometer Abbe.

Sedangkan bahan-bahan yang digunakan adalah CPO, metanol p.a., etanol p.a., serbuk CaO p.a., serbuk MgO p.a., KOH p.a., asam oksalat p.a., akuades, indikator fenofalein.

### Rafinasi CPO

CPO didapat dari sebuah pabrik sekitar Kota Surabaya. Tahap awal dilakukan pemurnian minyak sawit dengan suatu zeolit lokal dari daerah Malang selatan dengan perbandingan berat 20% dari berat CPO. Pemurnian ini dilakukan pada suhu 120-150 °C selama 4 jam disertai pengadukan 800 rpm. Setelah 4 jam pengadukan dan pemanasan dihentikan. Selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan putar 3000 rpm selama 20 menit. Lalu, minyak hasil sentrifugasi dipindahkan ke dalam gelas ukur 500 mL.

### Aktivasi Katalis CaO dan MgO

CaO sebanyak 30,00 g dan MgO sebanyak 30,00 g diaktivasi dengan cara kalsinasi dalam *furnace* selama 2 jam pada suhu 600°C untuk mengaktifkan sisi aktif katalisnya. Katalis CaO dan MgO yang sudah diaktifkan kemudian dicampur dengan perbandingan berat 1:1. Campuran katalis tersebut dipergunakan sebagai katalis dalam sintesis metil ester.

### Sintesis Alkil Ester dari CPO dengan alkohol dan Katalis CaO-MgO melalui Reaksi Transesterifikasi

Sampel CPO sebanyak 50,00g dimasukkan ke dalam labu leher tiga. CPO tersebut dipanaskan hingga suhunya mencapai titik didih alkohol yang digunakan, yakni untuk metanol 64-65°C dan etanol 78-79°C. Setelah suhu CPO mencapai suhu didih alkohol yang digunakan, ditambahkan alkohol dalam CPO tersebut dengan perbandingan mol metanol:CPO (10:1), kemudian ditambahkan campuran katalis CaO-MgO dengan konsentrasi sebesar 5% dari berat sampel CPO yang digunakan. Campuran dipanaskan dengan suhu konstan yaitu pada titik didih alkohol yang digunakan dan disertai pengadukan dengan magnet *stirer*. Setelah proses reaksi dihentikan, campuran sintesis disentrifuge selama 20 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Campuran yang telah disentrifugasi dituang ke dalam corong pisah dan dibiarkan ± 24 jam, hingga diperoleh dua lapisan. Lapisan atas merupakan alkil ester yang diinginkan, sedangkan lapisan bawah adalah gliserol atau fasa polar. Lapisan alkil ester dipisahkan dan dicuci dengan air hangat guna menghilangkan sisa katalis yang masih ada pada alkil ester tersebut. Air cucian diuji dengan indikator universal hingga didapat pH netral. Setelah itu, dilakukan pemanasan untuk menghilangkan sisa air yang masih ada dalam hasil sintesis. Perhitungan rendemennya melalui rumus (1) sebagai berikut.

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{berat hasil sintesis}}{\text{berat hasil teoritis}} \times 100\% \quad (1)$$

### Karakterisasi CPO Hasil Rafinasi dan Alkil Ester Hasil Sintesis

#### Massa jenis

Dalam penentuan massa jenis digunakan alat piknometer dengan volume 25 mL. Alkil ester dituang dalam piknometer hingga penuh dan tidak boleh ada gelembung. Kemudian ditimbang beratnya lalu dikurangi berat labu piknometer kosong. Untuk perhitungan massa jenis digunakan rumus (2)

$$\text{massa jenis } (\rho) = \frac{m_1 - m_2}{v} \quad (2)$$

Keterangan:

$m_1$  = berat piknometer 25 mL kosong

$m_2$  = berat piknometer 25 mL + CPO

$v$  = volume CPO

#### Viskositas

Dalam penentuan viskositas alkil ester dilakukan dengan memasukan sampel pada tabug viskosimeter *Ostwald* yang besar, dan dihisap hingga melewati kedua tanda batas. Selanjutnya, dicatat waktu yang diperlukan dari tanda tera atas hingga tanda tera bawah. Lalu, dibandingkan waktu yang diperlukan alkil ester dengan aquades dan dihitung menggunakan rumus (3).

$$\frac{\eta_{air}}{\eta_{sampel}} = \frac{\rho_{air} \times t_{air}}{\rho_{sampel} \times t_{sampel}} \quad (3)$$

dengan:

