

# **PENGARUH TEMPERATUR DAN PENAMBAHAN METANOL PADA PROSES ESTERIFIKASI - TRANSESTERIFIKASI TERHADAP SIFAT-SIFAT MINYAK NYAMPLUNG**

## ***The Effect of Temperature and Methanol Addition in Esterification - Transesterification to Nyamplung Oil (*Calophyllum inophyllum*) Properties***

**Hastanto Bowo Woesono dan Kornelia Webliana**  
Fakultas Kehutanan Institut Pertanian Stiper Yogyakarta

### **ABSTRACT**

*The problem which has to be solved when using nyamplung oil (*Calophyllum inophyllum*) as an alternative fuel is the excessive content of free fatty acid in the oil. One way of reducing the free fatty acid in the oil is by esterification and transesterification process. Hence, the research is conducted to identify the effect of temperature and methanol addition on the esterification and transesterification processes on the nature of nyamplung oil and to assess the composing component of nyamplung oil.*

*The research was conducted in the laboratory of Forest Yield Technology and central laboratorium of INSTIPER. The steps included extraction, deguming, esterification I, esterification II and transesterification with the temperature variation of 60° C, 80° C, and 100° C and the mol comparison of nyamplung oil of 4:1, 5:1 and 6:1, and the examined parameters were water content, viscosity, acid level, soap level, free fatty acid content and iod level.*

*The result indicated that the temperature treatment and methanol addition significantly affected the nature of nyamplung oil after the transesterification. The analysis of nyamplung oil nature after the esterification I and esterification II indicated that the water contents were 0.38 and 0.21 %, the densities were 0.9630 and 0.9325 g/ml, the viscosities were 110 and 74.5 cP, the acid levels were 58.6893 and 31, 4359 KOH/g, the contents of free fatty acid were 29.5016 and 15.8017, the soaping levels were 192, 4127 dan 180, 2165 mg KOH/g, the iod levels were 68.7259 and 65. 9123 mg/g with the appearance of esterification I of dark and aqueous and esterification II reddish and aqueous. the nature of nyamplung oil after the transesterification process was that the water content was 0.1501%, the density was 0.8832 Wml, the viscosity was 51.1296 eP, the acid level was 9.8935 KOH/g, the free fatty acid content was 5.0168 %, the soaping level was 172.9321 KOH/g, the iold level was iod 77.4985 mg/g, with the appearance of yellow and aqueous.*

**Keywords:** *Temperature, methanol comparison, transesterification process, nyamplung oil properties*

### **PENDAHULUAN**

Bahan bakar hayati merupakan salah satu sumber energi alternatif yang akan menjadi masa depan dari bahan bakar kendaraan yang ada sekarang. Disaat cadangan minyak telah benar-benar habis, bahan bakar hayati akan menjadi pilihan yang sangat rasional karena secara alami bahan bakar hayati memiliki ciri yang membuatnya lebih unggul dalam hal pengadaan dibandingkan bahan bakar fosil serta dapat diperbaharui dan memiliki keuntungan dalam hal implikasi terhadap lingkungan. Namun penggunaan minyak nabati sebagai bahan bakar alternatif dapat berkompetisi dengan kebutuhan

pangan. Karena itu dilakukan pemilihan untuk mencari energi alternatif dengan menggunakan tanaman yang tidak berkompetisi dengan tanaman pangan, salah satunya dari tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum*).

Kelebihan nyamplung sebagai bahan bakar alternatif adalah biji yang mempunyai rendemen yang tinggi jika dibandingkan dengan tanaman-tanaman penghasil minyak nabati lainnya yakni 75% (Dweek dan Maedowsi, 2002) dan 71,4% (Nijverheid dan Handel dalam Heyne, 1987). Menurut Heyne (1987), inti biji mengandung air 3,3% dan minyak 71,4%. Greshoff dalam Heyne (1987), menyatakan bahwa kadar minyak biji bintangur 55% pada biji yang benar-benar kering. Selain itu keunggulan nyamplung sebagai sumberdaya terbarukan yaitu tumbuhan nyamplung tumbuh dan tersebar secara alami hampir di seluruh pantai berpasir Indonesia, relatif mudah dibudidayakan oleh petani kecil, produktivitas lebih tinggi dibandingkan jenis lain seperti jarak pagar : 5 ton/ha ; sawit : 6 ton/ha ; sedangkan nyamplung : 20 ton.

Seperti halnya tanaman biji penghasil minyak nabati lain, nyamplung memiliki kandungan ester-ester berupa asam lemak yang dapat diolah menjadi bahan bakar cair pengganti kerosen maupun minyak solar dengan mudah. Selain asam-asam lemak, nyamplung memiliki kandungan asam-asam lemak tak bebas yang mengganggu dalam penggunaannya sebagai bahan bakar untuk mesin-mesin pembangkit energi, karena sifatnya asam dan kandungan “gum” yang dapat mengakibatkan terjadinya pengerakan pada peralatan pembakaran. Dengan demikian harus dilakukan beberapa proses untuk menghasilkan minyak nyamplung yang memenuhi persyaratan sebagai bahan bakar. Tahapan itu dapat dilakukan melalui proses esterifikasi dan proses transesterifikasi.

