METIL ESTER MINYAK KELAPA MURNI YANG TELAH DIEKSTRAK SENYAWA FENOLIK DENGAN VARIASI WAKTU TRANSESTERIFIKASI***TRANSESTERIFICATION OF METHYL ESTER VIRGIN COCONUT OIL THAT HAS BEEN EXTRACTED PHENOLIC COMPOUNDS WITH A VARIATION OF ESTERIFICATION TIME*****Judith Henny Mandei, Mariati Edam, Yunita Assah, Ardy Makalalag, Doly Silaban**Balai Riset dan Standardisasi Industri Manado
Jalan Raya Mapanget Paniki Dua Manado, 95257
Email: nenimandei@yahoo.com

Diterima : 15-10-2020

Direvisi : 26-11-2020

Disetujui: 21-12-2020

ABSTRAK

Minyak kelapa murni yang telah diekstraksi senyawa minornya dapat dimanfaatkan melalui proses transesterifikasi. Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan waktu transesterifikasi yang optimal terhadap metil ester yang dihasilkan dalam proses transesterifikasi menggunakan katalis NaOH. Penelitian menggunakan metode percobaan. Transesterifikasi menggunakan katalis NaOH 1,25%, dengan variabel waktu transesterifikasi yaitu 1,5, 2,0 dan 2,5 jam, reaksi dilakukan pada suhu 60 °C. Waktu transesterifikasi yang optimal dalam pembuatan metil ester (sudah dimurnikan) adalah waktu transesterifikasi 1,5 jam dengan rendemen rata-rata 57,92%. Kadar metil ester produk hasil transesterifikasi berkisar antara 97,15-97,50% memenuhi syarat mutu SNI 7182:2012 yaitu minimum 96,5%. Senyawa utama dari produk metil ester adalah metil laurat dengan kisaran 33,07-34,76%. Waktu transesterifikasi mempengaruhi jumlah senyawa dalam komposisi metil ester.

Kata Kunci: katalis NaOH, metil ester, metil laurat, VCO, waktu transesterifikasi**ABSTRACT**

VCO that has been extracted with minor compounds can be utilized through the transesterification process. The purpose of this study was to obtain the optimal transesterification time for methyl esters produced in the transesterification process using sodium hydroxide catalyst. Research using experimental methods. Transesterification using a 1.25% sodium hydroxide catalyst, with a variable transesterification time of 1.5, 2.0 and, 2.5 hours, the reaction was carried out at 60 oC. The optimal transesterification time in making methyl ester (which has been purified) is the transesterification time of 1.5 hours with an average yield of 57.92%. The methyl ester content of the transesterified products ranged from 97.15 to 97.50% and fulfilled the quality requirements of SNI 7182: 2012, namely a minimum of 96.5%. The main compound of the methyl ester product is methyl laurate with a range of 33.07-34.76%. Transesterification time affects the number of compounds in the methyl ester composition.

Keywords: methyl ester, methyl laurate, NaOH catalyst, transesterification time, VCO**PENDAHULUAN**

Virgin Coconut Oil (VCO) atau minyak kelapa virgin menurut Badan Standardisasi Nasional (2008) didefinisikan sebagai minyak yang diperoleh dari daging buah kelapa (*Cocos nucifera* L.) tua yang segar dan diproses dengan diperas dengan atau tanpa penambahan air, tanpa pemanasan atau pemanasan

tidak lebih dari 60°C dan aman dikonsumsi manusia. Pada tahun 2017 tercatat luas areal tanaman kelapa untuk Provinsi Sulawesi Utara adalah seluas 271.640,98 Ha dengan produksi sebesar 255.239,54 ton, dan pada tahun 2018 tercatat luas areal tanaman kelapa seluas 263.506,29 Ha dengan produksi sebesar 281.123,39 ton (Badan Pusat Statistik, 2019).

Saat ini sedang berkembang proses ekstraksi senyawa-senyawa minor berupa fenolik yang terkandung di dalam VCO dan digunakan sebagai bahan sediaan farmasi dan kosmetika. Dalam proses ekstraksi jumlah VCO yang diambil (diekstrak) sekitar 20-25% sedangkan sisanya sekitar 80-90% belum dimanfaatkan (Muis, 2018). VCO yang telah diekstrak senyawa fenoliknya dapat menghasilkan metil ester melalui proses transesterifikasi. Transesterifikasi minyak nabati merupakan reaksi antara trigliserida dan alkohol menggunakan katalis untuk mempercepat reaksi menjadi metil atau etil ester. Dalam reaksi ini dihasilkan juga gliserol sebagai produk samping (Arbianti *et al.*, 2010). Di dalam VCO yang telah diekstrak komponen minornya masih terkandung asam laurat hingga 50 % berat.

