

This file has been cleaned of potential threats.

If you confirm that the file is coming from a trusted source, you can send the following SHA-256 hash value to your admin for the original file.

78c24ae69a2eb15737ed32430324d07ee25ae8446944b422d26124947a5eacba

To view the reconstructed contents, please SCROLL DOWN to next page.

KARAKTERISTIK PRODUK DARI ESTERIFIKASI DENGAN BANTUAN GELOMBANG ULTRASONIK TERHADAP MINYAK BIJI KAPUK TEROZONASI

(Characterization of Ozonated Kapok Seed Oil from Esterification With Ultrasonic Waves)

Haryono, Engela Evy Ernawati, & Atiek Rostika Noviyanti

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran,
Jl. Raya Bandung Sumedang km. 21 Jatinangor Sumedang 45361, (022) 7797712

Email: haryono@unpad.ac.id

Diterima 12 Maret 2022, direvisi 16 Juni 2022, disetujui 21 Oktober 2022

ABSTRACT

The kapok seed oil is non-edible oil so it is very profitable as a raw material for making biodiesel. However, the kapok seed oil is dominated by long chain and unsaturated fatty acids. These types of fatty acids tend to reduce the quality of biodiesel, namely the low cetane number and trigger polymerization reactions during combustion. Ozonation could be applied to shorten the carbon chain and the number of double bonds in fatty acids from kapok seed oil. This research aims to study the effect of time of ozonation at preparation stage of kapok seed oil on biodiesel characteristics of esterification stage with the assistance of ultrasonic waves. The ozonation time was varied for 60, 90, and 120 minutes. The results showed that the longer the time of ozonation the kapok seed oil produced with the increased acid number. The greater acid number of the kapok seed oil was verified by the fatty acid composition of Gas Chromatography-Mass Spectroscopy analysis, showed that the fatty acid structure of the kapok seed oil became simpler. The esterification for 120 minutes to ozonated kapok 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/m³.

Keywords: Biodiesel, esterification, kapok seed oil, ozonation, ultrasonic waves

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 setana 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 untuk mempelajari pengaruh waktu 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 Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa, menunjukkan bahwa struktur asam lemak pada minyak biji kapuk menjadi lebih sederhana. Esterifikasi selama 30 menit terhadap minyak biji kapuk yang telah diozonasi menghasilkan fase minyak dengan bilangan asam 10,6 mg KOH/g, bilangan penyabunan 112 mg KOH/g, dan densitas 903 kg/m³.

Kata kunci: Biodiesel, esterifikasi, minyak biji kapuk, ozonasi, gelombang ultrasonik

I. 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). Energi jenis BBM (bahan bakar minyak) merupakan jenis energi yang mendominasi yaitu sebanyak 39% (BPPT, 2020). 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 & Ashok Kumar, 2011). Biomassa merupakan salah satu sumber energi paling penting yang bersifat terbarukan dan berkelanjutan (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 et al., 2010; van Gerpen et al., 2004). Salah satu sumber energi hayati potensial di Indonesia adalah minyak biji kapuk (*Ceiba pentandra*). Ketersediaan biji kapuk dapat diperkirakan dari produktivitas kapuk nasional. Produktivitas kapuk dari perkebunan rakyat berdasarkan data terakhir, tahun 2014, adalah sebanyak 55,3 ribu ton, sedangkan persentase biji kapuk pada satu gelondong buah kapuk sekitar 26–32% minyak, tergantung varietas tanaman kapuknya (Montcho et al., 2018; Nkouam et al., 2017). 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 et al., 2013).

Biodiesel dari minyak biji kapuk telah disintesis dalam satu tahap, yaitu transesterifikasi, dengan katalis kalium hidroksida (KOH) komersial dan diujicobakan pada mesin diesel dengan berbagai variasi formulasi campuran dengan minyak disel (Vedharaj et al., 2013). KOH alami telah digunakan pada transesterifikasi minyak biji kapuk menjadi biodiesel (Handayani et al., 2013). Haryono dan Marliani (2014) telah mensintesis biodiesel dari minyak biji kapuk melalui dua tahap reaksi, esterifikasi dan transesterifikasi, dengan katalis homogen (asam sulfat dan KOH) dan telah menguji karakteristik biosolar dari berbagai variasi formulasi campuran biodiesel dengan minyak disel. Katalis padat MgO/CaO telah diujicobakan pada sintesis biodiesel dari minyak biji kapuk, namun dengan rendemen biodiesel hanya sekitar 55,22% (Santoso et al., 2019). Pemanfaatan gelombang ultrasonik untuk membantu sintesis biodiesel dari minyak biji kapuk telah dilakukan oleh Suryanto et al. (2018) dan Widayat et al. (2013), namun pada kedua penelitian tersebut tidak

dilakukan tahap ozonasi sebagai upaya memperpendek rantai karbon dan mengurangi jumlah ikatan rangkap pada asam lemak dari struktur kimia biodiesel.