Pada penelitian ini proses transesterifikasi menggunakan suhu 60<sup>0</sup> C, 80<sup>0</sup> C dan 100<sup>0</sup> C, serta perbandingan mol minyak nyamplung (fraksi oleat) terhadap metanol adalah 4:1, 5:1 dan 6:1 dengan waktu reaksi yang seragam yaitu 30 menit. Proses transesterifikasi dilakukan untuk mengkonversi trigliserida dalam minyak menjadi metil ester. Selain menghasilkan biodiesel, proses transesterifikasi menghasilkan gliserin (gliserol) sebagai hasil sampingnya dan gliserin dapat dimanfaatkan dalam pembuatan sabun sebagai pelembab (*moistourising*). Hal ini dilakukan agar diketahui pengaruh suhu dan penambahan metanol terhadap kualitas minyak hasil proses transesterifikasi yang dihasilkan meliputi kadar asam lemak bebas, viskositas, densitas, bilangan asam, bilangan penyabunan dan bilangan iod. Selain itu dengan penambahan metanol, hidrolisa dan pembentukan sabun akibat masih adanya air yang terdapat di dalam reaksi dapat diminimalisir.

Atas dasar itulah maka penelitian ini dilaksanakan agar dapat memberikan informasi tentang sifat minyak yang dapat dijadikan sumber energi alternatif di Indonesia.

## **BAHAN DAN METODE**

### **A. Bahan dan Alat Penelitian**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji nyamplung yang buahnya diperoleh dari Koperasi Tani "Jarak Lestari" Kecamatan Kroya, Kabupaten Cilacap, Propinsi Jawa Tengah. Bahan tambahan lain yaitu metanol, NaOH, HCL, alkohol, KOH, HCl, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, amilum, phenolphthalein dan aquadest. Alat-alat yang digunakan untuk mendukung pelaksanaan penelitian ini yaitu martil, drum atau wadah, mesin press, saringan, timbangan manual (ketelitian 0,1), termometer, labu pemisah, piknometer, viskometer, labu mulut, pendingin balik, gelas piala, cawan porselen, oven, alat-alat gelas dan timbangan analitik.

### **B. Pelaksanaan Penelitian**

Buah nyamplung dipisahkan antara cangkang dan bijinya, kemudian dikukus selama  $\pm 24$  jam. Dilanjutkan dengan pengeringan pada sinar matahari hingga mencapai kondisi kering dengan kriteria warna biji sudah menjadi hitam atau coklat tua dan jika ditekan tidak lagi mengeluarkan air. Setelah itu dilanjutkan pada proses ekstraksi tahap I dan tahap II untuk mendapatkan minyak yang lebih jernih. Setelah diperoleh minyak maka dilakukan analisis pendahuluan minyak nyamplung (*crude oil*) yang meliputi sifat fisika dan kimia minyak nyamplung antara lain : kadar air, kerapatan, viskositas, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod, dan kadar asam lemak bebas. Tahap selanjutnya yaitu melakukan proses esterifikasi dan analisis sifat fisika dan kimia minyak nyamplung, seperti pada analisis pendahuluan (*crude oil*). Analisis sifat fisika dan kimia minyak nyamplung meliputi :

#### **a) Kadar Air**

Pengujian dilakukan dengan mengaduk sampel dan ditimbang seberat 5 gr di dalam cawan porselen. Kemudian dimasukkan dalam oven dan dikeringkan pada suhu 105°C selama 30 menit. Setelah itu sampel diangkat dan didinginkan dalam desikator sampai suhu kamar, kemudian ditimbang. Prosedur diulang sampai kehilangan bobot selama pemanasan 30 menit tidak lebih dari 0,05%.

Kadar air (*Moisture Content* atau MC) minyak nyamplung dihitung dengan rumus:

$$MC : \frac{W0 - W1}{W0} \times 100\%$$

Keterangan :

W0 : Bobot minyak sebelum pengeringan (g)

W1 : Bobot minyak setelah pengeringan (g).

b) Kerapatan

Pengujiannya dimulai dengan menyiapkan piknometer yang sebelumnya sudah dibersihkan dengan alkohol, kemudian ditimbang dengan neraca analitik bersama tutupnya. Setelah itu piknometer diisi dengan aquadest yang telah mendidih dan didinginkan pada suhu 20-23<sup>0</sup>C hingga minyak dalam botol meluap dan tidak membentuk gelembung udara. Selanjutnya piknometer yang telah ditutup direndam dalam bak air bersuhu 25°C dan dibiarkan pada suhu tetap selama 30 menit kemudian ditimbang bersama tutupnya sampai suhu mencapai 15°C. Setelah itu Piknometer dibersihkan lagi dengan alkohol dan dikeringkan lalu diisi dengan minyak dan ditimbang pada suhu 15<sup>0</sup>C, piknometer dikeringkan lalu ditimbang. Kemudian sampel minyak nyamplung disaring dengan kertas saring untuk membuang bahan asing dan fraksi air, kemudian piknometer yang telah dibersihkan dan dikeringkan diisi dengan minyak nyamplung dan didinginkan pada suhu 20-23°C, selanjutnya prosedur dilakukan seperti pada sampel air suling/aquadest.

Kerapatan minyak nyamplung dihitung dengan rumus :

$$p = \frac{Wp_0 - Wp}{Vw} \times 100\%$$

Keterangan :

Wp<sub>0</sub> : bobot piknometer dan minyak (g)

Wp : bobot piknometer kosong (g)

Vw : volume air pada 25°C (ml)

c) Viskositas

Pengujian dilakukan dengan mengukur minyak ± 50 ml, kemudian diletakkan dalam tabung reaksi. Setelah itu menyiapkan satu perangkat viskometer lengkap dengan spindelnya. Selanjutnya dilakukan pengujian minyak nyamplung menggunakan alat viskometer.

d) Bilangan Asam

Pengujian bilangan asam dimulai dengan menimbang minyak seberat 4 g, kemudian dimasukkan dalam erlemeyer, dan ditambahkan 10 ml alkohol netral 95%, setelah itu ditutup dengan pendingin balik, dipanaskan sampai mendidih dan dikocok kuat-kuat untuk melarutkan asam lemak bebasnya. Setelah itu dilakukan titrasi minyak yang telah dingin dengan 0,5 N larutan KOH standar memakai indikator phenolphthalein. Akhir titrasi tercapai apabila terbentuk warna merah muda yang tidak hilang selama 30 detik.