Transesterifikasi minyak kelapa menjadi proses yang menentukan dalam menghasilkan metil ester (Pratiwi, 2015). Proses transesterifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya adalah katalis dan waktu transesterifikasi. Katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi adalah jenis katalis basa kuat seperti NaOH. Hasil penelitian Hikmah dan Zuliyana (2010) menyatakan bahwa waktu transesterifikasi memengaruhi produk metil ester yang dihasilkan. Waktu transesterifikasi optimal dalam menghasilkan metil ester dari minyak dedak adalah 60 menit (1 jam) menggunakan katalis NaOH. Sedangkan menurut Siskayanti *et al.* (2019) waktu transesterifikasi terbaik dalam pembuatan biodiesel/metil ester dari minyak lumut adalah 1,5 jam.

Penelitian tentang minyak kelapa murni yang telah diekstraksi senyawa minor, khususnya proses transesterifikasi menjadi metil ester belum pernah dilakukan. Berdasarkan hal tersebut diatas, maka dilakukan penelitian transesterifikasi metil ester dari VCO yang telah diekstrak senyawa fenoliknya menggunakan katalis NaOH dengan variabel waktu transesterifikasi. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan waktu transesterifikasi yang optimal terhadap metil ester yang dihasilkan dalam proses transesterifikasi menggunakan katalis NaOH.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Bahan utama yang digunakan untuk proses transesterifikasi adalah minyak kelapa murni/VCO (telah diekstrak senyawa fenoliknya), metanol 96 %, katalis natrium hidroksida, H₂SO₄ 10%, dan Na₂SO₄ anhidrat.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas piala, labu leher tiga, pendingin balik, *hot plate magnetic stirrer*, *waterbath*, Erlenmeyer, termometer, corong pisah, timbangan (*analytical balance*), *freezer*, *refrigerator* dan *Gas Chromatography-Mass Spectrometer with Auto-Injector & FID Detector type GCMS-QP 2010 Ultra* Shimadzu.

Metode Penelitian

Transesterifikasi (Pembuatan metil Ester)

Katalis NaOH sebanyak 5 gr dilarutkan dalam 100 ml metanol 96 % untuk membentuk natrium metoksida (NaO-CH₃) dan air, dengan reaksi:

Campuran katalis dan metanol kemudian dicampur dengan residu VCO sebanyak 300 ml. Seluruh campuran diaduk dengan menggunakan pengaduk listrik (*magnetic stirrer*), selanjutnya dimasukkan dalam *reactor batch* labu leher tiga. Labu leher tiga kemudian ditutup, diletakkan di dalam wadah *stainless steel* yang telah diisi air. Suhu *hot plate* diatur,

sehingga reaksi berlangsung pada suhu 60 °C selama 1,5; 2,0; dan 2,5 jam (sesuai perlakuan). Reaksi ini akan menghasilkan metil ester dan gliserol yang belum murni (kasar). Campuran metil ester dan gliserol dipisahkan menggunakan corong pemisah. Metil ester yang diperoleh dicuci dengan H₂SO₄ 10% untuk mendeaktivasi katalis NaOH. Hasil pencucian didiamkan sampai terbentuk dua lapisan. Air pencucian dengan H₂SO₄ dikeluarkan, selanjutnya aquades hangat ditambahkan agar sisa metanol, gliserol, H₂SO₄ dan pengotor-pengotor lainnya terpisah dari metil ester. Pencucian dengan air hangat dilakukan beberapa kali sampai air pencucian bersifat netral (pH 7). Metil ester yang telah dipisahkan dari pengotor, kemudian ditambahkan Na₂SO₄ anhidrat dengan tujuan untuk menyerap sisa air yang masih terikat dalam metil ester. Campuran metil ester dan Na₂SO₄ kemudian didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya dilakukan penyaringan untuk memisahkan metil ester dan Na₂SO₄. Metil ester kemudian disimpan dalam *freezer* sekitar 16 jam. Metil ester kemudian dipindahkan ke *refrigerator* pada suhu 5 °C (titik leleh metil laurat) selama 1,5 jam. Kemudian dilakukan penyaringan terhadap metil ester yang meleleh. Metil ester selanjutnya dikemas dan disimpan dalam botol untuk dianalisa. Prosedur ini memodifikasi metode yang dilakukan oleh (Ratnasari, 2013; Probowati *et al.*, 2012; Makalalag, 2018).

