



TRANSESTERIFIKASI *IN SITU* BIJI KELOR (*Moringa oleifera* Lam) MENGGUNAKAN POLIMER BERBAHAN DASAR EUGENOL SEBAGAI PENYANGGA KATALIS H₂SO₄

[In Situ Transesterification of Moringa (*Moringa oleifera*) Seed Using Polymer Catalyst Based on Eugenol as a Catalyst Support H₂SO₄]

Erwin Abd Rahim¹, Achmad Rihday^{1*}, Syaiful Bahri¹, Dwi Juli Puspitasari¹

¹⁾ Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tadulako, Palu
Jl. Soekarno Hatta Km.9, Kampus Bumi Tadulako Tondo Palu, Telp. 0451- 422611

*)Corresponding author: achmadrihday050796@gmail.com

Diterima 7 Mei 2019, Disetujui 12 November 2019

ABSTRACT

A study of *in situ* transesterification of Moringa (*Moringa oleifera*) seeds with polymer based on eugenol catalyst support have been carried out. The aim of the study is to determine the concentration of eugenol-based polymer support catalyst which was used to produce fatty acid methyl esters with the highest yield, and best time and to determine the composition of fatty acid methyl esters found in transesterification *in situ*. The results showed that the catalyst concentration of 1% with a reflux time of 150 minutes resulted in a yield of 12.04% methyl ester. The results of analysis of methyl esters using GC-MS contain methyl stearate and methyl-9,12-octadecanoate compounds. The characteristics of methyl ester are water content of 1.23%, acid number of 11.60 mgKOH/gram, saponification number of 0 mg NaOH/gram, and pour point of 16°C.

Keywords: *Moringa seed, eugenol as a catalyst support H₂SO₄, transesterification*

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian terhadap transesterifikasi *in situ* dari biji kelor (*Moringa oleifera*) dengan polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H₂SO₄. Tujuan penelitian untuk mengetahui konsentrasi polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H₂SO₄ yang digunakan dalam menghasilkan metil ester asam lemak dengan rendemen tertinggi dan waktu terbaik, dan untuk mengetahui komposisi metil ester asam lemak yang terdapat pada transesterifikasi *in situ* dari rendemen biji kelor (*Moringa oleifera*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada konsentrasi katalis dengan rendemen tertinggi pada konsentrasi 1% dengan waktu refluks 150 menit menghasilkan rendemen metil ester sebesar 12,04%. Hasil analisis metil ester menggunakan GC-MS mengandung senyawa metil stearat dan metil-9,12-oktadekanoat. Karakteristik metil ester yaitu kadar air 1,23%, bilangan asam 11,60 mg KOH/gram, bilangan penyabunan 0 mg NaOH/gram dan titik tuang 16°C

Kata Kunci : *Biji kelor, eugenol penyangga katalis H₂SO₄, transesterifikasi*

LATAR BELAKANG

Kelor (*Moringa oleifera* Lam) memiliki biji kelor berwarna coklat kehitaman yang berbentuk bulat (Nasir *et al.*, 2010). Biji kelor tua menyimpan kandungan minyak sebesar 35% dengan kandungan asam oleat yang tinggi sekitar 72,2%. Minyak dari biji kelor mengandung senyawa sterol tokoferol dan flavanoid kandungan asam lemak pada biji kelor sangat bagus dikonversi sebagai metil ester (Rashid *et al.*, 2008).

Pembuatan metil ester biasanya dilakukan dengan dua tahap yaitu tahap ekstraksi minyak dari bahan baku dan tahap transesterifikasi minyak menjadi metil ester. Tahap ekstraksi minyak nabati dilakukan dengan cara mekanik menggunakan hydraulic press yang dilanjutkan proses ekstraksi dengan n-heksana. Tahap transesterifikasi minyak nabati menjadi metil ester dilakukan dengan proses transformasi kimia dengan menggunakan pereaksi metanol dan katalisator asam atau basa. Kedua tahapan dilakukan secara terpisah dan tidak berkesinambungan, sehingga proses produksi metil ester menjadi kurang efisien, banyak memakai energi dan membebani 70% dari total biaya proses produksi metil ester (Kartika *et al.*, 2009). Oleh karena itu perlu dikembangkan proses pembuatan metil ester yang bersifat sederhana, hemat energi dan berkualitas tinggi.

Transesterifikasi in situ merupakan salah satu metode yang diterapkan dalam proses pembuatan metil ester dengan

melakukan ekstraksi langsung pada sumber bahan baku yang mengandung minyak atau lemak. Pada proses in situ bahan baku yang digunakan adalah bahan padatan yang mengandung minyak atau lemak. Esterifikasi atau transesterifikasi in situ adalah proses ekstraksi minyak dan reaksi esterifikasi atau transesterifikasi dilangsungkan secara simultan dalam satu reaktor (Shiu *et al.*, 2010). Pada reaksi transesterifikasi seringkali menggunakan katalis asam. Katalis asam dapat dimodifikasi sehingga penggunaan lebih efisien dan efektif, salah satunya dengan menggunakan polimer alam ataupun sintesis.

Polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 telah berkembang dilingkungan para peneliti sintesis dalam reaksi homogen dan heterogen. Salah satu polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 yaitu sintesis absolut asimetri yang baru hasil dari reaksi antara eugenol, propargilamid dan adisi metileugenol dengan campuran asam asetat dan H_2SO_4 yang hasilnya dapat diaplikasikan sebagai polimer penyangga katalis (Rahim, 2016). Namun, katalis homogen seperti H_2SO_4 bisa transesterifikasi in situ tetapi memiliki kekurangan yaitu susah untuk memisahkan H_2SO_4 pada produk akhirnya dan juga tidak ramah lingkungan. Maka dari itu perlu dilakukannya penelitian terhadap konsentrasi polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 yang digunakan dalam menghasilkan metil ester

asam lemak dengan rendemen tertinggi dan waktu terbaik dan komposisi metil ester asam lemak yang terdapat pada transesterifikasi in situ dari minyak biji kelor (*Moringa oleifera*).

METODE PENELITIAN

Bahan dan Peralatan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu biji kelor (*Moringa oleifera*), metanol teknis, eugenol, aquades, asam sulfat (pekat), asam asetat glasial, n-heksan, Na_2SO_4 anhidrat, indikator fenofthalin, KOH, NaOH, HCl, etanol, kertas saring, aluminium foil dan tisu.

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu blender, termometer, hot plate, lemari asam, labu alas bulat, batang magnet dan alat stirer, neraca analitik, corong buchner, corong pisah, rotary vacuum evaporator, alat refluks, statif dan klem, GC-MS, TLC.

Prosedur penelitian

Preparasi sampel

Biji kelor dibilas dengan air bersih, untuk memastikan biji kelor (*Moringa oleifera*) bersih dari bahan pengotor lain kemudian biji kelor (*Moringa oleifera*) dikeringkan dengan sinar. Biji kelor (*Moringa oleifera*) kering dihaluskan menggunakan blender hingga ukuran partikel halus kemudian diayak dengan ayak 60 mesh. Selanjutnya serbuk halus dari biji kelor (*Moringa oleifera*) dimasukkan ke dalam oven untuk mengurangi sisa air.

Biji kelor (*Moringa oleifera*) yang telah kering disimpan dalam desikator untuk menjaga bahan baku tetap kering.

Pembuatan Polimer Berbahan Dasar Eugenol Penyangga Katalis H_2SO_4 (Asriani, 2019)

10 gram eugenol dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 ml kemudian ditambahkan 2,5 ml larutan H_2SO_4 - CH_3COOH 4% dengan perbandingan 4:1 (monomer : katalis) sambil diaduk dengan pengaduk magnetik stirrer. Penambahan katalis dilakukan dengan cara sedikit demi sedikit. Polimer terbentuk ditandai dengan munculnya asap putih pekat dan adanya polimer mengental di dinding gelas kimia. Polimerisasi dihentikan dengan menambahkan 4 tetes metanol.

Pembuatan Metil Ester Asam Lemak Secara Transesterifikasi In Situ (Asriani, 2019)

Timbang 25 gr biji kelor (*Moringa oleifera*) yang telah halus kemudian dimasukkan ke dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik. Kemudian ditambahkan katalis dengan variasi konsentrasi katalis yaitu 1%, 2%, 3%, 4% dan 5%. Serta metanol dengan perbandingan 1:15 (sampel : metanol) w/v. Direfluks dengan suhu 60°C dengan variasi waktu 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Dan disaring dengan menggunakan corong buchner. Kemudian filtratnya dimasukkan ke dalam corong pisah dan ditambahkan aquades 30 ml dan n-heksan 120 ml selanjutnya dikocok. Campuran didiamkan selama 24 jam sampai terbentuk dua

lapisan. Lapisan atas merupakan ester dan n-heksan dan lapisan bawah merupakan akuades dan katalisnya. Lapisan atas (ester dan n-heksan) dilewatkan dengan Na_2SO_4 anhidros. Kemudian memisahkan ester dengan n-heksan dengan cara dirotary dan diukur volumenya. Metil ester asam lemak yang terbentuk dianalisis dengan menggunakan TLC dan instrumentasi GC-MS.

Karakterisasi Metil Ester

1. Kadar Air (Noriko et al., 2012)

Analisis kadar air dilakukan dengan mengeringkan sampel metil ester di dalam oven 100°C sampai diperoleh berat yang tetap. Cawan kosong dan tutupnya dikeringkan dalam oven selama 15 menit kemudian, dan didinginkan dalam desikator ditimbang. selanjutnya 5 gram sampel minyak yang sudah dihomogenkan dalam cawan ditimbang. Kemudian tutup cawan diangkat dan cawan berisi sampel minyak dalam kondisi terbuka dan tutupnya juga ikut ditempatkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 6 jam. setelah itu cawan didinginkan dalam desikator lalu tutup dengan cawan. Selanjutnya ditimbang kembali

2. Bilangan Asam (Sanjiwani et al., 2015)

2 ml metil ester dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan metanol 95% sebanyak 2 ml. Larutan ditambahkan 2-3 tetes indicator fenofthalin, kemudian dititrasi dengan larutan standar KOH 0,0766 N hingga berwarna merah muda konstan (tidak terjadi perubahan

warna larutan selama 15 detik). Jumlah KOH yang digunakan untuk titrasi dicatat untuk menghitung bilangan asam. Perlakuan diulang selama 3 kali.