Bilangan asam dihitung dengan rumus :

$$AV = \frac{(V_{KOH})(N_{KOH})(56,1)}{W_{sampel}} \times 100\%$$

Keterangan :

$V_{KOH}$  = Volume KOH

$N_{KOH}$  = Normalitas KOH

$W$  = Berat sampel minyak

e) Asam Lemak Bebas (FFA)

Pengujian kadar asam lemak bebas dilakukan dengan cara menimbang  $10 \pm 0,2$  g contoh uji dalam erlenmeyer dan ditambahkan 50 ml alkohol netral yang panas dan 2 ml indikator phenolphthalein. Kemudian dilakukan titrasi larutan 0,1 N NaOH sampai warna merah jambu tercapai dan tidak hilang selama 30 detik. Persen minyak dinyatakan dalam oleat dengan berat molekul 282.

Asam lemak bebas dinyatakan dengan % dan dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\% \text{ FFA} = \frac{(\text{ml}_{NaOH}) \times N \times \text{Berat molekul asam lemak}}{\text{Berat sampel} \times 10000} \times 100\%$$

Keterangan :

ml = mililiter volume NaOH yang dititrasi

$N$  = Normalitas NaOH

f) Bilangan Penyabunan

Pengujian bilangan penyabunan dilakukan dengan cara menyaring minyak nyamplung dengan kertas saring sebanyak 2 g di dalam labu erlenmeyer. Kemudian perlahan ditambahkan 25 ml KOH 0,5 N beralkohol dengan pipet. Lalu menghubungkan erlenmeyer dengan pendingin tegak dan contoh dididihkan dengan hati-hati sampai semua contoh uji tersabunkan sempurna, yaitu jika diperoleh larutan yang bebas dari butir-butir minyak. Setelah itu larutan didinginkan dan bagian dalam dari pendingin tegak dibilas

dengan sedikit air. Kemudian ditambahkan 1 ml indikator phenolphthalein ke dalam larutan kemudian dititrasi dengan HCL 0,5 N sampai warna merah jambu menghilang.

Bilangan penyabunan dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$SV = \frac{(V_{HCL,blanko} - N_{HCL,sampel}) (28.05)}{W_{sampel}}$$

Keterangan :

$V_{HCL\ blanko}$  = Volume HCl blanko  
 $N_{HCL\ sampel}$  = Normalitas HCl sampel  
 $W_{sampel}$  = Berat sampel

#### g) Bilangan Iod

Pengujian bilangan iod dilakukan dengan cara, menimbang bahan minyak sebanyak 0.1 – 0.5 g dalam erlenmeyer. Kemudian tambahkan 10 ml kloroform atau karbon tetra khlorida dan 25 ml reagen yodium bromida dan membiarkan ditempat gelap selama 30 menit dengan kadang digojog. Lalu menambahkan 10 ml larutan KI 15% dan menambahkan lagi 50 – 100 ml aquades yang telah dididihkan. Selanjutnya melakukan titrasi dengan larutan natrium-thiosulfat ( $Na_2S_2O_3$  0,1 N) sampai larutan berwarna kuning pucat, kemudian menambahkan 2 ml larutan pati, titrasi dilanjutkan sampai warna biru hilang. Kemudian larutan blanko yang dibuat dari 25 ml reagen yodium bromida dan ditambah 10 ml KI 15% diencerkan dengan 100 ml 100 ml aquades yang telah dididihkan dan dititrasi dengan larutan natrium-thiosulfat. Banyaknya natrium-thiosulfat untuk titrasi blanko dikurangi titrasi sesungguhnya adalah equivalen dengan banyaknya yodium yang diikat oleh minyak.

Bilangan iod dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Angka Yodium} = \frac{\text{ml titrasi (blanko - contoh)}}{\text{g minyak}} \times N_{thio} \times 12,691$$

Keterangan :

$ml_{blanko}$  = Mililiter volume titrasi blanko  
 $ml_{contoh}$  = Mililiter volume contoh uji  
 $g\ minyak$  = Berat minyak

### C. Rancangan Penelitian

Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap yang disusun secara faktorial (RAL) dimana faktor pertama adalah suhu dengan variasi 60°C, 80°C, dan 100°C. Dan faktor yang kedua adalah perbandingan mol metanol terhadap minyak nyamplung dengan variasi 4:1, 5:1, dan 6:1. Dengan demikian terdapat 9 kombinasi perlakuan, dimana setiap kombinasi perlakuan diulang sebanyak 3 kali, sehingga jumlah unit pengamatan seluruhnya adalah 3 x 3 x 3 yaitu 27. Selanjutnya data yang diperoleh disusun secara faktorial kemudian dianalisis dengan analisis varians (ANOVA). Apabila terdapat perbedaan yang nyata antar perlakuan dilanjutkan dengan uji beda nyata terkecil (BNT).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Pengujian Sifat Fisika dan Kimia Minyak Nyamplung (*crude oil*) Hasil Ekstraksi

Data pengujian sampel minyak hasil proses ekstraksi dapat dilihat pada Tabel 1 berikut :

**Tabel 1. Sifat Fisika dan Kimia Minyak Nyamplung (*Crude Oil*) Hasil Ekstraksi**

No	Parameter	Hasil Pengujian
1	Kadar air	0,27%
2	Berat jenis	0,934 g/ml
3	Viskositas	137,5 cP
4	Bilangan Asam	67,11 mg KOH/g
5	Asam lemak Bebas	36,04 %
6	Bilangan penyabunan	205,9 mg KOH/g
7	Bilangan iod	73,37 mg/g
8	Penampakan	Hijau gelap dan kental

Dari data ini dapat dilihat nilai kadar air minyak 0,27%, nilai ini masih tergolong kecil karena adanya kegiatan penjemuran pada saat perlakuan pendahuluan sehingga mengurangi kadar air awal biji yang terkandung dalam minyak setelah diekstraksi.