Parameter Uji

1) Residu VCO (VCO yang telah Diekstrak Senyawa Fenoliknya)

Kadar air sesuai metode uji SNI 7381:2008 (Badan Standardisasi Nasional, 2008: 11-12) dan kadar FFA juga sesuai metode uji dalam SNI 7381:2008 (Badan Standardisasi Nasional, 2008: 14), diuji di laboratorium Balai Riset dan Standardisasi Industri Manado.

2) Metil ester hasil reaksi transesterifikasi

Rendemen metil ester, mutu metil ester diuji di laboratorium pengujian SBRC Pusat Penelitian Surfaktan dan Bioenergi IPB Bogor, meliputi: densitas metode uji ASTM D4052-11, viskositas metode uji IK-40 Rheometer Brookfield, dan bilangan penyabunan, bilangan asam, bilangan Iod, kadar gliserol total serta kadar metil ester metode uji SNI 7182:2012 (Badan Standardisasi Nasional, 2012).

Dilakukan juga pengujian komposisi metil ester menggunakan *Gas Chromatography-MS*, diuji di laboratorium Balai Riset dan Standardisasi Industri Manado.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Bahan Baku Residu VCO

Hasil pengujian kadar air dan asam lemak bebas bahan baku residu VCO dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengujian residu VCO

No.	Parameter Uji	Satuan	Hasil (Rata-rata)
1.	Kadar Air	%	0,16
2.	Asam Lemak Bebas (ALB)	%	0,19

Tabel 1 menunjukkan bahwa mutu bahan baku residu VCO memiliki kadar air dan asam lemak bebas memenuhi syarat mutu SNI 7381:2008 VCO karena <0,2%. Mutu bahan baku minyak sangat mempengaruhi proses transesterifikasi minyak dan alkohol menjadi metil ester. Jika asam lemak bebas <2%, konversi minyak menjadi metil ester langsung dilakukan menggunakan proses transesterifikasi, sedangkan jika ALB >2%, harus dilakukan proses esterifikasi terlebih dahulu sebelum transesterifikasi karena jika tidak akan terjadi penyabunan. Menurut Rhofita (2015), kadar asam lemak bebas minyak yang tinggi dalam proses pembuatan biodiesel atau metil ester menyebabkan terjadinya reaksi saponifikasi yang akan berakibat pada penurunan kadar FAME (*fatty*

acid methyl ester). Salah satu faktor utama penentu keberhasilan produksi metil ester adalah kadar FFA atau ALB. Menurut Tiwari *et al.* (lihat Rhofita, 2015), kadar FFA minyak diatas 1% akan menurunkan tingkat rendemen yang dihasilkan dan meningkatkan pembentukan sabun, sehingga proses pemisahan biodiesel/metil ester dan gliserol menjadi sulit. Oleh sebab itu kadar FFA minyak diatas 1% tidak disarankan menggunakan katalis basa (reaksi transesterifikasi) secara langsung tanpa menurunkan kadar FFAny dengan menggunakan katalis asam (reaksi esterifikasi).

B. Produk Metil Ester

Hasil perhitungan rendemen metil ester menggunakan katalis NaOH 1,25% dapat dilihat pada Tabel 2. Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa rendemen metil ester yang dimurnikan menurun dengan bertambahnya waktu transesterifikasi dari 1,5 jam sampai 2,5 jam. Menurut Arbianti *et al.* (2010), konsentrasi metil ester meningkat seiring dengan kenaikan waktu transesterifikasi hingga mencapai waktu 1,5 jam.

Tabel 2. Rendemen metil ester (% b/b) menggunakan katalis NaOH 1,25% (b/b)

Ulangan	Waktu Transesterifikasi					
	1,5 jam		2,0 jam		2,5 jam	
	ME Kasar (%)	ME Murni (%)	ME Kasar (%)	ME Murni (%)	ME Kasar (%)	ME Murni (%)
1	66,09	57,18	68,40	52,50	68,00	55,00
2	68,09	57,26	75,00	58,50	69,00	58,75
3	66,19	58,17	74,50	57,50	68,00	57,25
4	67,71	60,00	74,75	57,50	66,50	55,00
5	66,10	56,98	73,75	58,25	68,75	57,50
Rerata	66,84	57,92	73,28	56,85	68,05	56,70