Komposisi asam lemak dan sifat kimia-fisik dari minyak biji kapuk bervariasi. Haryono dan Marliani (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 iodin 129,79 mg I₂/100 g minyak (Montcho et al., 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 et al., 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 et al., 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 (van Gerpen et al., 2004).

Biodiesel secara konvensional disintesis melalui tahap esterifikasi dan trans-esterifikasi katalitik, namun pada umumnya kedua tahap sintesis biodiesel tersebut diselenggarakan dalam waktu relatif lama, yaitu 1–2 jam (Amin, 2019; van Gerpen et al., 2004). Kebutuhan waktu pada tahap esterifikasi maupun tran-esterifikasi dalam sintesis biodiesel secara konvensional tersebut dapat direduksi dengan memanfaatkan bantuan gelombang ultrasonik (Badday et al., 2012). Ultrasonik adalah bagian gelombang suara yang frekuensinya di atas kemampuan pendengaran manusia, biasanya di atas 20 kHz (Oliveira et al., 2018). 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 (Koc, 2009).

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

II. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan Penelitian

Pada penelitian ini digunakan peralatan berupa: bejana ozonasi berpengaduk (volume maksimum 1.000 ml), labu leher tiga (volume maksimum 1.000 ml) untuk pelaksanaan *degumming* dan esterifikasi, *ozone generator* (Ozone S2Q-OZ/2, kapasitas laju alir 7,56 l/menit), pendingin balik, corong pisah, seperangkat alat distilasi, alat sentrifugasi (LCH-LSC-0406D, 6 wells, 100–4000 rpm), seperangkat alat gelas untuk analisis sifat kimia fisik (bilangan asam dan bilangan penyabunan), piknometer (Iwata, 5 mL), viskometer Brookfield (Ametek, tipe LVT, min. 1 mPa·s), dan instrumen Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa (Shimadzu QP 2010 ULTRA).

Bahan utama pada penelitian ini adalah minyak biji kapuk (*Ceiba pentandra*) dari daerah Terboyo, Semarang, Jawa Tengah. Bahan kimia sebagai pendukung untuk pelaksanaan pereaksian dan analisis kimia digunakan: asam fosfat 85% (BrataChem, Bandung), metanol (*pure grade*, Sigma-Aldrich), asam sulfat (H_2SO_4 98%, Sigma-Aldrich), kalium hidroksida anhidrat ($KOH \geq 99,95\%$, Sigma-Aldrich), asam klorida (HCl 37%, Sigma-Aldrich), dan akuades.

B. Prosedur Penelitian

Pada penelitian ini minyak biji kapuk (*C. pentandra*) 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.

Pada tahap *degumming*, sejumlah tertentu minyak biji kapuk dipanaskan di dalam labu leher tiga dilengkapi pendingin balik 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 3.500 rpm selama 25 menit, lalu disaring untuk memisahkan *gum* dari minyak. Tahap *degumming* dilakukan dengan merujuk pada metode yang dilaporkan oleh van Gerpen et al.

(2004). Minyak biji kapuk dari tahap *degumming* selanjutnya dianalisis sifat kimia-fisiknya (bilangan asam, bilangan penyabunan, densitas, dan viskositas) dengan merujuk pada SNI 7182:2015 tentang Biodiesel (Standar Nasional Indonesia, 2015) dan komposisi asam lemaknya dengan instrumen Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa.

Minyak biji kapuk hasil *degumming* kemudian dimasukkan ke dalam bejana ozonasi yang dilengkapi pengaduk (Sadowska et al., 2008). 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 (Standar Nasional Indonesia, 2015; Sadowska et al., 2008).

