



# Pengaruh Ozonasi Minyak Biji Kapuk terhadap Karakteristik Produk Esterifikasi dengan Bantuan Ultrasonikasi

Haryono

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran  
Jl. Raya Bandung-Sumedang Km. 21, Jatinangor, 45363, Jawa Barat, Telp: (022) 7797712

\*) Penulis korespondensi : haryono@unpad.ac.id

---

## Abstract

*Effect of Ozonation of Kapuk Seed Oil on Characteristics of the Esterification Product with the Assistance of Ultrasonication.* Kapuk seed oil is a non-food oil so it is very profitable as a raw material for making biodiesel. However, kapuk seed oil is dominated by long chain and unsaturated fatty acids. These types of fatty acids tend to reduce the quality of the biodiesel produced, namely the low cetane number and can trigger polymerization reactions during combustion. Ozonation can be applied to shorten the carbon chain and the number of double bonds in fatty acids from kapuk seed oil. This research aims to study the effect of the time of ozonation at the stage of preparation of kapuk seed oil on the characteristics of biodiesel produced from the esterification stage with the help of ultrasonication. The ozonation time was varied for 60, 90, and 120 minutes. The results showed that the longer the time of ozonation the kapuk seed oil produced with increasing acid number. The increase in the acid number of the kapuk seed oil and verified by the fatty acid composition of the analysis by Gas Chromatography-Mass Spectroscopy, showed that the fatty acid structure of the kapuk seed oil became simpler. The esterification for 120 minutes to kapuk seed oil which has been ozonized produces oil phase with an acid number of 10.6 mg KOH/g, a saponification number of 112 mg KOH/g, and a density of 903 kg/m<sup>3</sup>.

**Keywords:** biodiesel; esterification; kapuk seed oil; ozonation; ultrasonication

---

## Abstrak

Minyak biji kapuk merupakan minyak non pangan sehingga sangat menguntungkan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Namun minyak biji kapuk didominasi oleh asam lemak rantai panjang dan tak jenuh. Jenis asam lemak tersebut cenderung akan mengurangi kualitas biodiesel yang dihasilkan, yaitu rendahnya bilangan cetana dan dapat memicu reaksi polimerisasi selama pembakaran. Ozonasi dapat diterapkan untuk memperpendek rantai karbon dan jumlah ikatan rangkap pada asam lemak dari minyak biji kapuk. Penelitian ini bertujuan mempelajari pengaruh lama ozonasi pada tahap penyiapan minyak biji kapuk terhadap karakteristik produk dari tahap esterifikasi dengan bantuan ultrasonikasi. Waktu ozonasi divariasikan selama 60, 90, dan 120 menit. Esterifikasi dilakukan selama 30 menit pada suhu 60 °C dengan bantuan gelombang ultrasonik pada frekuensi 35 kHz. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin lama waktu ozonasi dihasilkan minyak biji kapuk dengan bilangan asam semakin meningkat. Peningkatan bilangan asam dari minyak biji kapuk tersebut dan diverifikasi dengan komposisi asam lemak dari hasil analisis dengan Khromatografi Gas-Spektroskopi Massa, menunjukkan bahwa struktur asam lemak pada minyak biji kapuk menjadi lebih sederhana. Esterifikasi selama 120 menit terhadap minyak biji kapuk yang telah diozonasi dihasilkan fase minyak dengan bilangan asam 10,6 mg KOH/g, bilangan penyabunan 112 mg KOH/g, dan densitas 903 kg/m<sup>3</sup>.

**Kata kunci:** biodiesel; esterifikasi; minyak biji kapuk; ozonasi; ultrasonikasi

## PENDAHULUAN

Konsumsi energi, khususnya di Indonesia, masih tergantung pada jenis energi dari minyak dan gas bumi. Konsumsi energi final di Indonesia pada tahun 2018 sebesar 875 juta SBM (Setara Barel Minyak). Dari jumlah total konsumsi energi nasional tersebut, energi jenis BBM (bahan bakar minyak) merupakan jenis energi yang mendominasi konsumsi nasional, yaitu sebanyak 39% (BPPT, 2020). Minyak bumi sebagai bahan baku produksi BBM secara umum masih dipandang sebagai sumber daya alam tak terbarukan. Selain itu, efek rumah kaca dan perubahan iklim global sebagai dampak pembakaran BBM merupakan isu kritis yang berdampak terhadap industri energi, pembuat kebijakan publik, dan masyarakat. Peningkatan pemanasan global dan dampak bahaya lingkungan lainnya telah mendorong hampir semua negara untuk mengurangi ketergantungan terhadap BBM (Ramaraju dan Kumar, 2011). Oleh karena itu, sektor energi, transportasi, dan industri sudah seharusnya memanfaatkan bahan bakar bersifat terbarukan dan berkelanjutan, yaitu bahan bakar dari sumber-sumber energi berkadar energi tinggi dengan emisi gas-gas rumah kaca minimal, dan bersifat terbarukan. Biomassa merupakan salah satu sumber energi paling penting yang bersifat terbarukan dan berkelanjutan tersebut (Chung, 2013). Pemrosesan terhadap biomassa tersebut akan menghasilkan salah satu jenis bahan bakar terbarukan, yaitu biodiesel.