$\eta$  = viskositas (cSt)

$\rho$  = massa jenis (g/mL)

$t$  = waktu (s)

#### Indeks bias

Digunakan alat refraktometer Abbe dengan meneteskan CPO di permukaan kaca preparat yang telah dibersihkan sebelumnya dengan etanol. Pembacaan indeks bias dilakukan pada saat garis pisah terang gelap berada tepat pada silang dari lensa pengamatan. Dilakukan pada suhu 26°C, dicatat suhu dan skala pada refraktometer. Untuk perhitungan digunakan rumus (4).

$$n = n' + k(T' - T) \quad (4)$$

dengan:

$n$  = nilai indeks bias pada suhu 25°C

$n'$  = nilai indeks bias pada suhu pengamatan

$k$  = faktor koreksi (0,00045)

$T'$  = suhu pada saat pengamatan

$T$  = suhu 25°C

#### Angka asam

Untuk uji angka asam dilakukan dengan menimbang 1,00 g CPO, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmayer 100 mL dan ditambahkan 5,00 mL alkohol. Dipanaskan dalam penangas air mendidih selama 10 menit. Ditambah indikator pp dan selanjutnya dititrasi dengan KOH 0,1N (yang sudah dibakukan dengan asam oksalat) hingga terbentuk warna merah muda. Untuk menentukan angka asam digunakan rumus (5):

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times N \times V}{m} \quad (5)$$

dengan:

$N$  = normalitas KOH (N)

$V$  = volume KOH yang diperlukan (mL)

$m$  = massa sampel (g)

56,11 = Berat ekuivalen KOH

### Identifikasi Komponen Senyawa Metil Ester Hasil Sintesis dengan GC-MS

Identifikasi dengan GC-MS sangat berperan besar karena hasil dari GC-MS dapat menggambarkan komponen-komponen pembentuk suatu senyawa. Prinsip dari GC-MS yaitu menguapkan sampel kurang lebih 5 mikrogram yang kemudian ditembak elektron. Tembakan elektron akan memecah senyawa dalam

bentuk fragmen-fragmen. Hasil perekaman GC-MS adalah suatu spektrum massa yang dapat dinyatakan dengan grafik batang. Dari spektrum yang dihasilkan, maka dapat diketahui komponen-komponen penyusun alkil ester.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Rafinasi dan Karakterisasi CPO

Pemurnian CPO bertujuan untuk mendapatkan kemurnian CPO sehingga layak untuk dilakukan proses transesterifikasi, proses tersebut dikenal dengan proses rafinasi. Sebanyak 300,00 gram CPO dilakukan pengadukan dengan penambahan zeolite sebanyak 20% b/b dengan suhu 150°C didapatkan CPO sebanyak 241,15 gram yaitu dengan rendemen 80,38%. Kenampakan fisik CPO sebelum rafinasi dapat dilihat pada Gambar 1a., untuk kenampakan fisik CPO sesudah rafinasi dapat dilihat pada Gambar 1b.



**Gambar 1.a.** CPO Sebelum rafinasi



**Gambar 1.b.** CPO setelah dirafinasi

Seperti terlihat pada Gambar 1, terlihat perubahan warna yang sangat signifikan dari orange tua menjadi kuning bening. Selanjutnya CPO hasil rafinasi dikarakterisasi meliputi viskositas, massa jenis, indeks bias, hingga angka asam. Hasil karakterisasi CPO sesudah rafinasi dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Karakteristik CPO Hasil Rafinasi

Parameter	Nilai
Massa jenis (g/mL)	0,92
Viskositas (cSt)	46,843
Indeks bias	1,46539
Angka asam (mg KOH/g CPO)	1,79

Seperti terlihat pada Tabel 1 melalui rafinasi tidak mempengaruhi viskositas, dimana viskositas CPO masih sangat tinggi yaitu sebesar 46,843 cSt, dengan massa jenis yaitu 0,92 g/mL. Untuk nilai indeks bias sebesar 1,4659 dan angka asam sebesar 1,79 mg KOH/g CPO. Selanjutnya juga perlu dilakukan perhitungan kadar asam lemak bebas (ALB) dari CPO untuk dapat menentukan metode yang cocok untuk sintesis (Santoso et al., 2019).