Pada tahap akhir, minyak biji kapuk dari tahap ozonasi dengan karakteristik paling optimum (bilangan asam, bilangan penyabunan, densitas, dan viskositas, serta diverifikasi oleh hasil analisis dengan KG-SM) selanjutnya diesterifikasi dengan bantuan gelombang ultrasonik untuk mengkonversi asam lemak bebas dari minyak menjadi metil ester (biodiesel). Minyak biji kapuk terozonasi dan metanol dengan rasio mol 1:6 dimasukkan ke dalam bejana reaktor yang telah dilengkapi *ultrasonic generator*. H_2SO_4 98% sebanyak 1% (v/v) ditambahkan ke dalam campuran minyak dan metanol sebagai katalis. Campuran reaktan dan katalis direaksikan pada suhu 60°C selama 30 menit dengan bantuan ultrasonik pada frekuensi 35 kHz (Widayat et al., 2013). Hasil reaksi esterifikasi (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 akuades, dan pengeringan. Fase minyak setelah dimurnikan selanjutnya dianalisis sifat kimia-fisiknya, meliputi bilangan asam, bilangan penyabunan, dan densitas dengan merujuk pada SNI 7182:2015 tentang Biodiesel (Standar Nasional Indonesia, 2015).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

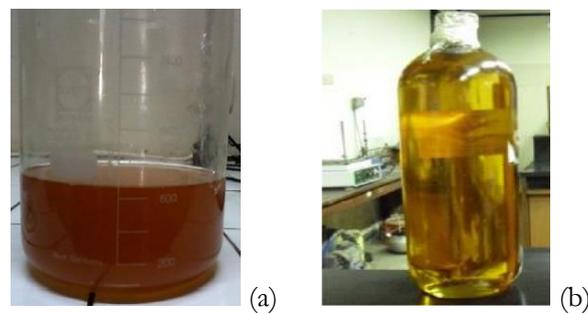
A. Karakteristik Minyak Biji Kapuk Setelah *Degumming*

Keberadaan *gum* pada minyak nabati, termasuk minyak biji kapuk, mempengaruhi penampilan fisik dari minyak (Sanford et al., 2009). 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 (van Gerpen et al., 2004).

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 et al., 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 et al., 2009).

Densitas minyak dipengaruhi oleh persentase ikatan karbon rangkap dua dari asam lemak penyusun minyak. Minyak yang mengandung asam lemak tak jenuh berupa ikatan rangkap dua sebanyak lebih dari 25% pada tiap struktur molekul dari minyak menunjukkan keterkaitan dengan peningkatan densitas minyak tersebut (Sanford et al., 2009).



Gambar 1. Penampilan fisik minyak biji kapuk sebelum (a) dan setelah (b) tahap *degumming*
Figure 1. The physical appearance of kapok seed oil before (a) and after (b) *degumming* stage

Tabel 1. Sifat kimia-fisik minyak biji kapuk setelah *degumming*
Table 1. Physicochemical properties of kapok seed oil after *degumming*

Parameter Uji (<i>Tested parameters</i>)	Satuan (<i>Unit</i>)	Nilai (<i>Values</i>)
Bilangan asam (<i>Acid number</i>)	mg KOH/g	17,11
Bilangan penyabunan (<i>Saponification number</i>)	mg KOH/g	78,84
Densitas pada 40°C (<i>Density at 40°C</i>)	kg/m ³	907,5
Viskositas pada 40°C (<i>Viscosity at 40°C</i>)	mm ² /s	30,09
Kadar asam lemak bebas (<i>Free fatty acid content</i>)	%	8,56

Penelitian lain menyatakan bahwa viskositas dan densitas minyak biji kapuk berturut-turut sebesar 31,2 mm²/s dan 923,2 kg/m³ (Vedharaj et al., 2013), sedangkan Montcho et al. (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 khromatografi gas-spektroskopi massa (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.

Perbedaan komposisi asam lemak dari minyak biji kapuk dijumpai pada hasil penelitian Montcho et al. (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