Biodiesel secara umum adalah metil ester dari asam lemak rantai panjang. Biodiesel dapat dibuat dari minyak nabati, lemak hewan, atau sumber-sumber lainnya seperti limbah minyak goreng (Hayyan dkk., 2010; Gerpen dkk., 2004). Salah satu sumber energi hayati potensial di Indonesia adalah minyak biji kapuk (*Ceiba pentandra*). Pada biji kapuk terdapat sekitar 27-32% minyak, tergantung varietas tanaman kapuknya (Nkouam dkk., 2017; Montcho dkk., 2018). Minyak biji kapuk merupakan minyak non pangan sehingga sangat menguntungkan sebagai bahan baku pada pembuatan biodiesel. Pemakaian minyak pangan pada pembuatan biodiesel akan meningkatkan biaya produksi dan berdampak negatif terhadap rantai makanan (Vedharaj dkk., 2013).

Komposisi asam lemak dan sifat kimia-fisik dari minyak biji kapuk bervariasi. Haryono dan Marlioni (2014) melaporkan bahwa minyak biji kapuk mengandung asam lemak tak jenuh sekitar 63,27%. Studi lainnya menyatakan minyak biji kapuk tersusun dari 41,37% asam lemak tak jenuh dan 40,8% asam lemak jenuh dengan bilangan penyabunan sebesar 152,79 mg KOH/g minyak dan bilangan iodine 129,79 mg I<sub>2</sub>/100 g minyak (Montcho, 2018). Hal ini menyebabkan minyak biji kapuk mudah tengik, sehingga kurang baik untuk dikembangkan sebagai minyak pangan. Selain itu, terkait pemanfaatan minyak biji kapuk sebagai bahan baku pada pembuatan biodiesel, minyak nabati yang didominasi oleh asam lemak tak jenuh rantai panjang akan cenderung menurunkan bilangan cetana dan

meningkatkan viskositas dari biodiesel yang dihasilkan, serta dapat memicu reaksi polimerisasi pada saat pembakaran (Knothe dkk., 2005; Ganduglia, 2009).

Penurunan derajat ketidakjenuhan dan penyederhanaan (pemutusan) rantai karbon pada asam lemak minyak biji kapuk dapat dilakukan dengan berbagai cara, salah satunya ozonasi. Ozonasi telah terbukti menurunkan derajat ketidakjenuhan pada minyak kedelai dan minyak zaitun (Sadowska dkk., 2008). Salah satu produk dari ozonasi terhadap minyak nabati adalah asam lemak bebas. Asam lemak bebas yang terbentuk dari ozonasi minyak nabati, misalnya minyak biji kapuk, selanjutnya dapat dikonversi menjadi biodiesel dengan reaksi esterifikasi (Gerpen dkk., 2004).

Biodiesel secara konvensional disintesis melalui tahap esterifikasi dan trans-esterifikasi katalitik. Namun umumnya kedua tahap sintesis biodiesel tersebut diselenggarakan dalam waktu relatif lama, yaitu 1-2 jam (Gerpen dkk., 2004; Yan dkk., 2010). Kebutuhan waktu pada tahap esterifikasi maupun tran-esterifikasi dalam sintesis biodiesel secara konvensional tersebut dapat direduksi dengan memanfaatkan bantuan gelombang ultrasonik (Badday dkk., 2012). Ultrasonik adalah bagian gelombang suara yang frekuensinya di atas kemampuan pendengaran manusia, biasanya di atas 20 kHz. Penggunaan gelombang ultrasonik pada pembuatan biodiesel dapat mempersingkat waktu dari 1-6 jam menjadi kurang dari 30-60 menit, dan mempersingkat waktu pemisahan yang sebelumnya 5-8 jam menjadi kurang dari 60 menit (Bulent, 2008).

Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh lama ozonasi pada tahap penyiapan minyak biji kapuk terhadap karakteristik produk (fase minyak) dari tahap esterifikasi minyak biji kapuk dengan bantuan ultrasonikasi.

## METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini minyak biji kapuk mengalami empat perlakuan utama, yaitu: penghilangan *gum* (*degumming*), analisis sifat kimia-fisik dan komposisi asam lemak, ozonasi, dan esterifikasi. Analisis sifat kimia-fisik dan komposisi asam lemak dilakukan terhadap minyak biji kapuk pada sebelum dan setelah tahap ozonasi, serta terhadap fase minyak dari produk tahap esterifikasi.

### Alat dan Bahan

Minyak biji kapuk diperoleh dari daerah Terboyo, Semarang, Jawa Tengah. Bahan kimia untuk pelaksanaan tahap *degumming*, analisis kimia, dan esterifikasi digunakan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 85% (BrataChem), metanol *pure grade* (Sigma-Aldrich), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% (Merck), HCl pro analisis (Merck), dan KOH pro analisis (Merck).