### Penentuan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB) CPO

Penentuan kadar asam lemak bebas perlu dilakukan untuk mengetahui metode mana yang cocok untuk mensintesis ester. Jika nilai asam lemak bebas lebih tinggi dari 2,5% maka perlu dilakukan proses esterifikasi terlebih dahulu, dan jika kadar asam lemak bebas dibawah 2,5% dapat langsung dilakukan proses transesterifikasi (Leung et al., 2010). Hal tersebut perlu di perhatikan mengingat proses transesterifikasi menggunakan katalis basa, jika ALB masih tinggi di khawatirkan terjadi pembentukan sabun. Kadar asam lemak bebas CPO tercantum pada Tabel 2.

**Tabel 2.** Kadar Asam Lemak Bebas (ALB) CPO

Titration ke-	Berat sampel (g)	Volume KOH (mL)	ALB(%)
1	1,01	0,50	1,14
2	1,02	0,55	1,24
Rata-rata			1,19

Seperti terlihat pada Tabel 2., menunjukkan kadar ALB dari CPO yaitu rata-rata sebesar 1,21 %. Nilai tersebut masih dibawah 2,5% maka dapat dilakukan proses transesterifikasi langsung.

### Aktivasi Katalis

Katalis yang dipergunakan pada penelitian ini yaitu katalis heterogen yang terdiri dari CaO dan MgO. Sebelum dipergunakan, katalis ini perlu diaktifkan terlebih dahulu dalam furnace pada suhu 600°C selama 5 jam. Berikut merupakan kenampakan fisik CaO dan MgO pada Gambar 2.



**Gambar 2.a.** Kalsium oksida (CaO)



**Gambar 2.b.** Magnesium oksida (MgO)

Seperti terlihat pada Gambar 2 merupakan kenampakan fisik dari katalis CaO dan MgO hasil furnace bentuk sebuk dengan warna putih. Dengan pemanasan sampai suhu 600°C dalam furnace selama 5 jam, akan menghilangkan kadar dan mengakibatkan terbukanya pori-pori katalis. Juga telah dilaporkan oleh Mukminin 2019, Prasetyo 2011 dan Goli dan Sahu 2018 pemanasan CaO meningkatkan luas pori dan aktifitas katalis, (Mukminin et al., 2019), (Goli and Sahu, 2018). Sehingga peningkatan aktivitas katalis heterogen berdampak pada laju reaksi transesterifikasi (Prastyo dkk., 2011).

### Sintesis Alkil Ester dari CPO dengan Katalis heterogen CaO-MgO

Sintesis alkil ester melalui reaksi transesterifikasi dengan methanol menggunakan katalis homogen umumnya berlangsung sekitar selama 2-3 jam. Proses reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen disarankan dilakukan lebih dari 2 jam seperti telah dilakukan (Nurhayati dkk., 2014) menganjurkan transesterifikasi dengan katalis CaO-MgO (1:1) minimal selama 3 jam. Hal ini disebabkan sifat kebasahan katalis oksida alkali lebih kuat dari pada oksida alkali tanah pada golongan dua dalam sistem periodik. Hasil trans-esterifikasi methanol-CPO dengan katalis heterogen setelah didiamkan membentuk dua lapisan seperti Gambar 3.



**Gambar 3.** Hasil trans-esterifikasi dengan metanol

Seperti terlihat pada Gambar 3., dihasilkan dua lapisan, bagian atas lapisan organik dan lapisan bawah fasa polar gliserol yang mengandung air. Selanjutnya lapisan atas diisolasi dan dicuci dengan air hangat hingga netral. Kemudian sisa air yang terjerap diuapkan dan dikeringkan dengan *drying agent* diperoleh cairan warna kuning jernih seperti tampak pada Gambar 4, dan lapisan bawah gliserol.



**Gambar 4.a.** Metil ester hasil sintesis



**Gambar 4.b.** Gliserol hasil samping trans-esterifikasi Hasil transesterifikasi 40 gram minyak sawit dengan metanol dikatalis CaO-MgO dihasilkan campuran metil ester sebesar 33,27 gram dengan rendemen 85,72 %.

