

Mempelajari Reaksi Transesterifikasi Terkatalisis Kalsium Oksida

Nia Yuniar Kandou*, Sanusi Gugule, Anderson A. Aloanis

*Kimia, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95618, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 6 Juli 2020
Disetujui 26 Oktober 2020

Key word:
Transesterification reaction,
virgin coconut oil,
calcium oxide.

Kata kunci:
Reaksi Transesterifikasi,
virgin coconut oil,
kalsium oksida.

ABSTRACT

Research on the virgin coconut oil transesterification reaction catalyzed calcium oxide has been carried and determination of its characteristics include physico-chemical properties, analysis of reactions results using infrared spectrophotometer and gas chromatography-mass spectrometer (GCMS). The purpose of this research is to study the transesterification reaction catalyzed calcium oxide and find out its characteristics. VCO transesterification reaction catalyzed calcium oxide was carried out for 3 hours at a temperature 70°C with a catalyst of 1%. The results of this reaction have as much yield ; 39,89% and the alleged characteristic change due to new ester that is, density 0,88 g/mL, kinematic viscosity 2,73 mm²/s (cSt), acid number 0,59 mg KOH/g, ester number 148,43 mg KOH/g and peroxide number 4,27 mek O₂/kg. The results of infrared spectrophotometry analysis showed absorption bands for ester and GCMS analysis gave the peak of the compound suspected as ethyl ester with three peaks which had the most abundance in the form of ethyl laurate 58,32%, ethyl myristate 16,82% and ethyl palmitate 6,92%.

A B S T R A K

Penelitian mengenai reaksi transesterifikasi *virgin coconut oil* terkatalisis kalsium oksida telah dilakukan beserta penentuan karakteristiknya meliputi sifat fisiko-kimia, analisis hasil reaksi menggunakan spektrofotometer inframerah dan kromatografi gas-spektrometer massa (KGSM). Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari reaksi transesterifikasi terkatalisis kalsium oksida dan mengetahui karakteristiknya. Reaksi transesterifikasi VCO terkatalisis kalsium oksida dilakukan selama 3 jam pada temperatur 70°C dengan katalis sebanyak 1%. Hasil dari reaksi ini memiliki rendemen sebanyak 39,89% dan perubahan karakteristik yang diduga karena ada ester yang baru yaitu, massa jenis 0,88 g/mL, viskositas kinematik 2,73 mm²/s (cSt), bilangan asam 0,59 mg KOH/g, bilangan ester 148,43 mg KOH/g dan bilangan peroksida 4,27 mek O₂/kg. Hasil analisis spektrofotometri inframerah menunjukkan pita-pita serapan untuk senyawa ester serta analisis KGSM memberikan puncak senyawa yang diduga sebagai etil ester dengan tiga puncak yang memiliki kelimpahan terbanyak berupa etil laurat 58,32%, etil miristat 16,82% dan etil palmitat 6,92%.

*e-mail:
niayuniar.kandou98@gmail.com

Pendahuluan

Kelapa adalah tumbuhan yang dapat diolah untuk dijadikan minyak dimana minyak kelapa dapat digunakan sebagai bahan baku dalam reaksi transesterifikasi karena mengandung trigliserida. Komponen trigliserida dapat dipertahankan apabila minyak berada dalam keadaan murni. Asam lemak yang terdapat dalam *virgin coconut oil*

berupa asam Kaprilat, asam kaprat, asam laurat, asam miristat, asam palmitat, asam stearat, asam oleat dan asam linoleat [1]. Rendemen *virgin coconut oil* yang bisa didapatkan mencapai 20,28% dengan karakteristik yang memenuhi syarat untuk sampel dalam reaksi transesterifikasi [2].

Katalis heterogen dikembangkan untuk mengatasi masalah penggunaan katalis

homogen dan enzim [3]. Salah satu katalis heterogen yang dapat digunakan adalah kalsium oksida karena tidak larut dalam ester dan memiliki aktifitas katalis yang tinggi.

Bahan dan Metode

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *virgin coconut oil*, etanol p.a merck, KOH p.a merck, HCl p.a merck, fenolftalein p.a merck, kloroform p.a merck, asam asetat p.a 99,8%, KI p.a 99,5%, aquades 97%, kanji p.a, CaO p.a 97%, natrium tiosulfat p.a 97%. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini berupa, Seperangkat alat refluks, timbangan analitik, alat-alat gelas, hot plate, pipet tetes, botol vial, viskometer, piknometer, oven, furnace, batang pengaduk, spatula, ayakan 44 mesh, kertas saring whattman no.42, corong buchner, pompa vakum, corong biasa, wadah bening, selang, plastik bening, gunting, kain bersih, mixer, kromatografi gas-spektrometer massa dan spektrofotometer inframerah.