Semakin lama reaksi, akan menyebabkan tumbukan yang terjadi antara molekul tiap reaktan semakin lama, sehingga produk yang dihasilkan juga menjadi semakin banyak. Namun ada waktu optimal tercapainya kesetimbangan reaksi dalam menghasilkan produk metil ester. Pada transesterifikasi yang berlangsung lebih lama dari 1,5 jam (yaitu 2 dan 2,5 jam), terjadi penurunan konsentrasi metil laurat. Maka 1,5 jam menjadi waktu optimal tercapainya kesetimbangan reaksi pada penelitian ini. Lewat dari 1,5 jam, maka metil ester yang sudah terbentuk akan terhidrolisis oleh air membentuk asam lemak kembali. Air ini selain berasal dari etanol yang tidak murni (96% volume), juga terbentuk dari reaksi antara etanol dengan NaOH pada saat preparasi katalis. Campuran tampak keruh ketika berlangsung lebih dari 1,5 jam, sehingga mendukung kemungkinan telah terjadi hidrolisis metil ester yang didapatkan. Menurut Hikmah dan Zuliyana (2013), waktu transesterifikasi yang terlalu lama sisa asam lemak bebas yang tidak ikut bereaksi akan bereaksi dengan NaOH membentuk sabun. Adanya sabun pada reaksi transesterifikasi akan menghambat pembentukan produk (metil ester).

Dari Tabel 2 juga dapat dilihat bahwa rendemen metil ester murni hasil transesterifikasi menggunakan katalis NaOH 1,25% paling tinggi diperoleh pada waktu transesterifikasi 1,5 jam yaitu rata-rata 57,92% dan makin menurun dengan bertambahnya waktu transesterifikasi sampai 2,5 jam. Hal ini berarti bahwa waktu transesterifikasi memengaruhi rendemen hasil metil ester. Hal ini sejalan dengan hasil penelitian dari Faizalet *et al.* (2008) yang menyatakan bahwa akan terjadi penurunan berat dari hasil metil ester apabila waktu reaksi yang digunakan dalam proses transesterifikasi berlebihan. Hal ini terjadi karena adanya pembentukan sabun disebabkan reaksi balik atau reversibel, sehingga ada waktu transesterifikasi optimal

yang dibutuhkan untuk mendapatkan hasil optimal. Oleh karena itu semakin lama reaksi tidak menjamin hasil metil ester yang lebih banyak.

Hasil pengujian mutu metil ester yang dihasilkan melalui proses transesterifikasi menggunakan katalis NaOH 1,25 % (b/b) dengan perlakuan waktu transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 3. Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa waktu transesterifikasi tidak mempengaruhi densitas dari produk metil ester yang dihasilkan. Densitas metil ester yang diperoleh yaitu 0,86 g/cm³ memenuhi syarat mutu SNI 7182:2015 yaitu 0,85-0,89 g/cm³. Hal ini berarti metil ester yang diperoleh dari hasil transesterifikasi sudah terpisah dari gliserol karena keberadaan gliserol dalam biodiesel/metil ester memengaruhi densitas biodiesel/metil ester karena gliserol memiliki densitas yang cukup tinggi (1,26 g/cm³). Jika gliserol tidak terpisah dengan baik dari biodiesel/metil ester, maka densitas metil ester pun akan meningkat (Putra et al., 2012).

Tabel 3. Hasil pengujian mutu metil ester

Parameter	Waktu Transesterifikasi (Jam)			SNI 7182:2015
	1,5	2,0	2,5	
Densitas (g/cm ³)	0,86	0,86	0,86	0,85-0,89
Viskositas (cP, 30°C)	1,39	1,31	1,31	2,3-6,0 mm ² /s
Bilangan Asam (mg KOH/g)	2,53	1,20	1,65	0,5 maks
Bilangan Penyabunan (mg KOH/g)	285,00	285,85	286,17	-
Bilangan Iod (g-I ₂ /100 g)	2,53	1,03	5,79	115 g-I ₂ /100 g maks
Gliserol Total (%)	0,33	0,34	0,36	0,24 maks

Semakin lama waktu transesterifikasi viskositas metil ester cenderung makin menurun (Tabel 3). Hal ini sejalan dengan hasil penelitian dari Purwaningrum dan Sukaryo (2018) yang menyatakan bahwa lama waktu reaksi yang digunakan dalam proses transesterifikasi berbanding lurus dengan penurunan viskositas produk biodiesel yang dihasilkan. Waktu transesterifikasi 1,5 jam menghasilkan metil ester dengan viskositas tertinggi yaitu 1,39 cP (30°C). Untuk memisahkan gliserol dan metil ester dibutuhkan viskositas yang memenuhi syarat. Viskositas yang tinggi menyebabkan lambatnya pemisahan metil ester dan gliserol. Selain itu menurut Zahriyah (2009), viskositas metil ester berkaitan dengan kerapatan spesifik. Kerapatan spesifik yang tinggi menyebabkan viskositas tinggi, sehingga bahan bakar sulit mengalir dan akan memperlambat proses pembakaran. Viskositas yang dihasilkan dalam penelitian ini masih di bawah standar SNI Biodiesel. Viskositas rendah berarti bahan mudah mengalir, namun penggunaan bahan bakar yang mempunyai viskositas rendah dapat menyebabkan keausan pada bagian-bagian pompa bahan bakar, karena jika bahan bakar terlalu encer akan menyulitkan pembakaran dan menyebabkan kebocoran pada pipa injeksi. Apabila bahan bakar mempunyai viskositas tinggi, berarti tidak mudah mengalir sehingga kerja pompa dan kerja injektor menjadi berat (Lestari, 2017).