Nilai viskositas masih sangat tinggi disebabkan masih banyaknya getah yang dikandung minyak sehingga menyebabkan kekentalan pada minyak, sehingga dibutuhkan perlakuan awal yaitu proses pemisahan minyak dengan getah dan kotoran-kotoran lain yang ikut terbawa saat proses ekstraksi berlangsung.

Kenampakan minyak hasil ekstraksi masih kental dan berwarna gelap hal ini bisa disebabkan adanya kerusakan biji yang digunakan sebagai bahan utama pembuatan minyak sehingga menyebabkan degradasi non gliserida yang akan menyebabkan pembentukan zat warna yang terlarut dalam minyak yang kemudian juga menciptakan bau yang tidak disukai (Murdijati dkk., 1981).

Warna gelap pada minyak dapat juga terbentuk karena pengaruh suhu pemanasan yang terlalu tinggi pada saat pengepresan pertama dengan mesin *screw press* yang digerakan dengan mesin diesel sehingga sebagian minyak mengalami oksidasi. Di samping

itu minyak yang terdapat dalam suatu bahan dalam keadaan panas akan mengekstrak zat warna yang terdapat dalam bahan tersebut (Ketaren, 1986).

Proses kerusakan minyak ini sering diikuti dengan pemecahan lemak menjadi asam lemak bebas yang kemudian akan meningkatkan bilangan asam minyak. Bilangan asam dan kadar asam lemak bebas memiliki nilai yang tinggi yaitu 67,11 mg KOH/g, dan 36,04 %, nilai ini sangat tinggi disebabkan karena terjadinya reaksi oksidasi pada biji sebelum pengepresan dan juga pada saat perlakuan awal seperti pengukusan dan penjemuran serta pengepresan II. Peningkatan bilangan asam juga akan bertambah, jika cara penyimpanannya kurang baik karena proses seperti oksidasi aldehida dan hidrolisis ester akan menambah bilangan asam (Ernest, 1987).

## B. Pengujian Sifat Fisika dan Kimia Minyak Nyamplung Proses Esterifikasi

Hasil pengujian minyak nyamplung proses esterifikasi I dan esterifikasi II dapat dilihat pada Tabel 2.

**Tabel 2. Pengujian Sifat Fisika dan Kimia Minyak Nyamplung Hasil Proses Esterifikasi I dan Esterifikasi II**

No	Parameter	Hasil Pengujian		Satuan
		Esterifikasi I	Esterifikasi II	
1	Kadar air	0,38	0,21	%
2	Berat jenis	0,9630	0,9325	g/ml
3	Viskositas	110	74,5	cP
4	Bilangan Asam	58,6893	31, 4359	KOH/g
5	Asam lemak Bebas	29,5016	15,8017	%
6	Bilangan penyabunan	192, 4127	180, 2165	mg KOH/g
7	Bilangan iod	68,7259	65, 9123	mg/g
8	Kenampakan	Hitam gelap dan encer	Kemerah-merahan dan encer	

Dari pengujian kadar air yang dilakukan dapat dilihat adanya peningkatan dari 0,27% menjadi 0,38% hal ini dapat terjadi karena masih adanya air sisa hasil proses deguming sehingga menyebabkan peningkatan air hasil esterifikasi, selain itu juga disebabkan proses esterifikasi juga menghasilkan air. Sedangkan jika hasil esterifikasi I dibandingkan dengan esterifikasi II nilai kadar air mengalami penurunan dari 0,38% menjadi 0,21%, ini bisa disebabkan adanya penambahan katalisator HCl pada proses esterifikasi II sehingga mempercepat reaksi esterifikasi dan mengurangi kadar air pada esterifikasi II.

Sedangkan viskositas mengalami penurunan disebabkan adanya proses degguming yang menggunakan asam sulfat yang membantu mengurangi kadar getah, resin protein



serta fosfatida yang terkandung di dalam minyak. Asam sulfat dapat mengendapkan dan bersenyawa dengan protein, lendir, zat warna, tetapi juga dapat menyerang gliserida hingga menyebabkan sulfonasi dan menyebabkan warna merah pada minyak (Murdijati, 1980).

Bilangan asam dan asam lemak bebas hasil proses transesterifikasi I pada penelitian ini yaitu 58,6893 mg KOH/g, dan 29,5016 %. Nilai bilangan asam dan asam lemak bebas pada esterifikasi I masih sangat tinggi disebabkan sifat asal bahan minyaknya serta perlakuan awal terhadap biji, yaitu adanya pemanasan dan penjemuran sehingga menyebabkan enzim hidrolase dalam biji menjadi aktif sehingga sebagian trigliserida telah terhidrolisis menjadi asam-asam lemak (Agustian, 2007)

Sedangkan pada esterifikasi II nilai bilangan asam dan asam lemak bebas secara berturut-turut sebesar 31,4359 mg KOH/g, dan 15,8017 %. Nilai ini mengalami penurunan yang signifikan disebabkan variasi konsentrasi mol metanol yang berpengaruh terhadap bilangan asam (Sudrajat dan Setiawan, 2003).

Bilangan penyabunan mengalami penurunan nilai dari 192,4127 KOH/gr menjadi 180,2165 m KOH/gr, sedangkan bilangan iod mengalami penurunan dari 68,7259 mg/g menjadi 65,9123 mg/g, hal ini dapat disebabkan penggunaan metanol 5,75 ml serta pemanasan pada suhu 60<sup>0</sup> C pada proses esterifikasi I dan esterifikasi II.