Tahap *degumming*, ozonasi, dan esterifikasi dilakukan dalam labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk magnet. Ozon diproduksi dengan *ozone*

*generator* (Ozone S2Q-OZ/2). Untuk melakukan analisis sifat kimia-fisik minyak biji kapuk digunakan alat-alat gelas pada umumnya. Alat-alat pendukung terdiri dari *hot plate magnetic stirred* (Thermoline Scientific), pendingin balik, corong pisah, dan termometer. Analisis komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk dilakukan dengan instrumen KG-SM (Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa) Shimadzu QP 2010 ULTRA.

### Degumming Minyak Biji Kapuk

Sejumlah tertentu minyak biji kapuk dipanaskan pada suhu 70 °C dan diaduk selama 15 menit, kemudian ditambahkan larutan asam fosfat 85% sebanyak 0,1% terhadap berat minyak, dan diaduk selama 5 menit. Selanjutnya akuades sebanyak 20% dari berat minyak ditambahkan dan diaduk selama 5 menit.

Campuran hasil *degumming* didinginkan sampai suhu ruang. Campuran kemudian disentrifugasi pada kecepatan 3500 rpm selama 25 menit, lalu disaring untuk memisahkan *gum* dari minyak. Minyak biji kapuk dari tahap *degumming* selanjutnya dianalisis sifat kimia-fisiknya (bilangan asam, bilangan penyabunan, densitas, dan viskositas) dan komposisi asam lemaknya.

### Ozonasi Minyak Biji Kapuk

Minyak biji kapuk hasil *degumming* dimasukkan ke dalam bejana ozonasi yang dilengkapi pengaduk. Saluran pengaliran ozon dihubungkan dari *ozone generator* ke bagian lapisan bawah minyak biji kapuk. Oksidasi terhadap minyak dilakukan dengan mengoperasikan *ozone generator* yang mampu mengubah oksigen dalam udara menjadi ozon dengan kapasitas laju alir 7,56 L/menit. Lama tahap ozonasi divariasikan pada 60, 90, dan 120 menit.

Ozon berkontak dengan minyak biji kapuk selama ozonasi dengan cara digelembungkan pada bagian dasar bejana ozonasi. Minyak biji kapuk dari tahap ozonasi kemudian dianalisis sifat kimia-fisiknya (bilangan asam, bilangan penyabunan, densitas, dan viskositas) dan komposisi asam lemaknya.

### Esterifikasi Minyak Biji Kapuk

Minyak biji kapuk dari tahap ozonasi dengan karakteristik paling optimum selanjutnya diesterifikasi dengan bantuan gelombang ultrasonik untuk mengkonversi asam lemak bebas dari minyak menjadi metil ester (biodiesel).

Minyak biji kapuk dan metanol dengan rasio mol 1:6 dimasukkan ke dalam bejana reaktor yang telah dilengkapi *ultrasonic generator*. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% sebanyak 1% (v/v) dicampurkan dengan minyak sebagai katalis. Campuran reaktan dan katalis direaksikan pada suhu 60 °C selama 30 menit dengan bantuan ultrasonik pada frekuensi 35 kHz.

Hasil reaksi esterifikasi (fase fase minyak) kemudian dipisahkan dari fase gliserol dengan cara pengendapan di dalam corong pisah. Fase minyak

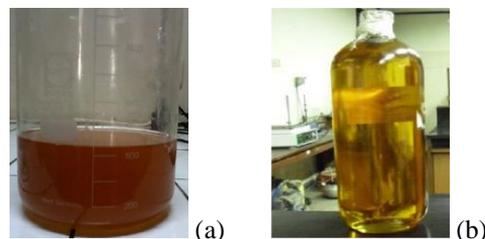
dimurnikan dari sisa metanol dan katalis dengan cara distilasi pada suhu didih metanol, pencucian dengan aquades, dan pengeringan. Fase minyak setelah dimurnikan selanjutnya dianalisis sifat kimia-fisiknya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakteristik Minyak Biji Kapuk Setelah *Degumming*

Keberadaan *gum* pada minyak nabati, termasuk minyak biji kapuk, mempengaruhi penampilan fisik dari minyak. Gambar 1 menunjukkan perbedaan penampilan fisik dari minyak biji kapuk antara sebelum dan setelah *degumming*. Sebelum *degumming* minyak biji kapuk berwarna orange kecoklatan dan keruh (cenderung gelap). Kemudian setelah mengalami *degumming* minyak biji kapuk berwarna kuning cerah. Perbedaan penampilan fisik tersebut merupakan indikator sederhana bahwa *gum* (fosfolipid atau fosfatida) pada minyak telah berhasil dipisahkan atau dikurangi.