Kriteria yang paling sederhana dalam transesterifikasi adalah terbentuknya dua lapisan, dimana campuran alkil ester berada dibagian atas dan gliserol pada lapisan bawah. Pada sintesis alkil ester dengan menggunakan etanol dengan katalis CaO-MgO, belum terbentuk dua lapisan, hasilnya seperti tampak pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Hasil transesterifikasi dengan etanol

Sintesis alkil ester dengan etanol dilakukan beberapa kali dengan variasi waktu 3-5 jam, dan hasilnya masih sama, membentuk dua lapisan namun demikian kedua lapisan warnanya kuning muda, bagian atas sifatnya larut campuran dengan air dan bagian bawah sebagai lapisan organik yang tidak larut dalam air. Uji viskositas lapisan organik masih mirip dengan CPO. Terbentuknya alkil ester pada reaksi tran-esterifikasi akan terjadi penurunan yang signifikan viskositasnya, dikarenakan terjadinya dari dari etanol. Sehingga dapat disimpulkan transesterifikasi dengan etanol tidak berlangsung sempurna. Pada penelitian ini, alkil ester dengan etanol belum terbentuk maka selanjutnya karakterisasi hanya dilakukan pada alkil ester dengan metanol.

### Karakterisasi Alkil Ester Hasil Sintesis

#### Massa jenis

Massa jenis merupakan massa per satuan volume tertentu, jadi dapat diketahui dengan mencari nilai massa kemudian membaginya dengan nilai volume. Berdasarkan hasil pengukuran massa jenis alkil ester (biodiesel) hasil sintesis sebesar 0,86 g/mL, terjadi penurunan dari masa jenis CPO yang sebesar 0,92 g/mL. Penurunan nilai massa jenis pada biodiesel dikarenakan gaya antar molekul yang lebih lemah dari CPO. Hal ini menyebabkan dalam volume yang sama jumlah molekul alkil ester lebih sedikit daripada CPO.

#### Viskositas

Viskositas menyatakan kekentalan suatu cairan atau kecepatan alir suatu cairan. Besaran viskositas hasil pengukuran dipengaruhi komponen penyusun zat cair yang diuji dan nilai viskositas mempengaruhi pembakaran biodiesel (Rosmawaty dkk., 2015). Nilai viskositas alkil ester (biodiesel) hasil sintesis adalah reratanya 3,23 cSt, Dibandingkan nilai viskositas dari CPO sebagai bahan awal sebesar 46,843 cSt, artinya telah terjadi penurunan viskositas lebih dari 100%. Berdasarkan viskositasnya menunjukkan telah terjadi perubahan atau ketidaksamaan senyawa antara bahan awal (reaktan) dengan produknya yakni yang diduga sebagai metil ester asam lemak. Viskositas alkil ester lebih kecil daripada CPO sehingga memudahkan pembakaran.

### Indeks bias

Indeks bias merupakan perbandingan antara cepat rambat cahaya dalam ruang hampa dengan cepat rambat cahaya dalam medium tertentu. Cepat rambat cahaya dalam medium lebih kecil daripada cepat rambat dalam ruang hampa karena adanya redaman osilasi dari atom-atom dalam medium. Data hasil pengujian indeks bias pada senyawa hasil sintesis yaitu alkil ester sebesar 1,44819. Nilai indeks bias alkil ester berbeda dengan indeks bias CPO yaitu 1,46539. Dapat disimpulkan alkil ester hasil sintesis telah berubah bentuk dari CPO. Perbedaan indeks bias ini mengindikasikan adanya perbedaan struktur molekul. Kerapatan alkil ester lebih rendah dibanding kerapatan CPO atau triasilgliserida. Dengan kerapatan yang lebih rendah, maka cahaya lebih mudah menembus struktur alkil ester daripada CPO (Santoso et al., 2018b).

### Angka asam

Angka asam menunjukkan jumlah miligram KOH yang diperlukan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram minyak atau lemak. Maka jika semakin tinggi angka asam maka, makin banyak kandungan asam lemak bebas dari suatu zat. Didalam karakter biodiesel, semakin tinggi kandungan asam lemak bebas akan berakibat korosif pada mesin diesel. Hasil pengukuran angka asam pada senyawa hasil sintesis dari alkil ester adalah 0,747 mg KOH/g alkil ester. Angka asam semakin menurun karena banyaknya asam lemak bebas dalam CPO yang telah teresterifikasi menjadi ester baru, sehingga kadar asamnya semakin berkurang (Nurhayati et al., 2014). Dapat disimpulkan alkil ester hasil sintesis telah berubah dari CPO.

Karakter alkil ester hasil sintesis tersebut kemudian dibandingkan dengan karakter bahan bakar nabati biodiesel SNI 7182:2015. Perbandingan ini dilakukan untuk menentukan alkil ester hasil sintesis apakah dapat berpotensi sebagai biodiesel. Perbandingan karakter alkil ester hasil sintesis dari CPO dan biodiesel SNI yang tercantum pada Tabel 3 (Aisyah et al., 2018).