Kenampakan minyak pada esterifikasi I tidak berbeda jauh dengan minyak hasil ekstraksi, namun minyak esterifikasi I memiliki viskositas yang lebih rendah hal ini disebabkan minyak kasar sudah diubah menjadi minyak murni dengan cara mengurangi atau menghilangkan kadar getah pada minyak hasil ekstraksi. Kenampakan minyak hasil esterifikasi I berbeda dengan minyak esterifikasi II, karena pada esterifikasi I tidak menggunakan katalisator HCl sedangkan pada esterifikasi II digunakan HCl, sehingga membentuk warna kemerah-merahan pada minyak.

### **C. Pengujian Sifat Fisika dan Kimia Minyak Nyamplung Hasil Transesterifikasi**

Hasil pengujian sifat minyak nyamplung berdasarkan parameter kadar air, densitas, asam lemak bebas, bilangan asam, viskositas, bilangan penyabunan dan bilangan iod dapat dijelaskan sebagai berikut :

#### **1. Kadar Air**

Analisis kadar air minyak penting dilakukan karena jika minyak mengandung banyak air maka akan terjadi reaksi hidrolisa yang dapat mengakibatkan kerusakan minyak. Reaksi ini akan menyebabkan ketengikan hidrolisa yang menghasilkan bau tengik pada minyak tersebut (Ketaren, 1986).

**Tabel 3. Rata-Rata Kadar Air Minyak Nyamplung dengan Perlakuan Suhu dan Penambahan Metanol Proses Transesterifikasi (%)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Metanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60 <sup>0</sup> C	0,1548	0,1343	0,1880	0,1590
80 <sup>0</sup> C	0,1108	0,1356	0,1512	0,1325
90 <sup>0</sup> C	0,1210	0,1512	0,2039	0,1587
Rata-rata	0,1289	0,1404	0,1810	

Dari hasil ini dapat dilihat adanya penurunan nilai kadar air pada suhu 80<sup>0</sup> C jika dibandingkan dengan suhu 60<sup>0</sup> C sedangkan pada suhu 100<sup>0</sup> C dan perbandingan metanol kembali mengalami peningkatan. Hal ini bisa disebabkan pada suhu 100<sup>0</sup> C yang merupakan titik didih air, sehingga menyebabkan kadar air yang terkandung di dalam metanol teknis (3-5%) serta air sisa proses esterifikasi II ikut menguap dan menambah kadar air minyak .

Hasil analisis varians menunjukkan bahwa perlakuan suhu, perbandingan metanol dan interaksi antar keduanya berpengaruh nyata terhadap kadar air minyak nyamplung hasil proses transesterifikasi pada taraf uji 5% dan berpengaruh sangat nyata pada taraf uji 1%.

## 2. Berat Jenis /Kerapatan

Berat jenis adalah perbandingan berat dari suatu volume contoh pada suhu 25°C dengan berat air pada volume dan suhu yang sama. Nilai rata-rata pengujian berat jenis minyak nyamplung pada proses transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 4 berikut :

**Tabel 4. Nilai Pengujian Berat Jenis Minyak Nyamplung pada Proses Transesterifikasi (g/ml)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Metanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60 <sup>0</sup> C	0,9367	0,9100	0,9218	0,9228
80 <sup>0</sup> C	0,9162	0,8832	0,8675	0,8889
90 <sup>0</sup> C	0,8523	0,8395	0,8219	0,8379
Rata-rata	0,9017	0,8776	0,8704	

Dari hasil ini dapat dilihat terjadi penurunan nilai berat jenis dari setiap perlakuan. Hal ini dapat disebabkan adanya penurunan getah dan kotoran dalam minyak kasar akibat proses degumming (Bustomi dkk., 2008), sehingga berat jenis minyak yang dianalisis menjadi berat jenis minyak murni.

Hasil analisis varians minyak hasil transesterifikasi dapat disimpulkan bahwa faktor suhu memberikan pengaruh yang sangat nyata terhadap berat jenis, sedangkan faktor perbandingan mol metanol dan interaksi antar keduanya tidak memberikan pengaruh yang nyata pada taraf uji 5%. Dari hasil uji lanjut BNT dapat disimpulkan bahwa perlakuan suhu 60<sup>0</sup> C, 80<sup>0</sup> C dan 100<sup>0</sup> C memiliki nilai yang berbeda nyata.

### 3. Bilangan Penyabunan

Bilangan penyabunan adalah jumlah alkali yang dibutuhkan untuk menyabunkan sejumlah contoh minyak. Nilai rata-rata bilangan penyabunan proses transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 5.

**Tabel 5. Nilai Rata-Rata Bilangan Penyabunan Proses Transesterifikasi (mg KOH/g)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Metanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60 <sup>0</sup> C	187,6310	179,5076	173,9724	180,3704
80 <sup>0</sup> C	186,3274	174,6360	161,3446	174,1027
90 <sup>0</sup> C	175,8242	165,1292	152,0165	164,3233
<b>Rata-rata</b>	183,2609	173,0909	162,4445	

Peningkatan jumlah pemakaian metanol mempercepat reaksi pada minyak. Sehingga setiap peningkatan jumlah metanol akan menurunkan angka penyabunan. Penurunan ini juga disebabkan karena penurunan nilai asam lemak bebas, karena reaksi penyabunan merupakan reaksi sampingan yang terjadi pada proses transesterifikasi akibat kandungan asam lemak bebas pada minyak (Agustin, 2007). Apabila kandungan asam lemak bebas masih sangat tinggi maka pada tahap transesterifikasi reaksi kurang efisien mengubah semua trigliserida dalam asam lemak bebas menjadi metil ester. Semakin tinggi kadar asam lemak bebas maka jumlah bilangan penyabunan akan tinggi karena itu perlu dilakukan proses esterifikasi sebanyak dua kali untuk menurunkan asam lemak bebas agar minyak tidak terbentuk menjadi sabun.