Bilangan asam dari metil ester hasil transesterifikasi lebih tinggi dari persyaratan mutu SNI Biodiesel (metil ester) karena berkisar dari 1,20-2,53 mg KOH/g (Tabel 3), sedangkan persyaratannya maksimal 0,5%. Hal ini terjadi karena dalam pemurnian metil ester hasil transesterifikasi digunakan H₂SO₄ 10%, untuk mendeaktivasi katalis NaOH. Dalam proses pencucian selanjutnya, digunakan air hangat sampai air cucian mempunyai pH netral, namun ternyata masih ada asam sulfat yang terikat pada produk metil ester. Menurut (Laila dan Oktavia, 2017) nilai angka asam dan viskositas yang terlalu tinggi dapat merusak performa mesin.

Bilangan penyabunan merupakan ukuran untuk melihat reaksi antara KOH dengan metil ester (Adhani *et al.*, 2016). Juga merupakan ukuran dari massa molekul relatif

rata-rata (panjang rantai) dari semua asam lemak yang terdapat dalam biodiesel/metil ester. Bilangan penyabunan biasanya dipengaruhi oleh berat molekul bahan. Bilangan penyabunan dari metil ester hasil proses transesterifikasi cenderung meningkat dengan makin bertambahnya waktu transesterifikasi, namun peningkatannya hanya kecil. Hal ini berarti waktu transesterifikasi hanya sedikit sekali mempengaruhi pembentukan sabun dari produk metil ester.

Bilangan iod menyatakan derajat ketidakjenuhan. Semakin besar bilangan iodnya maka semakin tinggi derajat ketidakjenuhannya. Bilangan iod yang tinggi merupakan sifat yang tidak menguntungkan untuk bahan bakar (Adhani *et al.*, 2016). Bilangan iod dari metil ester yang diperoleh memenuhi syarat mutu SNI Biodiesel (maksimal 115 g-I₂/100 g) karena berkisar dari 1,03-5,79 g-I₂/100 g (Tabel 3). Rendahnya nilai bilangan Iod berhubungan dengan bahan baku dari produk metil ester/biodiesel. Komposisi asam lemak dari bahan baku residu VCO sebagian besar terdiri dari asam lemak jenuh. Hal ini juga dapat dilihat dari nilai bilangan Iod minyak kelapa berkisar 7-12 g-I₂/100 g. Sedangkan hasil penelitian Suaniti *et al.* (2014), nilai bilangan Iod VCO adalah 5,1601 g-I₂/100 g minyak.

Kadar gliserol total produk metil ester hasil transesterifikasi berkisar antara 0,33-0,36%. Hasil ini melampaui syarat mutu SNI Biodiesel yaitu kadar gliserol total maksimal 0,24%. Hal ini berarti proses pemisahan antara metil ester dan gliserol belum berjalan cukup baik sehingga masih ada gliserol yang belum terpisah dan terikut dalam produk metil ester. Demikian juga dalam proses pemurnian metil ester masih ada sedikit gliserol yang masih terikat dalam produk metil ester, walaupun jumlahnya belum mempengaruhi densitas dari produk metil ester yang dihasilkan.

Selanjutnya dilakukan pengujian laboratorium kandungan metil ester untuk melihat tingkat kemurnian dari metil ester yang sudah dimurnikan. Hasil pengujian laboratorium rata-rata kadar metil ester dari contoh yang sudah dimurnikan dapat dilihat pada Tabel 4. Hasil analisis menunjukkan bahwa kandungan metil ester sedikit meningkat dengan makin bertambahnya waktu transesterifikasi (Tabel 4), namun peningkatannya tidak signifikan. Semua contoh metil ester memenuhi syarat mutu sesuai SNI 7182:2012 yaitu minimum 96,5%.