**Tabel 3.** Karakteristik Alkil Ester Hasil Sintesis dari CPO dan SNI biodiesel

No	Parameter	Alkil Ester dengan metanol	Alkil Ester dengan etanol
1	Massa jenis (g/mL)	0,86	0,904
2	Viskositas (cSt)	3,23	34,64
3	Indeks bias	1,44819	1,46490
4	Angka asam (mg KOH/g metil ester)	0,747	1,61

Seperti terlihat pada Tabel 3 menunjukkan karakter alkil ester dengan metanol sudah memenuhi standart biodiesel atau berpotensi sebagai biodiesel. Namun untuk alkil ester dengan etanol belum memenuhi standart biodiesel dan dianggap masih berbentuk CPO karena reaksi yang kurang sempurna.

### Identifikasi Komponen Senyawa Penyusun Metil Ester dengan GC-MS

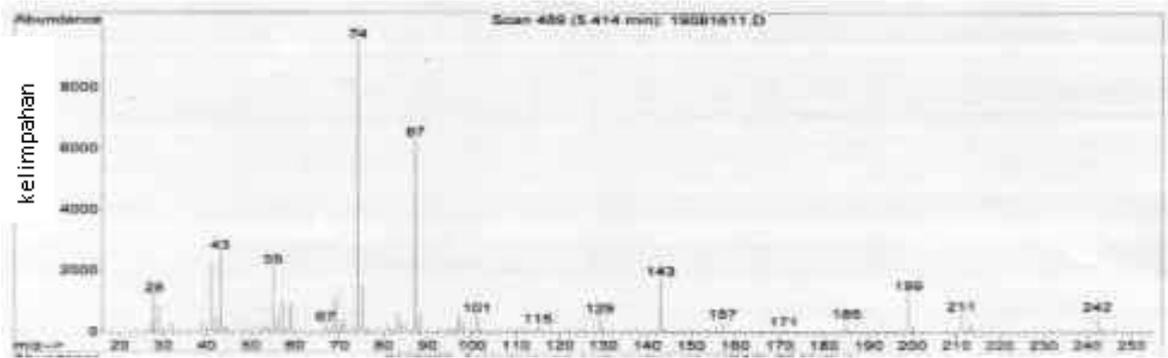
Pengujian GC-MS dilakukan untuk dapat menentukan komponen senyawa pembentuk alkil ester. Dalam penelitian ini pengujian GC-MS hanya dilakukan pada senyawa hasil sintesis dengan metanol yang diyakini telah berubah bentuk dari trigliserida menjadi alkilester asam lemak. Identifikasi berdasarkan puncak-puncak kromatogram yang muncul dari kromatogram GC-MS metil ester hasil, menunjukkan terdapat 11 puncak. Senyawa penyusun campuran alkil ester dengan waktu retensi masing-masing. Hal tersebut diketahui dari 11 puncak yang muncul pada kromatogram. Waktu retensi 11 senyawa alkil ester hasil sintesis tertera pada Tabel 8.

**Tabel 8.** Waktu Retensi dan Luas Area Senyawa Alkil Ester Hasil Sintesis

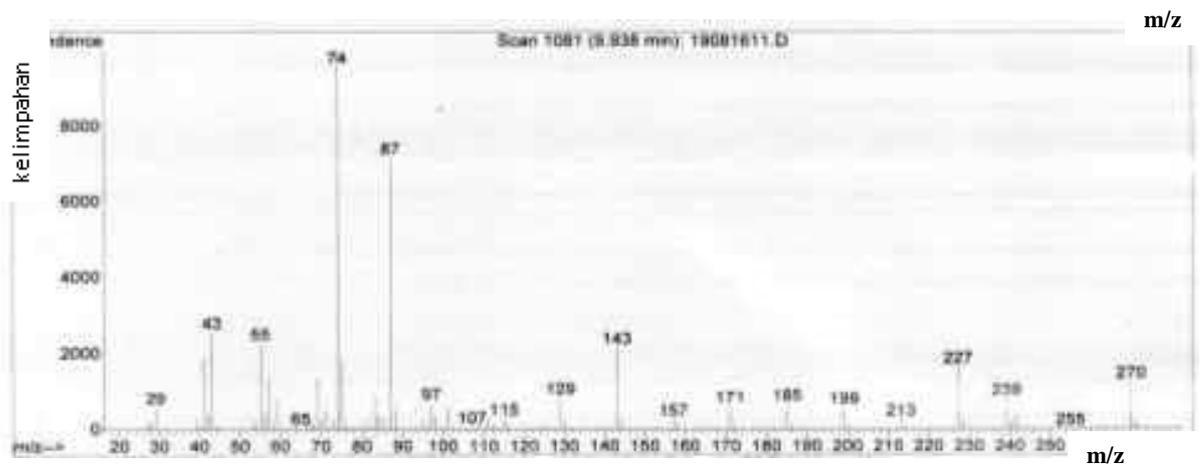
Puncak ke-	Waktu Retensi	Kadar (%)
2	5,42	1,200
3	9,17	0,114
4	9,94	40,637
6	15,07	9,323
7	15,36	42,986
8	15,42	0,358
9	15,94	4,427
10	19,87	0,111
11	20,43	0,349