*Gum* atau getah pada minyak bahan baku pembuatan biodiesel disarankan untuk dihilangkan. Alasan utama tahap *degumming* dilakukan adalah beberapa senyawa *gum*, khususnya garam kalsium dan magnesium dari *gum*, merupakan pengemulsi kuat. Akibatnya, jika pada sintesis biodiesel terbentuk sabun, sabun akan sulit dipisahkan dari biodiesel. Selain itu, kandungan *gum* di dalam produk biodiesel dapat menyebabkan terbentuknya endapan yang tidak diinginkan pada biodiesel (Gerpen dkk., 2004).



**Gambar 1.** Perbandingan penampilan fisik dari minyak biji kapuk antara sebelum (a) dengan sesudah (b) tahap *degumming*

Hasil analisis sifat kimia-fisik terhadap minyak biji kapuk setelah *degumming* (Tabel 1) berdasarkan nilai bilangan penyabunan dan viskositas menunjukkan bahwa minyak biji kapuk didominasi oleh asam lemak rantai panjang. Keberadaan asam lemak rantai panjang pada struktur trigliserida dari minyak biji kapuk mengindikasikan relatif besarnya massa molar dari minyak. Semakin besar massa molar dari minyak akan terdeteksi pada semakin rendahnya bilangan penyabunan dari minyak tersebut (Sanford dkk., 2009). Jenis asam lemak rantai panjang akan menyebabkan gaya gesek antar molekul semakin kuat dan intensif. Selain itu, asam lemak rantai panjang menyebabkan gaya gesek internal antar molekul asam lemak semakin kuat dan intensif sehingga viskositas dari minyak biji kapuk cenderung tinggi (Sanford dkk., 2009).

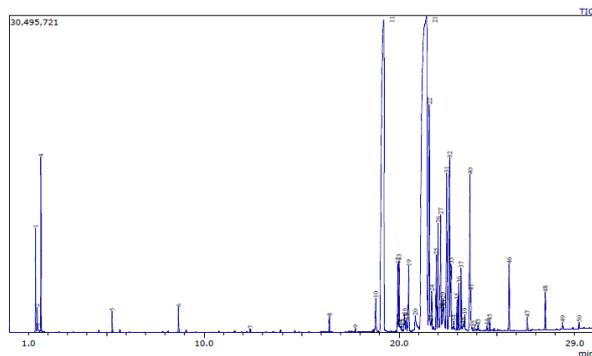
Densitas minyak dipengaruhi oleh persentase ikatan karbon rangkap dua dari asam lemak tak jenuh penyusun minyak tersebut. Minyak yang mengandung asam lemak tak jenuh dengan ikatan karbon rangkap dua sejumlah lebih dari dua (*polyunsaturated fatty acid*) sebanyak lebih dari 25% menunjukkan keterkaitan dengan peningkatan densitas minyak (Sanford dkk., 2009).

**Tabel 1.** Sifat kimia-fisik minyak biji kapuk setelah *degumming*

Parameter (Satuan)	Nilai
Bilangan asam (mg KOH/g)	17,11
Bilangan penyabunan (mg KOH/g)	78,84
Densitas pada 40 °C (kg/m <sup>3</sup> )	907,5
Viskositas pada 40 °C (mm <sup>2</sup> /s)	30,09

Penelitian lain menyatakan bahwa viskositas dan densitas minyak biji kapuk berturut-turut sebesar 31,2 mm<sup>2</sup>/s dan 923,2 kg/m<sup>3</sup> (Vedharaj dkk., 2013). Sedangkan Montcho dkk. (2018) melaporkan bilangan asam dan penyabunan dari minyak biji kapuk yang berasal dari daerah Kpataba di Benin, Afrika Barat, berturut-turut sebesar 4,52 mg KOH/g dan 152,79 mg KOH/g. Perbedaan nilai sifat kimia-fisik dari minyak biji kapuk di antara hasil penelitian tersebut berkaitan dengan perbedaan jenis dan komposisi asam lemak yang menyusun setiap sampel minyak biji kapuk, dalam hal panjang-pendeknya dan derajat kejenuhan rantai karbon pada asam lemak penyusun minyak.

Minyak biji kapuk pada penelitian ini, sesuai hasil analisis dengan KG-SM, didominasi oleh asam lemak tak jenuh rantai panjang, yaitu asam oleat (C18:1 *cis*) sebanyak 47,23%, asam linoleat (C18:2) sebanyak 8,22%, dan sejumlah tertentu asam palmitoleat (C16:1), asam gadoleat (C20:1), asam nervonat (C24:1), dan asam elaidat (C18:1 *trans*). Jenis asam lemak jenuh dengan kadar tertinggi adalah asam palmitat (C16:0), sebanyak 20,54%. Hasil analisis dengan KG-SM dari minyak biji kapuk setelah *degumming* ditampilkan dalam bentuk khromatogram pada Gambar 2, sedangkan dugaan komposisi asam lemak ditampilkan pada Tabel 2.