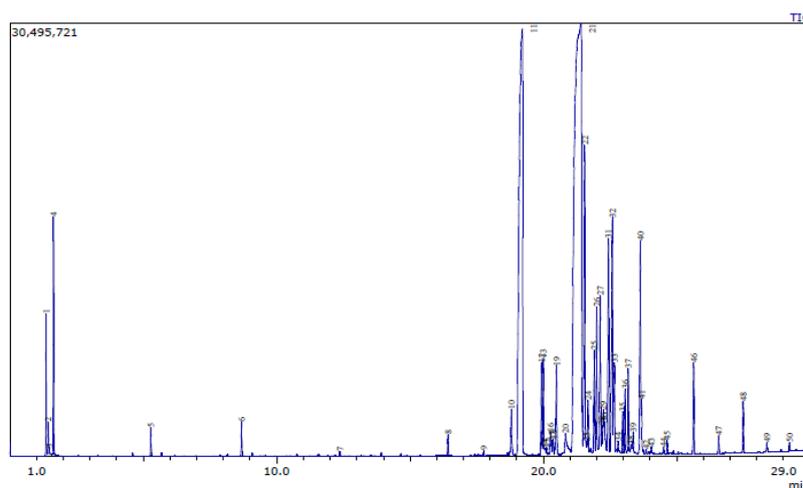
asam linoleat sebanyak 20,95%, kemudian disusul oleh asam oleat sebanyak 18,82%.

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 et al., 2012). Perbedaan jenis dan komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk dan juga minyak nabati lainnya merupakan fakta yang biasa terjadi sebagai akibat perbedaan iklim, varietas tanaman, masa panen, dan metode penyiapan (Moser, 2009).

B. Pengaruh Lama Ozonasi Terhadap Karakteristik Minyak Biji Kapuk

Ozonasi terhadap minyak biji kapuk setelah *degumming* 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. Pada ozonasi terhadap minyak, terjadi reaksi heterogen gas-cair antara ozon dengan minyak. Pada reaksi heterogen tersebut diperlukan waktu yang cukup untuk terjadinya absorpsi ozon ke dalam fase minyak untuk kemudian terjadi reaksi pada ikatan karbon tak jenuh (Sadowska et al., 2008). Oleh karena itu, seiring lamanya tahap ozonasi terhadap minyak biji kapuk dihasilkan minyak kapuk dengan bilangan asam lebih tinggi. Pengaruh lama waktu ozonasi terhadap perubahan bilangan asam dari minyak kapuk ditampilkan pada Gambar 3.



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

Figure 2. Chromatogram of fatty acid composition by GC-MS of kapok seed oil after *degumming*

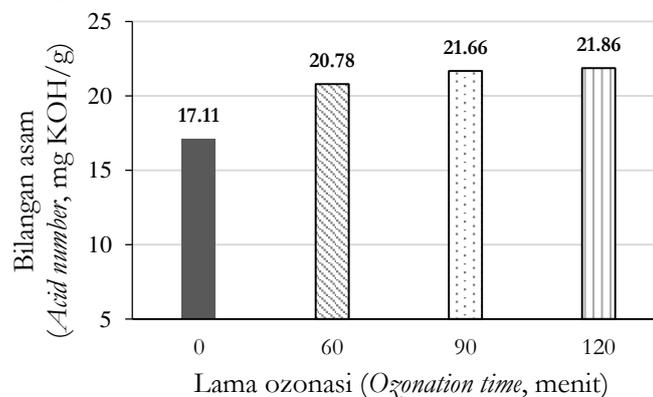
Tabel 2. Jenis dan komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk setelah *degumming*
Tabel 2. Types and composition of fatty acids in kapok seed oil after *degumming*

Jenis Asam Lemak (Types of fatty acids)	Nomor Puncak (Number of peak)	Kadar (Content, %)
Asam lemak jenuh (Saturated fatty acids):		
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
Total asam lemak jenuh (Total of saturated fatty acids):		30,97
Asam lemak tak jenuh (Unsaturated fatty acids):		
Asam palmitoleat (C16:1)	10	0,54
Asam linoleat (C18:2)	12, 19-20, 24-29, 35-36	8,22
Asam oleat (C18:1 cis)	13, 21, 30-31	47,23
Asam gadoleat (C20:1)	39	0,28
Asam nervonat (C24:1)	43	0,06
Asam elaidat (C18:1 trans)	44	0,06
Total asam lemak tak jenuh (Total of unsaturated fatty acids):		56,39

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 et al., 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.

Hasil penelitian ini bersesuaian dengan penelitian Sadowska et al. (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 ozonasi (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.