Pembuatan Virgin Coconut Oil

Virgin coconut oil dalam penelitian ini dibuat dengan memisahkan daging kelapa dan kulit arinya kemudian digiling. Setiap 1 Kg daging kelapa giling kemudian ditambahkan 1,5 liter air kelapa dan diperas untuk menghasilkan santan. Santan di diamkan hingga terbentuk dua lapisan kemudian ambil bagian atas dari lapisan tersebut dan mikser selama 1 jam dan dilanjutkan dengan fermentasi secara alami selama 10 jam [1]. Minyak yang diperoleh kemudian disaring dan ditentukan massa jenis, viskositas, bilangan asam, bilangan peroksida dan bilangan ester [4].

Preparasi Kalsium Oksida

Kalsium oksida 97% di haluskan dan diayak lalu di panaskan pada temperatur 800°C selama 2 jam. Hasil pemanasan tersebut kemudian didinginkan dalam desikator lalu ditimbang [5].

Reaksi Transesterifikasi

Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan menambahkan 1% kalsium oksida ke dalam etanol 98% dengan perbandingan mol minyak:alkohol yang digunakan dalam penelitian ini sebesar 1:12, waktu reaksi selama

3 jam pada temperatur 70°C. Setelah itu, dilakukan pemisahan katalis dengan cara disaring dan dilanjutkan dengan pencucian menggunakan aquades. Selanjutnya hasil pencucian dikeringkan pada temperatur 105°C [6]. Hasil ini kemudian dianalisis menggunakan IR dan KGSM

Hasil dan Pembahasan

Pembuatan virgin coconut oil

Zat pengemulsi dalam santan diganggu ikatannya dengan cara mengaduk santan tersebut dan dilanjutkan dengan fermentasi sehingga minyak dapat keluar. Waktu fermentasi dibatasi selama 10 jam untuk mencegah bilangan asam yang terlalu tinggi selain itu, pemanasan juga tidak dilakukan agar bilangan peroksida tidak terlalu tinggi ([tabel 1](#)).

Tabel 1. Karakteristik *virgin coconut oil*

Parameter	Karakteristik <i>Virgin Coconut Oil</i>
Rendemen	19,55 %
Massa Jenis Pada 40°C	0,92 g/mL
Kadar air	0,43 %
Viskositas Kinematik	9,61 mm ² /s (cSt)
Warna	Bening
Bau	Khas minyak kelapa
Bilangan Asam	0,49 mg KOH/g
Bilangan Peroksida	0,40 mekO ₂ /kg
Bilangan Ester	146,23mg KOH/g

Fermentasi dilakukan secara alami untuk menghindari bahan tambahan yang mungkin dapat mempengaruhi kualitas VCO selain itu, teknik ini juga lebih sederhana dibandingkan teknik pembuatan VCO lainnya. Dari karakteristik VCO yang disajikan pada [tabel 1](#), maka diketahui bahwa VCO yang dihasilkan dapat digunakan sebagai bahan baku dalam reaksi transesterifikasi karena syarat untuk bahan baku dengan katalis basa dalam reaksi transesterifikasi adalah kadar asam lemak bebas maksimal 3% dan kadar air harus dibawah 1% [7].

Preparasi Kalsium Oksida

Pada saat proses penghalusan tersebut kalsium oksida mungkin telah mengabsorbi senyawa yang ada di udara. Kalsium oksida

mudah mengabsorbsi uap air dan karbondioksida dari udara bahkan dalam rentan waktu 5 menit [8]. Akibat dari absorpsi tersebut adalah terbentuknya kalsium hidroksida dan kalsium karbonat dimana kedua senyawa tersebut dapat mengurangi aktifitas kalsium oksida yang akan bertindak sebagai katalis, sehingga dilakukan pemanasan untuk menguraikan kedua senyawa tersebut yang mungkin telah terbentuk. Hasil pemanasan kalsium oksida menunjukkan adanya massa yang hilang sebesar 0,08 gram yang diduga sebagai uap air dan karbondioksida.

Reaksi Transesterifikasi Terkatalisis Kalsium Oksida

Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan metode refluks pada temperatur 70°C. Reaksi antara kalsium oksida dan reaktan terjadi pada permukaan katalis maka dilakukan pengadukan saat reaksi ini berlangsung agar reaksi dapat berjalan dengan sempurna selama 3 jam karena interaksi yang terjadi antar partikel dalam larutan lebih cepat. Temperatur, waktu, rasio alkohol terhadap minyak, jenis dan jumlah katalis serta pengadukan sangat berpengaruh dalam reaksi transesterifikasi, oleh sebab itu hal-hal tersebut diperhatikan [9].