Tabel 4. Hasil pengujian kandungan metil ester murni hasil transesterifikasi menggunakan katalis NaOH 1,25% (b/b)

Parameter	Waktu Transesterifikasi (Jam)		
Metil Ester (%)	1,5	2,0	2,5
Rata-rata	97,21	97,31	97,46
SNI 7182:2012	Min. 96,5 %		

Selanjutnya komposisi/kandungan senyawa-senyawa yang ada dalam metil ester dari contoh yang sudah dimurnikan dilakukan pengujian menggunakan GC-MS. Kromatogram komposisi residu VCO dan metil ester hasil transesterifikasi 1,5, 2,0 dan 2,5 jam menggunakan katalis NaOH 1,25% dapat dilihat pada Gambar 1, 2, 3 dan 4. Kromatogram pada Gambar 2, 3, dan 4 memperlihatkan komposisi metil ester asam lemak hasil transesterifikasi menggunakan katalis NaOH 1,25%, dimana kandungan senyawa tertinggi adalah metil laurat/asam dodekanoat metil ester (C12:0) yaitu berkisar 33,07-34,76%. Dari keseluruhan kromatogram, senyawa metil laurat/asam dodekanoat metil ester (C12:0) merupakan senyawa utama yang terbentuk dari hasil transesterifikasi residu VCO. Hal ini terlihat dari puncak tertinggi yang ada pada semua kromatogram. Hasil ini sesuai dengan kromatogram bahan baku residu VCO (Gambar 1) dimana senyawa utama yang ada dalam residu VCO adalah asam laurat dengan kandungan 37,44%. Menurut Arbiанти *et al.* (2010) metil laurat merupakan bahan baku

atau bahan dasar bagi banyak industri, termasuk industri surfaktan, yang dapat diisolasi dari minyak kelapa.

Gambar 1, 3, 4 (kromatogram bahan baku residu VCO, dan kromatogram metil ester hasil transesterifikasi dengan waktu esterifikasi 2,0 dan 2,5 jam) terlihat bahwa ada 8 (delapan) senyawa yang terbentuk. Sedangkan pada Gambar 2 (kromatogram metil ester hasil transesterifikasi dengan waktu esterifikasi 1,5 jam) terbentuk 9 (sembilan) senyawa. Hasil penelitian dari Pontoh dan Makasoe (2011), kromatogram metil ester asam lemak dari VCO menggunakan beberapa metode menghasilkan 8 (delapan) senyawa yaitu metil ester asam lemak kaprilat (C8), kaprat C10), laurat (C12), miristat (C14), palmitat (C16), stearat (C18), oleat (C18:1) dan Linoleat (C18:2). Menurut Jazilah dan Arifah (2015), komposisi asam lemak minyak kelapa juga terdiri dari 8 (delapan) senyawa/asam lemak seperti asam lemak yang ada dalam VCO. Kedelapan senyawa ini sama dengan metil ester asam lemak yang dihasilkan menggunakan waktu transesterifikasi 2,0 dan 2,5 jam dan kromatogram bahan baku residu. Hal ini berarti bahwa pengeluaran atau ekstraksi senyawa minor (fenolik) pada VCO tidak mempengaruhi komposisi senyawa yang ada dalam bahan baku residu VCO, walaupun terjadi perubahan dalam kadar masing-masing senyawa.

Kromatogram Gambar 1, 3 dan 4 memperlihatkan pola yang mirip untuk semua senyawa yang ada dalam bahan baku residu VCO dan metil ester hasil transesterifikasi menggunakan katalis NaOH dengan waktu transesterifikasi 2,0 dan 2,5 jam. Dari kromatogram ini juga terlihat bahwa metil ester asam miristat dengan kadar berkisar antara 20,97 – 21,07 dan asam palmitat (12,76 – 13,67) merupakan senyawa yang cukup dominan ada dalam residu VCO dan metil ester hasil transesterifikasi 2,0 dan 2,5 jam selain metil laurat. Dengan kandungan metil laurat, metil miristat dan metil palmitat yang dominan dalam produk metil ester hasil transesterifikasi residu VCO, maka produk ini dapat dijadikan sebagai bahan baku dalam industri pangan, kosmetik maupun farmasi dan obat-obatan.

Gambar 1. Kromatogram Komposisi residu VCO menggunakan *Gas Chromatography-Spectrometer with auto injector & FID detector type : GCMS-QP2010 ultra* merek Shimadzu

Gambar 2. Kromatogram komposisi metil ester dengan katalis NaOH 1,25% waktu 1,5 jam menggunakan GC-MS with auto injector & FID detector Type : GCMS-QP2010 ultra merek Shimadzu

Gambar 3. Kromatogram komposisi metil ester dengan katalis NaOH 1,25% waktu 2,0 jam menggunakan GC-MS with auto injector & FID detector Type : GCMS-QP2010 ultra merek Shimadzu