Gambar 3. Pengaruh lama ozonasi terhadap bilangan asam dari minyak biji kapuk
Figure 3. Effect of ozonation time on acid number of kapok seed oil

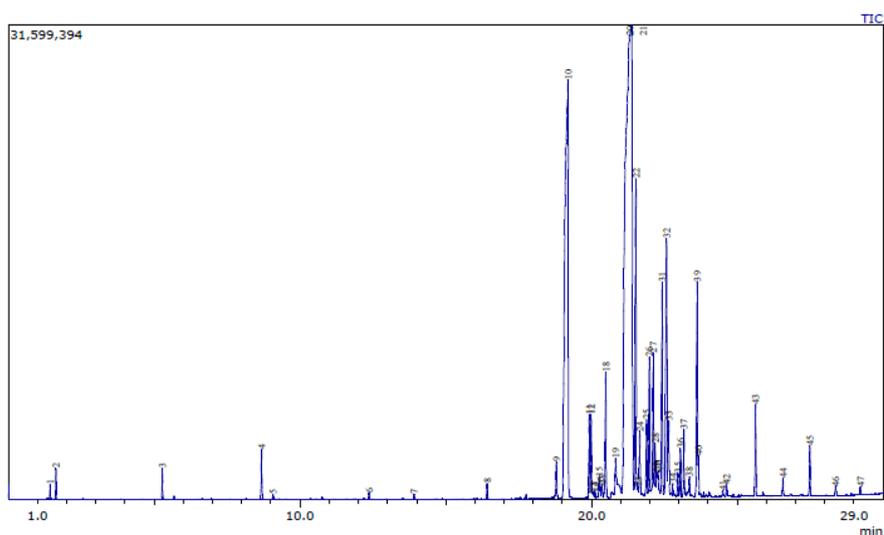
Tabel 3. Sifat kimia-fisik dari minyak biji kapuk sebelum dan setelah ozonasi selama 120 menit
Table 3. Physicochemical properties of kapok seed oil between before and after ozonation for 120 minutes

Parameter Uji (Tested parameters)	Satuan (Unit)	Nilai (Values)	
		Sebelum (Before)	Setelah (After)
Bilangan asam (Acid number)	mg KOH/g	17,11	21,86
Bilangan penyabunan (Saponification number)	mg KOH/g	78,84	99,59
Densitas pada 40°C (Density at 40°C)	kg/m ³	907,5	906,0

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. Peningkatan bilangan penyabunan minyak biji kapuk setelah ozonasi 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 et al., 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.

Hasil analisis komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk sebagaimana 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%. 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.



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

Figure 4. Chromatogram of fatty acid composition by GC-MS of kapok seed oil after ozonation for 120 minutes

Tabel 4. Jenis dan komposisi asam lemak pada minyak biji kapuk setelah ozonasi selama 120 menit
Tabel 4. Types and composition of fatty acids in kapok seed oil after ozonation for 120 minutes

Jenis Asam Lemak (Types of fatty acids)	Nomor Puncak (Number of peak)	Kadar, % (Content, %)
Asam lemak jenuh (Saturated fatty acids):		
Asam kaprat (C10:0)	4	0,52
Asam miristat (C14:0)	8	0,16
Asam palmitat (C16:0)	10	19,42
Asam margarat (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
Total asam lemak jenuh (Total of saturated fatty acids):	30,69	
Asam lemak tak jenuh (Unsaturated fatty acids):		
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
Total asam lemak tak jenuh (Total of unsaturated fatty acids):	45,88	

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. 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.

C. 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. Pada tahap esterifikasi ini biodiesel sudah terbentuk sebagai hasil reaksi antara asam lemak bebas dengan alkohol sederhana.

Esterifikasi terhadap minyak biji kapuk terozonasi pada penelitian ini dilakukan dengan bantuan gelombang ultrasonik pada frekuensi 35 kHz selama 30 menit. Aplikasi gelombang ultrasonik pada sintesis biodiesel, salah satunya pada tahap esterifikasi, akan memfasilitasi homogenitas antar reaktan katalis dengan lebih baik melalui kavitas akustik. Kavitas akustik merupakan mekanisme serial berupa pertumbuhan atau pembentukan kemudian diikuti dengan pemecahan gelembung kavitas secara hebat/mendadak, akibatnya dihasilkan peningkatan suhu dalam media reaksi (Oliveira et al., 2018). Peningkatan suhu media reaksi tersebut secara kinetika reaksi akan mempercepat laju reaksi. Pada sebagian kasus reaksi dalam fase cair digunakan gelombang ultrasonik dengan frekuensi pada rentang 20 sampai 50 kHz, tergantung pada waktu reaksi dan karakteristik reaktan serta katalis (Oliveira et al., 2018). Sifat kimia-fisik dari produk fase minyak pada tahap esterifikasi tersebut setelah pemurnian ditampilkan pada Tabel 5.