**Gambar 2.** Khromatogram hasil analisis komposisi asam lemak dengan KG-SM dari minyak biji kapuk setelah *degumming*

Perbedaan komposisi asam lemak dijumpai pada hasil penelitian Montcho dkk. (2018). Namun pada penelitian tersebut juga melaporkan bahwa minyak biji kapuk didominasi oleh asam lemak tak jenuh, yaitu sekitar 60,64%. Jenis asam lemak tak jenuh dengan kadar tertinggi adalah asam linoleat sebanyak 20,95%. Sedangkan asam lemak tak jenuh tertinggi kedua adalah asam oleat (18,82%).

Penelitian lain juga melaporkan hasil berbeda. Minyak biji kapuk dilaporkan tersusun dari 22,3% asam palmitat, 3,36% asam stearat, dan 70,71% asam linoleat (Putri dkk., 2012). Perbedaan jenis dan komposisi asam lemak dari minyak nabati merupakan fakta yang biasa terjadi sebagai akibat perbedaan iklim, varietas tanaman, masa panen, dan metode penyiapan (Moser, 2009).

**Tabel 2.** Jenis dan komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk setelah *degumming*

Asam Lemak	No. Puncak	Kadar (%)
Asam lemak jenuh:		
Asam kaprat (C10:0)	6	0,31
Asam miristat (C14:0)	8	0,20
Asam palmitat (C16:0)	11	20,54
Asam margarat (C17:0)	16	0,28
Asam stearat (C18:0)	22	4,88
Asam lignoserat (C24:0)	40, 48	3,39
Asam behenat (C22:0)	46	0,98
Asam arakidat (C20:0)	47	0,18
Asam cerotat (C26:0)	49, 50	0,21
<i>Total asam lemak jenuh:</i>		<i>30,97</i>
Asam lemak tak jenuh:		
Asam palmitoleat (C16:1)	10	0,54
Asam linoleat (C18:2)	12, 19-20, 24-29, 35-36	8,22
Asam oleat (C18:1 <i>cis</i> )	13, 21, 30-31	47,23
Asam gadoleat (C20:1)	39	0,28
Asam nervonat (C24:1)	43	0,06
Asam elaidat (C18:1 <i>trans</i> )	44	0,06
<i>Total asam lemak tak jenuh:</i>		<i>56,39</i>

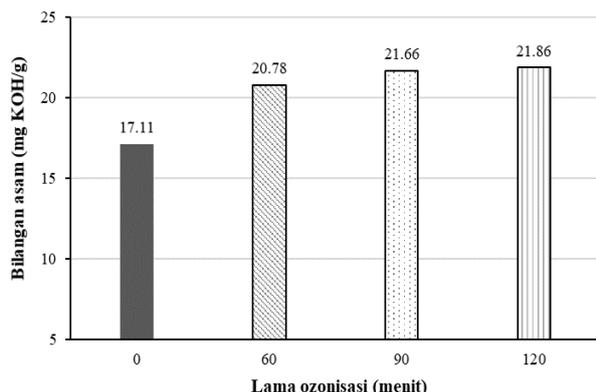
### Pengaruh Lama Ozonasi Terhadap Karakteristik Minyak Biji Kapuk

Ozonasi terhadap minyak biji kapuk dimaksudkan untuk memperpendek rantai karbon dari asam lemak pada struktur molekul trigliserida minyak. Pemutusan rantai karbon terjadi pada ikatan rangkap dari asam lemak. Pemutusan ikatan rangkap tersebut akan dihasilkan trigliserida dengan rantai karbon asam lemak lebih pendek dan sejumlah asam lemak bebas.

Waktu merupakan salah satu parameter operasi yang mempengaruhi pelaksanaan ozonasi. Oleh karena itu, seiring lamanya tahap ozonasi terhadap minyak biji kapuk dihasilkan minyak biji kapuk dengan bilangan asam lebih tinggi. Pengaruh lama waktu ozonasi terhadap perubahan bilangan asam dari minyak kapuk ditampilkan pada Gambar 3.

Sesuai hasil penelitian yang ditampilkan pada Gambar 3, semakin lama waktu ozonasi terhadap minyak kapuk dihasilkan minyak biji kapuk dengan bilangan asam semakin meningkat. Bilangan asam menunjukkan kandungan asam lemak bebas di dalam

minyak. Semakin besar bilangan asam, maka kadar asam lemak bebas dalam minyak semakin meningkat (Almeida dkk., 2019). Semakin meningkatnya bilangan asam atau kadar asam lemak bebas dari minyak biji kapuk seiring dengan semakin lamanya tahap ozonasi mengindikasikan bahwa proses pemutusan ikatan rangkap pada asam lemak penyusun minyak biji kapuk semakin berhasil. Oleh karena itu, pada penelitian ini ditetapkan bahwa waktu ozonasi selama 120 menit merupakan waktu optimum.