Gambar 4. Kromatogram komposisi metil ester dengan katalis NaOH 1,25% waktu 2,5 jam menggunakan GC-MS with auto injector & FID detector Type : GCMS-QP2010 ultra merek Shimadzu

Menurut Prasath *et al.* (2021), yang menyelidiki aktivitas anti-virulen sinergis dari asam miristat (MA) dan asam palmitat (PA) terhadap dimorfik yang berbahaya *Candida* spp. (*C. albicans* dan *C. tropicalis*). Hasil in vitro dan qPCR mengungkapkan bahwa kombinasi MA-PA (asam miristat-asam palmitat) secara efektif menghambat berbagai aspek virulensi seperti biofilm, pembentukan hifa, sekresi protease aspartil, lipase, biosintesis ergosterol dan pembuangan obat. Metil oleat menjadi salah satu bahan yang sangat dibutuhkan saat ini karena peranannya sebagai bahan baku asam oleat. Asam lemak jenis oleat adalah *mono-unsaturated fatty acid* atau memiliki satu ikatan rangkap. Asam lemak tersebut dapat menurunkan kadar kolesterol darah, menurunkan resiko serangan jantung koroner serta dapat mengurangi resiko kardiovaskular dan juga stroke karena mampu menurunkan kadar LDL, trigliserida serta menaikkan kadar HDL (Dwiputra *et al.*, 2015 lihat Riskah *et al.*, 2019). Kadar metil oleat hasil transesterifikasi residu VCO berkisar 8,95 – 10,41.

Sedangkan dari Gambar 2 dapat dilihat bahwa pada komposisi metil ester yang diperoleh menggunakan waktu transesterifikasi 1,5 jam terdapat metil ester asam kaproat/asam heksanoat (C6) yang tidak terbentuk/tidak terdeteksi oleh kromatografi gas pada produk metil ester dengan waktu transesterifikasi 2,0 dan 2,5 jam. Namun pada komposisi metil ester yang diperoleh menggunakan waktu transesterifikasi 1,5 jam, tidak terbentuk senyawa metil miristat (C14), metil linoleat (C18-2) dan metil oleat (C18-1), yang justru terbentuk pada komposisi metil ester dengan waktu transesterifikasi 2,0 dan 2,5 jam. Hal ini berarti waktu transesterifikasi mempengaruhi komposisi metil ester asam lemak dari residu VCO. Menurut Jazilah dan Arifah (2015), komposisi metil ester asam lemak (biodiesel) dari minyak kelapa yang dianalisis menggunakan GC-MS menghasilkan 10 (sepuluh) senyawa, dengan komponen utama metil laurat yaitu sebesar 53,1%.

KESIMPULAN

Waktu transesterifikasi yang optimal dalam pembuatan metil ester (sudah dimurnikan) adalah 1,5 jam menggunakan katalis NaOH 1,25% dengan rendemen rata-rata 57,92%. Kadar metil ester produk hasil transesterifikasi berkisar antara 97,15 – 97,50% memenuhi syarat mutu SNI 7182:2012 yaitu minimum 96,5%. Senyawa utama dari produk metil ester adalah metil laurat dengan kisaran 33,07 – 34,76% menggunakan katalis NaOH 1,25%. Waktu transesterifikasi mempengaruhi jumlah senyawa dalam komposisi metil ester asam lemak.