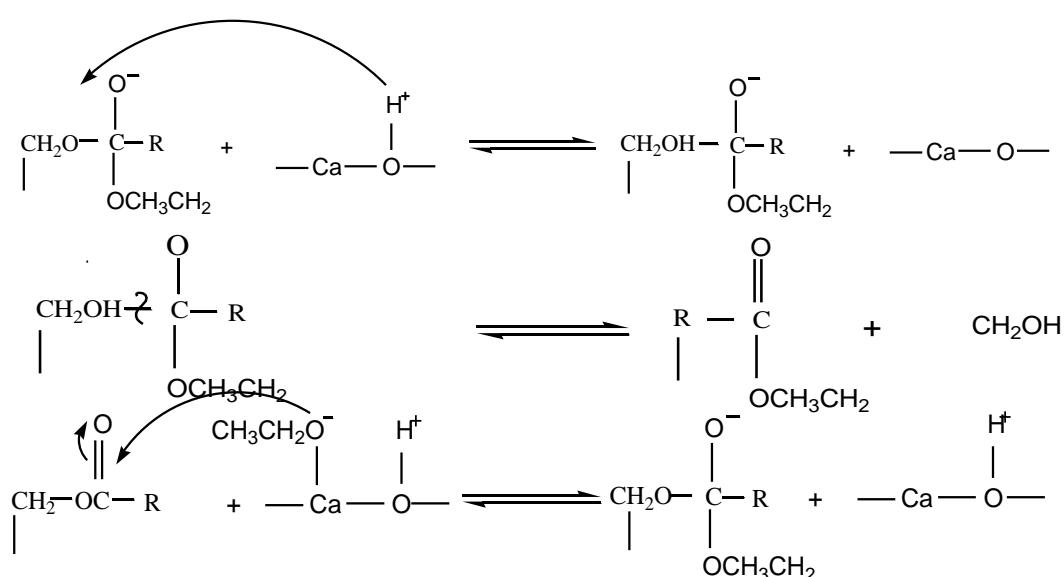
Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisis kalsium oksida ditunjukkan dalam [gambar 1](#) [10]. Asam laurat merupakan komponen asam lemak yang paling banyak dalam VCO, oleh sebab itu asam laurat diduga

jadi asam lemak yang paling banyak bereaksi untuk membentuk etil ester [10]. Penggunaan kalsium oksida sebagai katalis dalam reaksi ini sangat menurunkan kemungkinan terjadinya reaksi penyabunan karena katalis tidak dapat larut dalam reaktan akan tetapi persentase menurunnya rendemen dapat meningkat karena kemampuan kalsium oksida untuk mengabsorbsi. Kalsium oksida juga mudah untuk dipisahkan dari hasil reaksi yaitu dengan cara disaring meskipun terdapat partikel-partikel kalsium oksida berukuran sangat kecil yang masih terdapat pada hasil reaksi.

Karakteristik Hasil Reaksi Transesterifikasi Virgin Coconut Oil Terkatalisis Kalsium Oksida

Sifat Fisiko Kimia

Rendemen yang diperoleh sebesar 39,89%, hasil ini menunjukkan penurunan jika dibandingkan dengan rendemen transesterifikasi menggunakan katalis homogen yang disebabkan oleh terabsorbsinya reaktan kedalam kalsium oksida. Sementara itu, viskositas dan massa jenis mengalami penurunan yang diduga terjadi karena trigliserida telah pecah menjadi suatu etil ester. Viskositas dan massa jenis menurun jika rantai karbon semakin pendek yang mendukung reaksi transesterifikasi berhasil terjadi karena adanya pembentukan rantai yang mengikat asam lemak menjadi lebih pendek [11].