Seperti terlihat dalam Tabel 3 menunjukkan bahwa terdapat beberapa puncak yang memiliki presentase cukup tinggi dengan kadar lebih dari 1% yaitu senyawa dengan waktu retensi ( $t_R$ ) 5,42 menit, ( $t_R$ ) 9,94 menit, ( $t_R$ ) 15,07 menit, ( $t_R$ ) 15,36 menit, dan ( $t_R$ ) 15,94. Selanjutnya masing-masing puncak dianalisis dengan spektrum massa berdasarkan pola fragmentasinya. Spektrum massa senyawa dengan waktu retensi ( $t_R$ ) 5,42 menit ditunjukkan pada Gambar 8.

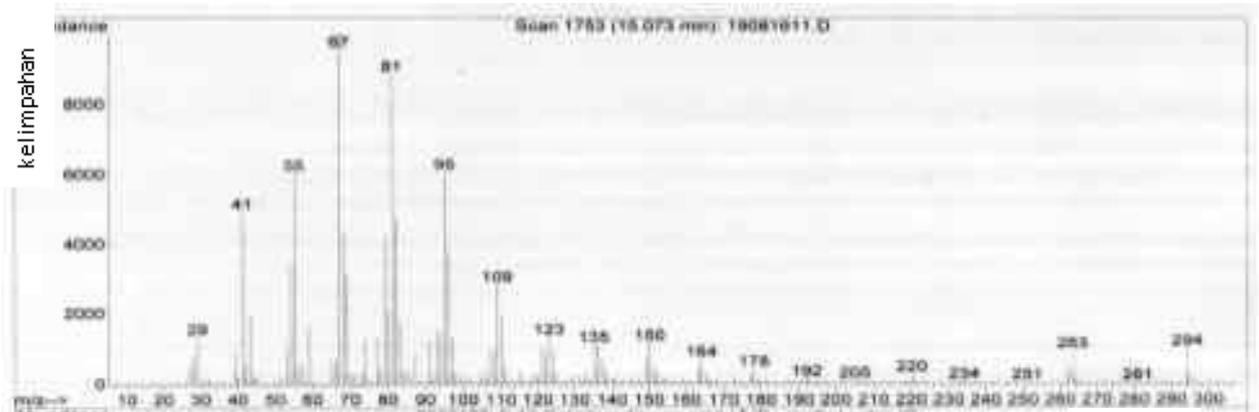
Spektrum massa senyawa dengan waktu retensi 5,42 menit pada Gambar 8a dibandingkan dengan spektrum massa yang ada dalam database WILEY7n.1. Puncak-puncak yang posisinya 99% sama dengan yang terdapat pada database WILEY7n.1 nomor entry 176783, senyawa tersebut diduga merupakan metil tetradekanoat atau metil miristat.