Hasil analisis varians menunjukkan bahwa faktor suhu dan perbandingan mol metanol berpengaruh nyata terhadap bilangan penyabunan pada taraf uji 5% dan berpengaruh sangat nyata pada taraf uji 1%. Sedangkan untuk interaksi suhu dan perbandingan mol metanol juga berpengaruh nyata terhadap bilangan penyabunan hasil proses transesterifikasi.

#### 4. Bilangan Iod

Besarnya bilangan iod yang diserap menunjukkan banyaknya ikatan rangkap atau ikatan tidak jenuh. Nilai rata-rata bilangan iod hasil proses transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 6.

**Tabel 6. Nilai Rata-Rata Bilangan Iod Hasil Proses Transesterifikasi (mg/g)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Metanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60°C	69,6940	82,8043	62,3721	71,6235
80°C	77,7300	80,9206	82,9420	80,5309
90°C	83,3932	82,6198	75,0107	80,3412
<b>Rata-rata</b>	76,9391	82,1149	73,4416	

Hasil analisis varians menunjukkan bahwa faktor suhu, perbandingan metanol dan interaksi antar keduanya memiliki pengaruh terhadap bilangan iod hasil proses transesterifikasi minyak nyamplung pada taraf uji 5% dan memberikan pengaruh yang sangat nyata pada taraf uji 1%.

Bilangan iod mencerminkan ketidak jenuhan asam lemak penyusun minyak. Asam lemak tidak jenuh mampu mengikat iod dan membentuk senyawa yang jenuh. Pada reaksi transesterifikasi yang menggunakan suhu 60°C, 80°C dan 100°C ikatan-ikatan tak jenuh tidak terdegradasi oleh suhu sehingga menyebabkan bilangan iod hasil transesterifikasi lebih besar dibandingkan bilangan iod hasil esterifikasi I dan esterifikasi II.

#### 5. Viskositas

Viskositas atau kekentalan diartikan sebagai ukuran ketahanan bahan bakar untuk mengalir. Nilai rata-rata viskositas pada interaksi suhu dan mol metanol dapat dilihat pada Tabel 7 berikut :

**Tabel 7. Nilai Rata-Rata Viskositas Pada Perlakuan Suhu dan Mol Metanol Proses Transesterifikasi (cP)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Metanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60°C	59,1667	55,8333	43,3333	52,7778
80°C	54,1667	53,3333	47,6667	51,7222
90°C	50,8333	49,1667	46,6667	48,8889
<b>Rata-rata</b>	54,7222	52,7778	45,8889	

Karakteristik viskositas sangat penting karena mempengaruhi kinerja injektor pada mesin diesel. Atomisasi bahan bakar sangat bergantung pada viskositas, tekanan injeksi serta ukuran lubang injektor (Shreve, 1956).

Dari hasil ini dapat dilihat bahwa nilai viskositas mengalami penurunan dari setiap perlakuan. Penurunan ini dapat terjadi karena adanya peningkatan penggunaan metanol dan juga meningkatnya suhu dari setiap perlakuan sehingga menyebabkan minyak menjadi lebih encer. Hal ini juga didukung dengan nilai analisis varians yang menunjukkan adanya pengaruh nyata faktor penambahan metanol ke dalam minyak terhadap nilai viskositas. Sedangkan berdasarkan hasil analisis varians faktor suhu tidak berpengaruh pada nilai viskositas atau kekentalan minyak hasil transesterifikasi.

Pada umumnya, bahan bakar harus mempunyai viskositas yang relatif rendah agar dapat mudah mengalir dan teratomisasi. Hal ini dikarenakan putaran mesin yang cepat membutuhkan injeksi bahan bakar yang cepat pula. Namun tetap ada batas minimal karena diperlukan sifat pelumasan yang cukup baik untuk mencegah terjadinya keausan akibat gerakan piston yang cepat (Shreve, 1956).

## 6. Kadar Asam Lemak Bebas

Asam lemak bebas pada minyak nyamplung merupakan bagian terpenting yang harus diturunkan nilainya melalui proses esterifikasi maupun transesterifikasi. Nilai rata-rata asam lemak bebas yang dihasilkan melalui proses transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 8.

**Tabel 8. Nilai Rata-Rata Asam Lemak Bebas Hasil Proses Transesterifikasi (%)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Metanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60°C	7,3627	6,0878	4,7806	6,0771
80°C	5,2573	5,2078	3,9699	4,8117
90°C	4,1525	4,6093	3,7233	4,1617
<b>Rata-rata</b>	5,5909	5,3017	4,1579	

Tingginya kandungan asam lemak bebas yang terkandung di dalam minyak menyebabkan minyak tersebut tidak dapat langsung digunakan untuk biokerosin atau biodiesel sebab mengganggu proses pembakaran pada ruang bakar maupun injektor mesin diesel.

Nilai ini mengalami penurunan yang sangat signifikan jika dibandingkan dengan nilai asam lemak bebas pada proses esterifikasi I dan II ini disebabkan karena peningkatan

jumlah metanol yang digunakan serta suhu reaksi yang juga mempengaruhi laju reaksi. Berdasarkan penelitian Sudrajat dan Setiawan (2003), dapat diketahui bahwa proses esterifikasi dan transesterifikasi terbukti berhasil mengkonversi asam lemak bebas berupa trigliserida dalam minyak menjadi metil ester.