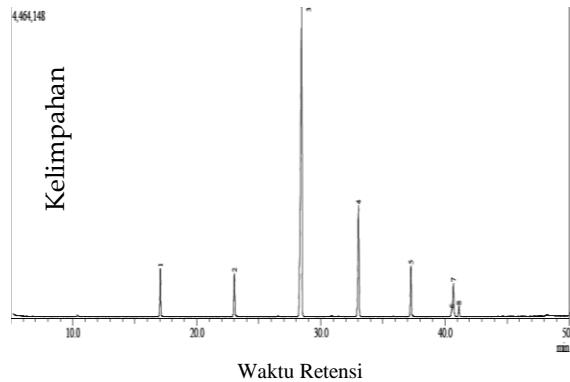
Gambar 1. Mekanisme reaksi transesterifikasi terkatalisis kalsium oksida

Tabel 2. Sifat Fisiko Kimia Hasil Reaksi Transesterifikasi Terkatalisis Kalsium Oksida

Parameter	Etil Ester Minyak Kelapa	Satuan
Rendemen	39,89	%
Massa jenis pada 40 °C	0,88	g/mL
Viskositas kinematik pada 40 °C	2,73	mm ² /s (cSt)
Bilangan asam	0,59	mg-KOH/g, maks
Bilangan ester	148,43	mg-KOH/g
Bilangan peroksida	4,27	mek O ₂ /kg

Parameter bilangan asam, bilangan peroksida dan bilangan ester mengalami kenaikan diduga karena adanya pemanasan pada saat refluks yang dilakukan pada temperatur 70°C selama 3 jam (**tabel 2**).

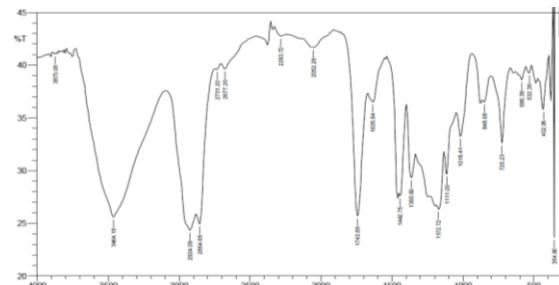
Analisis Kromatografi Gas-Spektrometri Massa



Gambar 2. Kromatogram hasil Reaksi Transesterifikasi VCO terkatalisis kalsium oksida.

Dari kromatogram yang diperoleh terdapat delapan komponen dalam sampel hasil reaksi transesterifikasi *virgin coconut oil* terkatalisis kalsium oksida dimana masing-masing memiliki waktu retensi 17,06 ; 23,03; 28,45; 33,04; 37, 27; 40,54; 40,69; dan 41,13. Delapan komponen tersebut diduga sebagai etil kaprilat, etil kaprat, etil laurat, etil miristat [12], etil palmitat [13], etil oleat [14] dan etil stearat [14] melalui pencocokan dengan fragmentasi

senyawa-senyawa yang tersedia dalam *data base* dan beberapa literatur. Dalam kromatogram hasil reaksi transesterifikasi terkatalisis kalsium oksida (**gambar 2**) terdapat tiga puncak yang dengan kelimpahan terbesar yaitu puncak tiga dengan kelimpahan 58,32% diduga sebagai etil laurat. Puncak empat dengan kelimpahan 16,82% dan puncak lima sebesar 6,92% diduga sebagai etil miristat dan etil palmitat.



Gambar 3. Spektrum inframerah hasil reaksi transesterifikasi VCO terkatalisis kalsium oksida.

Spektrofotometri Inframerah

Spektrofotometri inframerah digunakan untuk melihat gugus fungsi yang ada (**gambar 3**). Etil ester memiliki gugus-gugus fungsi yang dapat diketahui dengan spektrofotometri inframerah seperti C=O, C-O, C-H dan C-C (**tabel 3**).

Tabel 3. Interpretasi spektrum inframerah

Ikatan	Intensitas	Bentuk pita	Panjang Gelombang cm ⁻¹
O-H	Kuat	Tajam	3463,15
C-H sp ³	Kuat	Tajam	2924,09 dan 2854,65
C=O [13]	Kuat	Tajam	1743,65
Regangan C=C	Kuat	Lemah	1635,64
C-O	Kuat	Sedikit lebar	1172,72

Ikatan O-H muncul pada panjang gelombang sekitar 3462,22 cm⁻¹ dan ikatan C=C muncul pada panjang gelombang sekitar 1635,64 cm⁻¹ [15]. Selain itu, panjang gelombang 2840 cm⁻¹ - 3000 cm⁻¹ menunjukkan adanya ikatan C-H sp³, 1735 cm⁻¹ -1750 cm⁻¹ menunjukkan adanya serapan karbonil untuk

ester dan panjang gelombang 1250 cm^{-1} , 1205 cm^{-1} , 1175 cm^{-1} menunjukkan serapan C-O untuk ester yang mengikat asam lemak [16]. Serapan OH yang dihasilkan diduga karena masih adanya Ca(OH)_2 dalam hasil reaksi. Ca(OH)_2 tersebut diduga terbentuk karena adanya kandungan air dalam sampel meskipun sangat kecil.