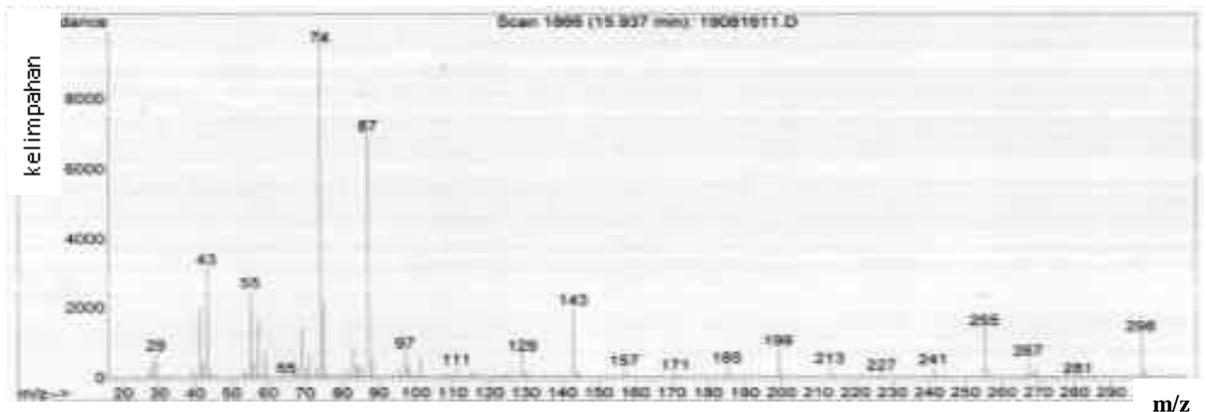
Gambar 8a. Spektrum Massa Senyawa dengan Waktu Retensi ( $t_R$ ) 5,42 menit



Gambar 8b. Spektrum Massa Senyawa dengan Waktu Retensi 9,94 menit



Gambar 8c. Spektrum Massa Senyawa dengan Waktu Retensi , 15,073menit



Gambar 8d. Spektrum Massa Senyawa dengan Waktu Retensi 15,937menit

Spektrum massa pada Gambar 8 b senyawa dengan (tR) 9,94 menit yang diperoleh dibandingkan dengan spektrum massa yang ada dalam database WILEY7n.1. Berdasarkan pengamatan, diperoleh puncak-puncak yang posisinya 99% sama dengan yang terdapat pada database WILEY7n.1 nomor entry 213890, senyawa tersebut diduga merupakan metil heksadekanoat atau metil palmitat.

Spektrum massa Gambar 8c dengan (tR) 15,073 menit dibandingkan dengan spektrum massa pada database WILEY7n.1 diperoleh puncak-puncak yang posisinya 99% sama dengan yang terdapat pada database WILEY7n.1 nomor entry 234127, diduga bahwa senyawa tersebut adalah metil linoleat atau metil 9,12-oktadekadienoat.

Spektrum massa Gambar 8d senyawa dengan waktu retensi (tR) 15,937 menit dibandingkan dengan spektrum massa yang ada dalam database WILEY7n.1. Berdasarkan pengamatan, diperoleh puncak-puncak yang posisinya 99% sama dengan yang terdapat pada database WILEY7n.1 nomor entry 247777, senyawa tersebut diduga merupakan metil oktadekanoat atau metil stearat. Dari uraian analisis spektrum GC-MS dapat disimpulkan ester penyusun ester dari CPO yaitu adalah metil miristat (1,200 %), metil palmitat (40,637%), metil linoleat (9,323 %), metil oleat (42,986 %), dan metil stearat (4,427% (Santoso et al., 2018a)).

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Metil ester asam lemak dapat dibuat dengan trans-esterifikasi CPO dengan metanol dikatalis 5% CaO-MgO, dengan rendemen 85,72%, namun transesterifikasi dengan etanol sulit terbentuk etil ester asam lemak.
2. Komponen senyawa penyusun campuran metil ester hasil sintesis adalah metil miristat (1,200%), metil palmitat (40,637%), metil linoleat (9,323 %), metil oleat (42,986%), dan metil stearat (4,427%). Namun, untuk transesterifikasi dengan etanol diduga tidak berhasil dengan kata lain masih berbentuk triasil gliserida karena karakternya masih mirip dengan CPO.
3. Karakter metil ester hasil sintesis memiliki massa jenis 0,860 g/mL, viskositas 3,23 cSt, indeks bias 1,44819, dan angka asam 0,747 mg/g yang masuk dalam rentangan SNI biodiesel, sehingga metil ester hasil sintesis berpotensi sebagai biodiesel. Hasil karakterisasi senyawa hasil sintesis dengan etanol (etil ester asam lemak) memiliki massa jenis 0,904 g/mL, viskositas 34,64 cSt, indeks bias 1,46490, dan angka asam 1,61 mg KOH/g metil ester.

## DAFTAR PUSTAKA

Aisyah, L., Wibowo, C.S., Bethari, S.A., Ufidian, D., Anggarani, R., 2018. Monoglyceride contents in biodiesel from various plants oil and the effect to low

temperature properties. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 316, 012023. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/316/1/012023>.