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

Tabel 5. Sifat kimia-fisik fase minyak dari esterifikasi minyak biji kapuk terozonasi
Table 5. Physicochemical properties of oil phase from esterification of ozonated kapok seed oil

Parameter Uji (<i>Tested parameters</i>)	Satuan (<i>Unit</i>)	Nilai (<i>Values</i>)	SNI Biodiesel*
Bilangan asam (<i>Acid number</i>)	mg KOH/g	10,58	Maks. 0,5
Bilangan penyabunan (<i>Saponification number</i>)	mg KOH/g	112,0	-
Densitas pada 40°C (<i>Density at 40°C</i>)	kg/m ³	903,0	850-890

Keterangan (*Remarks*): * SNI 7182:2015 tentang Standar Mutu Biodiesel Indonesia (*SNI 7182:2015 Indonesian Biodiesel Quality Standards*)

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). Fase minyak dari hasil esterifikasi pada penelitian ini masih memiliki karakteristik mutu di luar standar mutu biodiesel Indonesia (SNI 7182-2015) dalam parameter bilangan asam dan densitas. Hal tersebut menunjukkan bahwa pada tahap esterifikasi, asam lemak bebas belum terkonversi secara optimum menjadi biodiesel, sedangkan trigliserida pada minyak biji kapuk tidak bereaksi dengan metanol dalam reaksi dengan katalis asam.

III. KESIMPULAN

A. 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, namun demikian fase minyak dari esterifikasi masih memiliki kadar asam lemak bebas yang belum memenuhi syarat untuk

dilanjutkan ke tahap transesterifikasi dengan katalis basa homogen.

B. Saran

Kondisi operasi pada tahap esterifikasi dengan bantuan gelombang ultrasonik, seperti: lama reaksi, rasio molar antar reaktan, dan kadar katalis, perlu dipelajari lebih lanjut agar diperoleh kondisi optimumnya. Efektivitas pengontakan antar reaktan dan katalis dengan bantuan gelombang ultrasonik pada tahap esterifikasi juga perlu dipelajari lebih lanjut.

KONTRIBUSI PENULIS

Ide, desain, dan rancangan percobaan dilakukan oleh HR; percobaan dan perlakuan pengujian dilakukan oleh HR dan EE; pengumpulan data dan analisis data dilakukan oleh HR dan EE; penulisan manuskrip oleh HR; perbaikan dan finalisasi manuskrip dilakukan oleh HR dan ARN.

DAFTAR PUSTAKA

- Almeida, D. T. de, Viana, T. V., Costa, M. M., Silva, C. de S., & 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*(suppl 1), 211–217. doi: 10.1590/fst.43317.
- Amin, A. (2019). Review of diesel production from renewable resources: Catalysis, process kinetics and technologies. *Ain Shams Engineering Journal*, *10*(4), 821–839. doi: 10.1016/j.asej.2019.08.001.
- Badday, A. S., Abdullah, A. Z., Lee, K. T., & Khayoon, M. S. (2012). Intensification of biodiesel production via ultrasonic-assisted process: A critical review on fundamentals and recent development. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, *16*(7), 4574–4587. doi: 10.1016/j.rser.2012.04.057.
- BPPT. (2020). *Outlook Energi Indonesia 2020*.
- Chung, J. N. (2013). Grand challenges in bioenergy and biofuel research: Engineering and technology development, environmental