**Gambar 3.** Pengaruh lama ozonasi terhadap bilangan asam dari minyak biji kapuk

Hasil penelitian ini bersesuaian dengan penelitian Sadowska dkk. (2008). Pada penelitian tersebut, bilangan asam dari minyak zaitun mengalami peningkatan menjadi 1,7 mg NaOH/g setelah minyak diozonasi selama 7 jam, jika dibandingkan dengan tanpa diozonasi (0,3 mg NaOH/g). Sedangkan ozonasi terhadap minyak kedelai selama 7 jam meningkatkan bilangan asam dari 0,3 menjadi 1,9 mg NaOH/g.

Terjadinya pemutusan ikatan rangkap pada minyak biji kapuk, selain ditandai dengan peningkatan bilangan asam, juga dapat ditinjau dari perubahan sifat kimia-fisik lainnya dari minyak biji kapuk setelah ozonasi, seperti bilangan penyabunan, viskositas, dan densitas. Perbandingan nilai bilangan asam, bilangan penyabunan, dan densitas dari minyak biji kapuk antara sebelum ozonasi (hasil *degumming*) dengan sesudah ozonasi selama 120 menit ditampilkan pada Tabel 3.

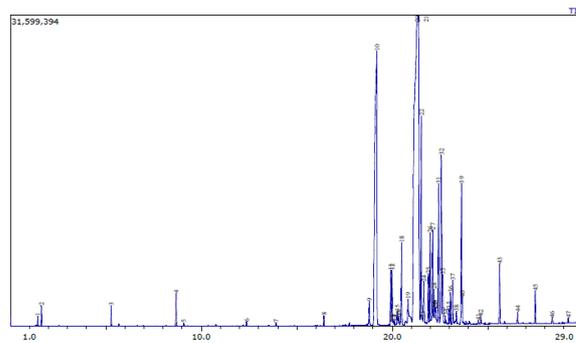
**Tabel 3.** Sifat kimia-fisik dari minyak biji kapuk sebelum dan setelah ozonasi 120 menit

Parameter	Nilai	
	Sebelum	Setelah
Bilangan asam (mg KOH/g)	17,11	21,86
Bilangan penyabunan (mg KOH/g)	78,84	99,59
Densitas pada 40 °C (kg/m <sup>3</sup> )	907,5	906,0

Peningkatan bilangan penyabunan minyak biji kapuk setelah diozonasi selama 120 menit dari 78,84 menjadi 99,59 mg KOH/g mengindikasikan struktur molekul trigliserida dari minyak semakin sederhana sebagai akibat terputusnya ikatan rangkap pada asam lemak selama ozonasi. Pemutusan ikatan rangkap tersebut, terutama pada asam lemak yang mengandung

*polyunsaturated*, mengakibatkan penurunan densitas dari minyak (Sanford dkk., 2009).

Hubungan antara sifat kimia-fisik dari minyak dengan peristiwa terjadinya pemutusan ikatan rangkap pada asam lemak tersebut terkonfirmasi oleh hasil analisis komposisi asam lemak dengan KG-SM dari minyak setelah ozonasi. Gambar 4 dan Tabel 4 menampilkan hasil analisis komposisi asam lemak tersebut.



**Gambar 4.** Khromatogram hasil analisis komposisi asam lemak dengan KG-SM dari minyak biji kapuk setelah ozonasi 120 menit

**Tabel 4.** Jenis dan komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk setelah ozonasi 120 menit

Asam Lemak	No. Puncak	Kadar (%)
<b>Asam lemak jenuh:</b>		
Asam kaprat (C10:0)	4	0,52
Asam miristat (C14:0)	8	0,16
Asam palmitat (C16:0)	10	19,42
Asam margararat (C17:0)	15	0,25
Asam stearat (C18:0)	22	5,30
Asam arakidat (C20:0)	38, 39	3,17
Asam heneikosanoat (C21:0)	42	0,13
Asam behenat (C22:0)	43	1,06
Asam lignoserat (C24:0)	45	0,59
Asam cerotat (C26:0)	47	0,09
<b>Total asam lemak jenuh:</b>		<b>30,69</b>
<b>Asam lemak tak jenuh:</b>		
Asam palmitoleat (C16:1)	9	0,43
Asam linoleat (C18:2)	20	32,60
Asam oleat (C18:1 cis)	21	12,38
Asam nonadekenoat (C19:1)	30	0,41
Asam nervonat (C24:1)	41	0,06
<b>Total asam lemak tak jenuh:</b>		<b>45,88</b>

Hasil analisis komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk seperti ditampilkan pada Tabel 2 dan Tabel 4 menunjukkan bahwa tahap ozonasi terhadap minyak biji kapuk hasil *degumming* mengakibatkan perubahan komposisi asam lemak. Secara akumulasi, minyak biji kapuk setelah diozonasi selama 120 menit mengalami penurunan kadar asam lemak tak jenuh menjadi 45,88% dari sebelumnya sebanyak 56,39%. Sedangkan kadar asam lemak jenuh tidak mengalami perubahan signifikan. Penurunan kadar asam lemak tak jenuh tanpa disertai perubahan kadar asam lemak jenuh setelah tahap ozonasi terhadap minyak biji kapuk tersebut mengindikasikan telah terjadi pemutusan ikatan rangkap pada rantai

karbon asam lemak membentuk senyawa baru, diantaranya adalah asam lemak bebas dan asam lemak tak jenuh yang lainnya.