Gashaw, A., Getachew, T., Mohammed, A., 2015. A review on biodiesel production as alternative fuel. J Prod Ind 4, 80–85.

Goli, J., Sahu, O., 2018. Development of heterogeneous alkali catalyst from waste chicken eggshell for biodiesel production. Renew. Energy 128, 142–154. <https://doi.org/10.1016/j.renene.2018.05.048>

Huang, D., Zhou, H., Lin, L., 2012. Biodiesel: an Alternative to Conventional Fuel. 2012 Int. Conf. Future Energy Environ. Mater. 16, 1874–1885. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2012.01.287>.

Kusyanto, Hasmara, P.A., 2017. Pemanfaatan Abu Sekam Padi menjadi Katalis Heterogen dalam Pembuatan Biodiesel dari Minyak Sawit. J Trop Pharm Chem 4, 14–21.

Lee, A.F., Bennet, J.A., Manayil, J.C., Wilson, K., 2014. Heterogeneous Catalysis for Sustainable Biodiesel Production via Esterification and Transesterification. Chem. Soc. Rev. 43, 7887–7916.

Lee, D., Park, Y., Lee, K., 2009. Heterogenous Base Catalysts For Transesterification in Biodiesel Synthesis. Catal. Surv. Asia 13, 63–67.

Leung, D.Y.C., Leung, M.K.H., Wu, X., 2010. A Review on Biodiesel Production Using Catalyzed Transesterification. Appl. Energy 87, 1083–1095.

Mata, T., Martins, A., 2010. Biodiesel Production Processes.

Mohamed, O., Bensaheb, F., Bano, H., Behl, S., Jarrar, M., 2015. Evaluating The Role of The Appropriate Catalysts on The Efficacy of Biodiesel Production From Waste Cooking Oil. Sch. Acad. J. Biosci. 3, 468–473.

Mukminin, A., Fajar, M., Sarungu', S., Andrianti, I., 2019. Pengaruh Suhu Kalsinasi Dalam Pembentukan Katalis Padat CaO Dari Cangkang Keong Mas (*Pomacea canaliculata* L). . Online 1, 9.

Musta, R., Haetami, A., Salmawati, M., 2017. Biodiesel Hasil Transesterifikasi Minyak Biji Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) dengan Metanol. Ind J Chem Res 4, 394–401.

Nurhayati, Mukhtar, A., Gapur, A., 2014. Transesterifikasi Crude Palm Oil (CPO) Menggunakan Katalis Heterogen CaO dari Cangkang Kerang Darah. Ind Che Acta 5, 23–29.

Prastyo, H.S., Margaretha, Y.Y., Ayucitra, A., Ismadji, S., 2011. Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit dengan Menggunakan Katalis Padat dari Cangkang Keong Mas (*Pomacea* sp.), in: Prosiding Seminar Nasional Fundamental Dan Aplikasi Teknik Kimia. ITS, Surabaya.

Rosmawaty, Bandjar, A., Gunoroso, S., 2015. Optimasi Kondisi Reaksi Transesterifikasi pada Pembuatan Biodiesel dari Lemak Sapi. *Indones. J. Chem. Res.* 2, 213–222.

Santoso, A., Sumari, Salim, A., Marfu'ah, S., 2018a. Synthesis of Methyl Ester from Chicken Oil and Methanol Using Heterogeneous Catalyst of CaO-MgO as well as Characterization Its Potential as a Biodiesel Fuel. *J. Phys. Conf. Ser.* 1093, 012035. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1093/1/012035>.

Santoso, A., Sumari, Urfa Zakiyya, U., Tiara Nur, A., 2019. Methyl Ester Synthesis of Crude Palm Oil Off Grade Using the  $K_2O/Al_2O_3$  Catalyst and Its Potential as Biodiesel. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 515, 012042. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/515/1/012042>.

Suryandari, A.S., Prasasti, S.N., Roesyadi, A., 2013. Pembuatan Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk (*Ceiba pentandra*) melalui Proses Transesterifikasi dengan Katalis MgO/CaO. *J. Tek. POMITS* 2, 1–5.

Ulfayana, S., Bahri, S., Helwani, Z., 2014. Pemanfaatan Zeolit Alam sebagai Katalis pada Tahap Transesterifikasi Pembuatan Biodiesel dari Sawir Off Grade. *Jom Fteknik* 1, 1–12.