DAFTAR PUSTAKA

- Adhani, L., Aziz, I., Nurbayti, S., Oktaviana, C.O., 2016. Pembuatan Biodiesel dengan Cara Adsorpsi dan Transesterifikasi dari Minyak Goreng Bekas. *J. Kim. Val.* 2, 71–80.
- Arbianti, R., Utami, T.S., Astri, 2010. Isolasi Metil Laurat dari Minyak Kelapa sebagai Bahan Baku Surfaktan Fatty Alcohol Sulfate (FAS). *Makara Technol. Ser.* 12, 61–64.
- Badan Pusat Statistik, 2019. Provinsi Sulawesi Utara Dalam Angka 2019, BPS Sulawesi Utara. Manado.
- Badan Standardisasi Nasional, 2008. Minyak Kelapa Virgin (VCO) SNI 7381:2008. BSN, Jakarta.
- Badan Standardisasi Nasional, 2012. Biodiesel SNI 7182:2012. BSN. Jakarta.
- Faizal, M., Maftuchah, U., Auriyani, W.A., 2008. Pengaruh Kadar Metanol, Jumlah Katalis, dan Waktu Reaksi pada Pembuatan Biodiesel dari Lemak Sapi melalui Proses Transesterifikasi. *J. Tek. Kim.* 19, 29–37.
- Hikmah, M.N., Zuliyana, 2010. Pembuatan Metil Ester (Biodiesel) dari Minyak Dedak dan Metanol dengan Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Jazilah, R., Arifah, N., 2015. Pembuatan Biodisel dari Minyak Kelapa dengan Katalis KOH, Ca(OH)_2 , dan Mg(OH)_2 Menggunakan Mikro (Microwave) secara Batch. Universitas Sepuluh November Surabaya.
- Laila, L., Oktavia, L., 2017. Kaji Eksperimen Angka Asam dan Viskositas Biodiesel Berbahan Baku Minyak Kelapa Sawit dari PT Smart Tbk. *J. Teknol. Proses dan Inov. Ind.* 2, 3–6.
- Lestari, N.F., 2017. Analisis Fisik Biodiesel Berbahan Baku Minyak Hasil Pengolahan Limbah Industri Pengalengan Ikan. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Makalalag, A., 2018. Pembuatan Metil Ester Dari Minyak Kelapa. *J. Penelit. Teknol. Ind.* 10, 67–74.
- Muis, A., 2018. Pengaruh Metode Pengolahan dan Umur Panen Kelapa terhadap Kualitas dan Kandungan Senyawa Fenolik Virgin Coconut Oil (VCO). *J. Penelit. Teknol. Ind.* 8, 97–106.
- Pontoh, J., Makasoe, L., 2011. Perbandingan Beberapa Metode Pembuatan Metil Ester Dalam Analisa Asam Lemak Dari Virgin Coconut Oil (Vco). *J. Ilm. Sains* 15, 241–247.
- Prasath, K.G., Alexpandi, R., Parasuraman, R., Pavithra, M., Ravi, A.V., Pandian, S.K., 2021. Anti-inflammatory potential of myristic acid and palmitic acid synergism against systemic candidiasis in *Danio rerio* (Zebrafish). *Biomed. Pharmacother.* 133, 111043.
- Pratiwi, D.A., 2015. Pengaruh Suhu dan Katalis CaO pada Sintesa Surfaktan Metil Ester Sulfonat Berbasis Crude Palm Oil dengan Agen Sulfonasi NaHSO_3 . Politeknik Negeri Sriwijaya. Palembang.
- Probowati, A., Giovanni, P.C., Ikhsan, D., 2012. Pembuatan Surfaktan dari Minyak Kelapa Murni (VCO) melalui Proses Amidasi dengan Katalis NaOH. *J. Teknol. Kim. dan Ind.* 1, 424–432.
- Purwaningrum, S.D., Sukaryo, 2018. Pengaruh Waktu Pemanasan pada Pembuatan Biodiesel

- dari Limbah Jeroan Ikan menggunakan Microwave. Semin. Nas. Edusainstek ISBN : 978, 192–198.
- Putra, R.P., Wibawa, G.A., Pantjawarni, P., Mahfud, 2012. Pembuatan Biodiesel Secara Batch dengan Memanfaatkan Gelombang Mikro. J. Tek. ITS 1, 34–37.
- Ratnasari, D.K., 2013. Optimasi Hasil Surfaktan dan Gliserol dari Minyak/Lemak Limbah Industri Krimer Ditinjau dari Suhu Pemanasan, Konsentrasi Katalis dan Lama Pemanasan. Universitas Kristen Satya Wacana. Salatiga.
- Rhofita, E.I., 2013. Penurunan Kadar Free Fatty Acid (FFA) pada Reaksi Esterifikasi dalam Proses Produksi Biodiesel : Kajian Waktu Reaksi dan Temperatur Reaksi. Ilmu-ilmu Tek. - Sist. 11, 39–44.
- Riskah, F., Ridhay, A., Mappiratu, Rahim, E.A., 2019. Produksi Metil Oleat melalui Reaksi Matanolisis Minyak Biji Kelor (*Moringa oleifera* Lam). J. Ris. Kim. 5, 1–8.
- Siskayanti, R., Kosim, M.E., Rozalina, A., 2019. Pengaruh Waktu Pemanasan Transesterifikasi Minyak Ekstrak Lumut Sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel. J. Konversi 8, 71-78.
- Suaniti, N.M., Manurung, M., Hartasiwi, N., 2014. Uji Sifat Virgin Coconut Oil (VCO) Hasil Ekstraksi Enzimatis terhadap Baerbagai Produk Minyak Kelapa Hasil Publikasi. J. Kim. 8, 171–177.
- Zahriyah, S., 2009. Esterifikasi Asam Lemak Bebas dalam Minyak Jelantah dengan Katalis TiO₂ Montmorillonit dan Pengaruhnya terhadap Biodisel yang Dihasilkan. Fak. MIPA. Sebelas Maret Surakarta.