Hasil analisis varians menunjukkan bahwa faktor suhu dan perbandingan metanol serta interaksi antar keduanya, memiliki pengaruh yang nyata terhadap kadar asam lemak bebas hasil proses transesterifikasi pada taraf uji 5% dan memberikan pengaruh yang sangat nyata pada taraf uji 1%.

## 7. Bilangan Asam

Bilangan asam adalah ukuran dari jumlah asam lemak bebas yang dihitung berdasarkan berat molekul dari asam lemak atau campuran asam lemak. Nilai rata-rata angka asam minyak nyamplung proses transesterifikasi dapat dilihat pada Tabel 9.

**Tabel 9. Nilai Rata-Rata Bilangan Asam Minyak Nyamplung Proses Transesterifikasi (mg KOH/g)**

Perlakuan	Perbandingan Mol Methanol			Rata-rata
Suhu	4:1	5:1	6:1	
60°C	14,4805	12,0446	9,5104	12,0118
80°C	10,6657	9,9371	8,0302	9,5443
90°C	8,3934	9,0370	6,9428	8,1244
<b>Rata-rata</b>	11,1799	10,3396	8,1611	

Hasil analisis varians menunjukkan bahwa perlakuan suhu 60<sup>0</sup> C, 80<sup>0</sup> C dan 100<sup>0</sup> C dan perlakuan perbandingan metanol 4:1, 5:1 dan 6:1 berpengaruh sangat nyata terhadap bilangan asam pada taraf uji 1%. Ini dapat disebabkan oleh variasi konsentrasi mol yang berpengaruh terhadap bilangan asam, kerapatan dan kekentalan (Sudrajat dan Setiawan, 2003). Penggunaan metanol yang meningkat pada setiap perlakuan dapat menyebabkan asam lemak bebas berupa trigliserida dalam minyak menjadi metil ester, yang kemudian berbanding lurus dengan nilai asam lemak bebas.

## 8. Hasil Analisis Minyak *Crude Oil* dibandingkan dengan Pustaka

Hasil analisis minyak *crude oil* hasil penelitian dibandingkan dengan pustaka, disajikan pada Tabel 10 sebagai berikut :

**Tabel 10. Perbandingan Minyak Nyamplung Hasil Penelitian dengan Pustaka**

Parameter	<i>Crude oil</i>				Satuan
	Hasil penelitian	Bustomi, dkk., 2008	Sudrajat, 2007	Pustaka	
Kadar air	0,27	0,25	0,25	-	%
Kerapatan	0,9340	0,944	0,9440	0,920-0,940	g/ml
Viskositas	137,5	56,70	21,97	Kental	cP
Bilangan asam	67,11	59,94	59,94	14,65	mg KOH/g
Asam lemak bebas	36,04	29,53	29,53	7,4	%
Bilangan penyabunan	205,9	198,1	198,1	-	mg KOH/g
Bilangan iod	73,37	86,42	86,42	100-115	mg/g
Kenampakan	Hijau gelap dan kental	Hijau gelap dan kental dengan bau menyengat		Hijau kental bau seperti <i>olive oil</i>	

Nilai kadar air *crude oil* hasil penelitian yaitu sebesar 0,27%, hasil ini jika dibandingkan dengan hasil penelitian Sudrajat (2007) yaitu 0,25%, maka kadar air minyak hasil penelitian masih cukup besar. Hal ini disebabkan proses awal masih sederhana yaitu dengan cara penjemuran di bawah cahaya matahari dan menyebabkan kadar air tidak sepenuhnya berkurang sehingga kadar air yang berasal dari biji masih ikut terbawa pada saat dilakukan ekstraksi, selain itu setelah proses ekstraksi tidak dilakukan vakum sehingga minyak yang dihasilkan masih mengandung air.

Nilai berat jenis *crude oil* hasil penelitian yaitu 0,961 g/ml, hasil ini jika dibandingkan dengan hasil penelitian Sudrajat (2007) yaitu 0,9440 g/ml, maka berat jenis *crude oil* hasil penelitian memiliki nilai yang lebih besar. Perbedaan nilai ini disebabkan masih adanya kandungan getah yang sangat besar pada minyak hasil penelitian akibat proses awal yang dilakukan seperti pengukusan dan penjemuran kurang sempurna mengurangi getah.

Nilai viskositas *crude oil* hasil penelitian yaitu 137,50 cP, jika dibandingkan dengan hasil penelitian Sudrajat (2007) yaitu 56,70 cP maka dapat dilihat adanya perbedaan yang signifikan. Hal ini disebabkan masih banyaknya getah, resin, protein dan fosfatida yang terkandung dalam minyak yang berasal dari biji dan ikut terbawa pada saat proses ekstraksi mekanis. Hal ini akan menyebabkan minyak menjadi lebih kental, karena itu perlu dilakukan proses deguming atau pemisahan getah dan bahan-bahan lain dalam minyak sebelum minyak diproses lebih lanjut.

Nilai bilangan asam hasil penelitian yaitu 67,11 mg KOH/gr, hasil ini memiliki perbedaan yang nyata dengan hasil penelitian Sudrajat (2007) yaitu 59,94 mg KOH/gr.

Hal ini dikarenakan bilangan asam sangat dipengaruhi oleh kondisi awal biji dimana jika terjadi respirasi yang merubah penyusun biji menjadi CO<sub>2</sub> melalui oksidasi, kerusakan ini akan menyebabkan minyak mengalami hidrolisa hingga menghasilkan asam lemak bebas. Kondisi awal biji yang digunakan pada penelitian ini sudah lama disimpan di dalam ruangan pada suhu yang tidak tetap. Peningkatan bilangan asam ini berbanding lurus dengan peningkatan asam lemak bebas yang juga memiliki nilai yang berbeda dengan hasil penelitian Sudrajat (2007) yaitu 29,53% dan hasil penelitian 36,04%.