- impact, and sustainability. *Frontiers in Energy Research*, 1(SEP), 1–4. doi: 10.3389/fenrg.2013.00004.
- Ganduglia, F. (2009). *Handbook on biofuels* (1st ed.). Interamerican Institute for Agricultural Cooperation. <http://books.google.com/books?id=VMaxPM4YK8cC&pgis=1>.
- Handayani, N. A., Santosa, H., Sofyan, M., Tanjung, I., Chyntia, A., Putri, P. A. R. S., & Ramadhan, Z. R. (2013). Biodiesel production from kapok (*Ceiba pentandra*) seed oil using naturally alkaline catalyst as an effort of green energy and technology. *International Journal of Renewable Energy Development*, 2(3), 169–173. doi: 10.14710/ijred.2.3.169-173.
- Haryono, & Marliani. (2014). Analisis mutu biosolar pada variasi formulasi blending biodiesel dari minyak kapok dengan minyak solar. *Eksverg*, 11(2), 24. doi: 10.31315/e.v11i2.343.
- Hayyan, A., Alam, M. Z., Mirghani, M. E. S., Kabbashi, N. A., Hakimi, N. I. N. M., Siran, Y. M., & Tahiruddin, S. (2010). Production of biodiesel from sludge palm oil by esterification process. *Energy and Power Engineering*, 4(1), 11–17.
- Knothe, G., Gerpen, J. V., & Krahl, J. (2005). *The biodiesel handbook*. Champaign, Illinois, USA: AOCS Press.
- Koc, A. B. (2009). Ultrasonic monitoring of glycerol settling during transesterification of soybean oil. *Bioresource Technology*, 100(1), 19–24. doi: 10.1016/j.biortech.2008.05.037.
- Montcho, P. S., Tchiakpe, L., Nonviho, G., Théomaine, F., Bothon, D., Sidohoude, A., Pascal, C., Dossa, A., Bessieres, D., Chrostowska, A., Codjo, D., & Sohounhloue, K. (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. doi: 10.5897/JPTAF2018.0141.
- Moser, B. (2009). Biodiesel production, properties, and feedstocks. In *Vitro Cell.Dev.Biol.-Plant*, 45(January), 229–266. doi: 10.1007/978-1-4419-7145-6.
- Nkouam, G. B., Adjoh, G., Bertille, C., Leudeu, T., & Samples, A. B. (2017). Physico-chemical properties of fruits, seed and oil of kapok (*Ceiba pentandra* Gaertn.) tree of different provenances from the Northern Part of Cameroon. *International Journal of Agriculture Innovations and Research*, 6(2), 275–278.
- Nurnasari, E. (2018). Membuat sabun dari biji kapas dan kapok. Info Teknologi, Balai Penelitian Tanaman Pemanis Dan Serat, Balitbangtan Kementerian Pertanian RI.
- Oliveira, P. A., Baesso, R. M., Moraes, G. C., Avarenga, A. V., & Costa-Felix, R. P. B. (2018). Ultrasound methods for biodiesel production and analysis. In *Intech*, 11(tourism), 13. doi: 10.5772/intechopen.74303.
- Putri, E. M. M., Rachimoallah, M., Santoso, N., & Pradana, F. (2012). Biodiesel production from kapok seed oil (*Ceiba pentandra*) through the transesterification process by using CaO as catalyst. *Global Journal of Researches in Engineering Chemical Engineering*, 12(2), 6–11.
- Ramaraju, A., & Ashok Kumar, 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(2), 85–91. doi: 10.1016/j.chemphyslip.2007.10.004.
- Sanford, S., White, J., & Shah, P. (2009). Feedstock and biodiesel characteristics report. In *Renewable Energy Group Inc.* (Issue 2009). http://www.biodiesel.org/reports/20091117_gen-398.pdf.
- Santoso, A., Suryandari, A. S., Soe'eib, S., & Asri, N. P. (2019). Biodiesel production from kapok seed oil (*Ceiba Pentandra*) using MgO/CaO bimetallic oxide catalyst. *Asian Journal of Science and Technology*, 10(1), 9290–9294.
- Standar Nasional Indonesia. (2015). *Biodiesel SNI 7182:2015*.
- Suryanto, A., Zakir Sabara, H. W., Ismail, H., Artiningsih, A., Zainuddin, U., Almukmin, A., Nurichsan, U., & Niswah, F. W. (2018). Production biodiesel from kapok seed oil using ultrasonic. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 175(1), 0–6. doi: 10.1088/1755-1315/175/1/012023.
- van Gerpen, J., Shanks, B., Pruzko, R., Clements, D., & Knothe, G. (2004). Biodiesel production technology. In *National Renewable Energy Laboratory* (Issue July). doi: 10.1002/9783527809080.catatz01943.
- Vedharaj, S., Vallinayagam, R., Yang, W. M., Chou, S. K., Chua, K. J. E., & Lee, P. S. (2013). Experimental investigation of kapok (*Ceiba pentandra*) oil biodiesel as an alternate fuel for diesel engine. *Energy Conversion and Management*,

75, 773–779. doi: 10.1016/j.enconman.2013.08.042.
Widayat, Satriadi, H., Yuariski, O., & Murwono, D.
(2013). Biodiesel production from bulk frying

oil with ultrasound assisted. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*, 6(10), 1732–1739. doi: 10.19026/rjaset.6.3896.