Kesimpulan

Kalsium oksida dapat mengkatalisis reaksi transesterifikasi VCO dan etanol dan memberikan karakteristik fisiko-kimia serta analisis KGSM dan IR yang diduga merupakan etil ester dengan tiga puncak yang memiliki kelimpahan terbanyak berupa etil laurat 58,32%, etil miristat 16,82% dan etil palmitat 6,92%.

Daftar Pustaka

1. Gugule, S.; Fatimah,F., Karakterisasi Virgin Coconut Oil (VCO) Rempah. *Chemistry Progres*, **2010**, 3, (2).
2. Gugule, S.; Fatimah, F.; Maanari, P.C.; Tallei, E.T., Data on the Use of Virgin Coconut Oil and Bioethanol Produced From Sugar Palm Sap as Raw Materials for Biodiesel Synthesis. **2020**, 29, 105-199.
3. Semwal, S; Arora, A.K; Badoni, R.P; Tuli, D.K., Biodiesel Production Using Heterogeneous Catalyst. *Bioresource Technology*. **2011**, 102, (3), 2151-2161.
4. AOAC., Official Methods of Analysis, Assoc.Offic.Anal.Chem. Washington DC, **1990**.
5. Empikul, N.; Krasae, P.; Nualpaeng, W.; Yoosuk,B.; Faungnawakij, K., Biodiesel Production Over Ca-Based Solid Catalysts Derived Fromindustrial Wasters. *Fuel*. **2012**, 92,(1), 239-244.
6. Gugule, S; Maanari,P.C., Identification Of Major Components Of Ethyl Ester From Coconut Oil Trough Gas Chromatography-Mass Spectrometer. *Proceedings Of The Global Conference On Education And Science*. **2018**, 1, 116-119.
7. Murti, W.G.; Rahmawati,N.; Heriyanti, I.S.; Hastuti, D.Z., Optimasi Proses Produksi Biodiesel Dari Minyak Kelapa Sawit Dan Jarak Pagar Dengan Menggunakan Katalis Heterogen Kalsium Oksida. *Jurnal Energi dan Lingkungan*. **2015**, 11, (2), 91-100.
8. Granados, M. L.; Poves, M. Z.; Alonso, D. M.; Mariscal, R.; Galisteo, F. C.; Moreno-Tost, R.; Santamaría,J.; Fierro, J. L. G., Biodiesel From Sunflower Oil by Using Activated Calcium Oxide. *Applied Catalysis B: Environmental*, **2007**, 73, 3-4, 317-326.
9. Gashaw,A.; Getachew,T.; Teshita,A., A Review on Biodiesel Production As Alternative. *Fuel*, **2015**, 80-85.
10. Liu, X.; He,H.; Wang, Y.; Zhu, S.; Piao,X., Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. *Fuel*, **2008**, 87, 216-221.
11. Ratno.; Mawarani, J. L.; Zulkifli., Pengaruh Ampas Tebu sebagai Adsorbent pada Proses Pratreatment Minyak Jelantah terhadap Karakteristik Biodisel. *Jurnal Teknik Fisika*. **2013**, 2, (2), 2337-3539.
12. Alfy, El.T; Tantawy, M; Motal, A.A; Gamal, Z. F., Pharmacological Biological Study and GC/MS Analysis of the Essential Oil of The Aeril and the Alcohol Soluble Fraction of the N.Hexane Extract of the Flowers of Reichardia TingitanaL. *Canadian Journal of Pure and Applied Science*. **2015**, 9, 3167-3175.
13. Aisyah.; Riskayanti.; Novianti, I.; Sjamsiah.; Ilyas, A.; Chadijah, S., Produksi Etil Ester dari Minyak Dedak Padi (*Oryza sativa*) Menggunakan Reaktor Ultrasonik. *Al-Kimia*. **2018**, 6, (1), 34-35.
14. Jusman.; Setiaji, B.; Triyono.; Syoufian, A., Fractination Of Medim Chain Fatty Acid Ethyl Esters From Virgin Coconut Oil Via Transesterification and Distillation Under Reduced Pressure. *International Journal of Basics & Applied Science* **2013**, 13, (01), 60-64.
15. Al,Y.; Aisyah.; Suriani, Sintesis Etil Ester Dari Minyak Biji Kemiri (*Aleurites Mollucana*). *Al-Kimia*. **2015**, 3, (2), 100-109.
16. Silverstein, R.M.; Webster, F.X.; Kiemle, D.J., Spectrrometric Identification of Organic Compounds. 7th edition. John Wiley&Sons. New York, **2005**.



© 2020 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).