Sesuai data pada Tabel 4, asam oleat (C18:1 cis) merupakan asam lemak tak jenuh yang paling dominan mengalami perubahan struktur molekul sehingga kadarnya mengalami penurunan paling besar setelah diozonasi. Kadar asam oleat pada minyak biji kapuk setelah ozonasi menjadi 12,38% dari yang sebelumnya sebesar 47,23%. Asam lemak jenis asam gadoleat (C20:1) dan asam elaidat (C18:1 trans), walaupun kadar awalnya rendah, tidak terdeteksi lagi di dalam minyak biji kapuk setelah ozonasi. Sedangkan kadar asam linoleat (C18:2) justru mengalami peningkatan. Perubahan komposisi asam lemak tak jenuh pada minyak biji kapuk ini sebagai petunjuk bahwa sebagian besar asam oleat diduga terkonversi menjadi asam linoleat selama tahap ozonasi.

#### Karakteristik Produk Fase Minyak dari Esterifikasi Minyak Biji Kapuk

Esterifikasi pada produksi biodiesel dari minyak dan lemak pada prinsipnya dilakukan untuk menurunkan kadar asam lemak bebas sampai pada batas yang direkomendasikan sebelum minyak dikonversi menjadi biodiesel pada tahap transesterifikasi dengan katalis basa homogen. Namun pada tahap esterifikasi ini biodiesel sudah terbentuk sebagai hasil reaksi antara asam lemak bebas dengan alkohol sederhana.

Esterifikasi terhadap minyak biji kapuk terozonasi dilakukan dengan bantuan gelombang ultrasonik pada frekuensi 35 kHz selama 30 menit. Sifat kimia-fisik dari produk fase minyak pada tahap esterifikasi tersebut setelah pemurnian ditampilkan pada Tabel 5.

**Tabel 5.** Sifat kimia-fisik dari fase minyak sebagai produk esterifikasi (ultrasonikasi, 30 menit)

Parameter	Nilai
Bilangan asam (mg KOH/g)	10,58
Bilangan penyabunan (mg KOH/g)	112,0
Densitas pada 40 °C (kg/m <sup>3</sup> )	903,0

Minyak biji kapuk sebelum diesterifikasi memiliki bilangan asam sebesar 21,86 mg KOH/g (Tabel 3). Nilai tersebut turun menjadi 10,58 mg KOH/g setelah esterifikasi. Penurunan bilangan asam tersebut menunjukkan bahwa tahap esterifikasi selama 30 menit dengan bantuan gelombang ultrasonik telah relatif berhasil dalam mengkonversi asam lemak bebas dari minyak biji kapuk menjadi biodiesel (metil ester). Penurunan asam lemak bebas sebagai akibat tahap esterifikasi sekitar 51,60%. Sebagai perbandingan, Haryono dan Marliani (2014) telah melakukan esterifikasi secara konvensional terhadap minyak biji kapuk, dan berhasil menurunkan kadar asam lemak bebas sampai sekitar 90%. Namun pada penelitian tersebut esterifikasi konvensional dilakukan dengan

waktu 4 kali lebih lama (2 jam) dan kadar katalis 5 kali lebih banyak.

Fase minyak dari hasil esterifikasi memiliki bilangan asam 10,58 mg KOH/g. Bilangan asam tersebut setara dengan nilai kadar asam lemak bebas sekitar 5,29%. Oleh karena itu, fase minyak dari hasil esterifikasi pada penelitian ini belum memenuhi syarat jika dimanfaatkan sebagai umpan sintesis biodiesel dengan katalis basa homogen. Pemakaian katalis basa homogen pada sintesis biodiesel mensyaratkan kandungan asam lemak bebas tidak lebih dari 1% (Moser, 2009).

#### KESIMPULAN

Lama waktu ozonasi terhadap minyak biji kapuk mempengaruhi sifat kimia-fisik dan komposisi asam lemak dari minyak. Semakin lama ozonasi mengakibatkan bilangan asam atau kadar asam lemak bebas dari minyak biji kapuk semakin meningkat. Pemakaian gelombang ultrasonik pada tahap esterifikasi berpengaruh terhadap pereduksian waktu reaksi dan kebutuhan katalis.

Teknik ozonasi dan ultrasonikasi pada skema pengolahan minyak nabati, khususnya minyak biji kapuk, berpotensi untuk diterapkan dan dikembangkan sebagai upaya meningkatkan efektivitas dan efisiensi proses produksi biodiesel.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada saudara Hendra Wangsa Kusumah atas bantuannya dalam pengkoleksian dan analisis data.