Nilai bilangan penyabunan hasil penelitian yaitu 205,9 mg KOH/gr, sedangkan hasil penelitian Sudrajat (2007) memperoleh hasil 198,1 mg KOH/ml. Perbedaan ini disebabkan nilai asam lemak bebas yang tinggi sehingga menyebabkan rekasi sampingan yaitu berupa sabun juga mengalami peningkatan.

#### **9. Perbandingan Analisis Komponen Kimia Penyusun Minyak Nyamplung Hasil Penelitian dengan Penelitian Lain**

Hasil pengujian diperoleh komponen kimia penyusun minyak nyamplung yaitu asam oleat 36,15%, asam linoleat 32,21%, asam palmitat 15,64%, dan asam stearat 12,62%. Total keseluruhan dari empat jenis asam penyusun minyak yaitu 98%. Sedangkan jika dibandingkan dengan hasil penelitian Sudrajat (2007) adalah sebesar 97%. Perbedaan persentase jumlah ini terlihat jelas pada asam oleat dan asam linoleat, dimana pada penelitian yang dilakukan oleh Sudrajat diperoleh hasil pengujian asam oleat sebesar 36,15%, dan asam linoleat 33,21%. Sedangkan untuk asam oleat sebesar 49% dan asam linoleat sebesar 21%.

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian mengenai pengaruh suhu dan penambahan metanol pada proses esterifikasi-transesterifikasi terhadap sifat minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*), maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Perlakuan suhu dan penambahan metanol berpengaruh sangat nyata terhadap kadar air, bilangan asam, bilangan penyabunan, bilangan iod, dan asam lemak bebas minyak nyamplung hasil proses transesterifikasi. Sedangkan pengaruh penambahan metanol berpengaruh nyata terhadap viskositas, dan tidak berpengaruh nyata terhadap suhu. Faktor suhu berpengaruh sangat nyata terhadap berat jenis minyak hasil proses transesterifikasi.



2. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pengaruh suhu dan penambahan metanol akan menurunkan nilai bilangan asam, asam lemak bebas, bilangan penyabunan, berat jenis dan viskositas.
3. Hasil pengujian komponen kimia penyusun minyak nyamplung dengan menggunakan GC/MS (*Gas Chromathography-Massa Spectofotometer*) diperoleh empat komponen utama minyak yaitu yaitu asam oleat 36,15%, asam linoleat 32,21%, asam palmitat 15,64%, dan asam stearat 12,62%.

## B. Saran

Untuk efektivitas dan efisiensi produksi disarankan menggunakan suhu 80<sup>0</sup> C dan metanol 28,75 ml (5:1), jika dibandingkan dengan perlakuan suhu 100<sup>0</sup> C dan metanol 34,5 ml.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonimous. 2008. Biji Nyamplung Sebagai Sumber Energi Alternatif. <http://www.esdm.go.id/berita/migas/40-migas/1188-biji-nyamplung-sebagai-sumber-energi-alternatif.html>
- \_\_\_\_\_. 2008. Biji Nyamplung Bahan Bakar Alternatif Minyak Tanah. <http://www.technologyindonesia.com/university.php>
- \_\_\_\_\_. 2008. Energi Alternatif dari Biji Nyamplung. [http://202.155.15.208/koran\\_detail.asp?id=321848&kat\\_id=13&kat\\_id1=&kat\\_id2](http://202.155.15.208/koran_detail.asp?id=321848&kat_id=13&kat_id1=&kat_id2)
- Ernest, G. 1987. Minyak Atsiri Jilid I. Penerjemah S. Ketaren. Universitas Indonesia (UI-Press). Jakarta.
- Fengel, D dan Wegener, G. 1995. Kayu : Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-reaksi. Penerjemah Harjono Sastrohamidjojo. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Hambali, Erliza. 2006. Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodisel. Penebar Swadaya. Jakarta.
- Haygreen, J.G. dan J.L. Bowyer. 1996. Hasil Hutan dan Ilmu Kayu, Suatu Pengantar. Terjemahan Sutjipto, A.H. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Heyne, K. 1987. Tumbuhan Berguna Indonesia. Balai Penelitian dan Pengembangan Kehutanan. Departemen Kehutanan. Jakarta. Indonesia.
- Iskandar Untung Srihadiono dan Sambas Sabarnurdin. 2006. Globalisasi Sektor Kehutanan. UNWAMA Press. Yogyakarta.
- Ketaren, S. 2008. Minyak dan Lemak Pangan. Universitas Indonesia (UI- Press). Jakarta.
- Martawijaya, A., Iding, K., Kosasih, K., dan Soewanda., 2005. Atlas Kayu Indonesia Jilid I. Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan. Bogor. Indonesia.

- Murdijati, G. 1980. Minyak, Sumber Penanganan, Pengolahan dan Pemurniannya. Departemen Pendidikan dan Kebudayaan. Yogyakarta.
- Nur Andi dan AlamSyah, 2005. Biodisel Jarak Pagar Bahan Bakar Alternatif Yang Ramah Lingkungan. PT. Agro Media Pustaka. Bogor.
- Sudrajat, Sahirman dan D.Setiawan. 2007. Pembuatan Biodisel Dari Biji Nyamplung. Jurnal Penelitian Hasil Hutan. Pusat Litbang Hasil Hutan. Bogor. Indonesia.
- Sopama Ch. Abbas. 2007. Hitaullo (*Calophyllum inopyllum*) Sumber Energi Bahan Bakar Nabati (BBN) dan Tanaman Konservasi. BAPINDO. Bandung.
- Yusuf, Hendra, dan Agustian, 2003. Sifat Fisika Kimia Biodisel Jarak Pagar (*Jatropha curcas*). (Tidak dipublikasikan).