#### DAFTAR PUSTAKA

Almeida, D.T., deViana, T.V., Costa, M.M., Silva, C. deS., Feitosa, S. (2019). Effects of Different Storage Conditions on the Oxidative Stability of Crude and Refined Palm Oil, Olein and Stearin (*Elaeis guineensis*). *Food Science and Technology*, 39(1), 211-217.

Badday, A.S., Abdullah, A.Z., Lee, K.T., Khayoon, M. (2012). Intensification of biodiesel production via ultrasonic-assisted process: A critical review on fundamentals and recent development. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 16, 4574-4587.

Bulent, A. (2008). Ultrasonic Monitoring of Glycerol Settling during Transesterification of Soybean Oil. *Bioresource Technology*, 100, 19-24.

Chung, J.N. (2013). *Grand challenges in bioenergy and Biofuel Research: Engineering and Technology Development, Environmental, Impact, and Sustainability*. Energy Research-Frontiershin, University of Florida, USA.

BPPT, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi. (2020). *Outlook Energi Indonesia 2020*. Jakarta,

- Indonesia: Pusat Pengkajian Industri Proses dan Energi BPPT.
- Ganduglia, F. (2009). *Handbook on Biofuels*. Montevideo, Uruguay: ARPEL's Refining Committee.
- Gerpen, V.J., Shanks, B., Pruszko, R., Clements, D., Knothe, G. (2004). *Biodiesel Production Technology*. Colorado, USA: National Renewable Energy Laboratory, US Department of Energy.
- Haryono, Marliani, A. (2014). Analisis Mutu Biosolar pada Variasi Formulasi *Blending* Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk dengan Minyak Solar. *Eksergi*, 11(2), 25-30.
- Hayyan, A., Alam, M.Z., Mirghani, M.E.S., Kabbashi, N.A., Hakimi, I.N.M., Siran, Y.M., Tahiruddin, S. (2010). Production of Biodiesel from Sludge Palm Oil by Esterification Process. *Journal of Energy and Power Engineering*, 4(1), 11-17.
- Knothe, G., Gerpen, J.V., Krahl, J. (2005). *The Biodiesel Handbook*. Champaign-Illinois, USA: AOCS Press.
- Montcho, P.S., Tchiakpe, L., Nonviho, G., Bothon, F.T.D., et al. (2018). Fatty Acid Profile and Quality Parameters of *Ceiba pentandra* (L.) Seed Oil: A Potential Source of Biodiesel. *Journal of Petroleum Technology and Alternative Fuels*, 9(3), 14-19.
- Moser, B.R. (2009). Biodiesel Production, Properties, and Feedstocks. *Plant*, 45, 229-266. doi: 10.1007/s11627-009-9204-z
- Nkouam, G.B., Adjoh, G.A., Tchankou Leudeu, C.B., Kouebou, C., Tchiegang, C., Kapseu, C. (2017). Physico-chemical Properties of Fruits, Seed and Oil of Kapuk (*Ceiba pentandra* Gaertn.) Tree of Different Provenances from the Northern Part of Cameroon, *International Journal of Agriculture Innovations and Research*, 6(2), 275-278.
- Patil, P.D., Gude, V.G., Deng, S. (2009). Biodiesel Production from *Jatropha curcas*, Waste Cooking, and *Camelina sativa*. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 48, 10850-10856.
- Putri, E.M.M., Rachimoallah, M., Santoso, N., Pradana, F. (2012). Biodiesel Production from Kapuk Seed Oil (*Ceiba Pentandra*) Through the Transesterification Process by Using Cao as Catalyst. *Global Journal of Researches in Engineering*, 12(2), 1-5.
- Ramaraju, A., Kumar, A.T.V. (2011). Biodiesel Development from High Free Fatty Acid Punnakka Oil. *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 6(4), 1-6.
- Sadowska, J., Johansson, B., Johannessen, E., Friman, R., Broniarz-Press, L., Rosenholm, J.B. (2008). Characterization of Ozonated Vegetable Oils by Spectroscopic and Chromatographic Methods. *Chemistry and Physics of Lipids*, 151, 85-91.
- Sanford, S.D., White, J.M., Shah, P.S., Wee, C., Valverde, M.A., Meier, G.R. (2009). *Technical Report: Feedstock and Biodiesel Characteristics Report*. Iowa Renewable Energy Group Inc., 1-136.
- Vedharaj, S., Vallinayagam, R., Yang, W.M., Chou, S.K., Chua, K.J.E., Lee, P.S. (2013). Experimental Investigation of kapuk (*Ceiba pentandra*) Oil Biodiesel as an Alternate Fuel for Diesel Engine. *Energy Conversion and Management* 75, 773-779.
- Yan, S., Kim, M., Mohan, S., Salley, S.O., Simon, K.Y. (2010). *Effects of Preparative Parameters on the Structure and Performance of Ca-La Metal Oxide Catalysts for Oil Transesterification*. Wayne State University, USA: National Biofuels Energy Laboratory.