3. Bilangan Penyabunan (Daryono et al., 2013)

0,5 gram sampel dimasukkan ke dalam Erlenmeyer, kemudian ditambahkan 5 ml larutan (1 gram NaOH dalam 25 ml metanol). Campuran direfluks selama 30 menit pada suhu 70°C sambil diaduk. Hasil refluks didinginkan dan ditambahkan 3 tetes indikator fenofthalin. Selanjutnya dititrasi dengan larutan HCl 0,45 N untuk mengetahui kelebihan NaOH dilakukan titrasi blanko.

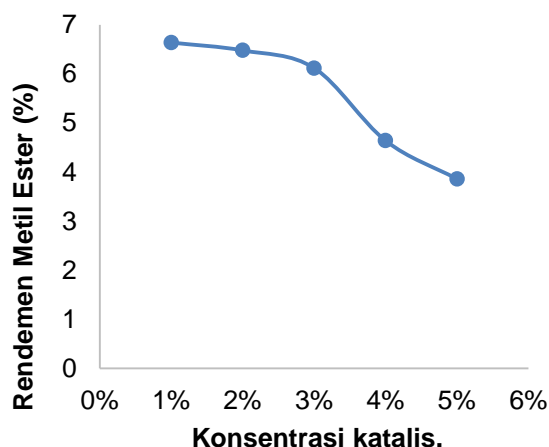
4. Titik Tuang (Syah, 2006)

Sebanyak 5 ml sampel dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang bersih dan kering, kemudian tabung reaksi tersebut dimasukkan ke dalam freezer. Setiap 15 menit sampel diambil dari freezer, kemudian diukur suhunya. Jika didalam terbentuk kristal berarti telah mencapai titik kabut dan jika sampel mulai menjadi gel berarti telah mencapai titik tuang.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rendemen Metil Ester Dari Biji Kelor pada Penggunaan Variasi Konsentrasi Katalis

Rendemen metil ester yang dihasilkan dari proses transesterifikasi *in situ* biji kelor menggunakan variasi konsentrasi polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 1, 2, 3, 4 dan 5%.

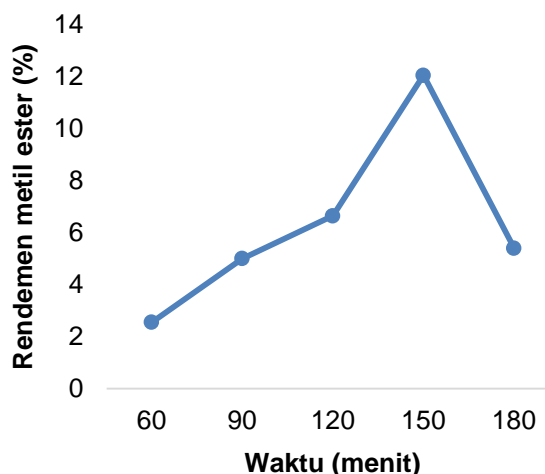


Gambar 1 Pengaruh konsentrasi konsentrasi katalis terhadap rendemen metil ester

Rendemen metil ester yang dihasilkan mengalami penurunan seiring bertambahnya konsentrasi polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 . Hasil rendemen metil ester pada masing-masing sebesar 6,64; 6,48; 6,12; 4,64 dan 3,86% (Gambar 1), sehingga rendemen metil ester tertinggi terdapat pada konsentrasi 1% dengan rendemen sebesar 6,64%. Rendemen metil ester tertinggi didapatkan pada konsentrasi katalis 1%, hal ini disebabkan katalis yang digunakan bersifat selektif dan terdapat pengaruh konsentrasi katalis, dimana semakin besar konsentrasi katalis yang digunakan dapat menyebabkan terjadinya reaksi hidrolisis. Menurut Gupta dan Paul (2014), katalis asam padat memiliki kerja yang selektif, dimana jenis ini mempunyai kelebihan dapat bekerja aktif dalam sistem homogen dan juga mempunyai kelebihan sistem katalis heterogen yang mudah dipisahkan.

Rendemen Metil Ester Dari Biji Kelor pada Penggunaan Variasi Waktu Reaksi

Rendemen metil ester yang dihasilkan dari proses transesterifikasi *in situ* biji kelor menggunakan hasil terbaik pada konsentrasi 1% digunakan pada penggunaan variasi waktu reaksi 60, 90, 120, 150 dan 180 menit.



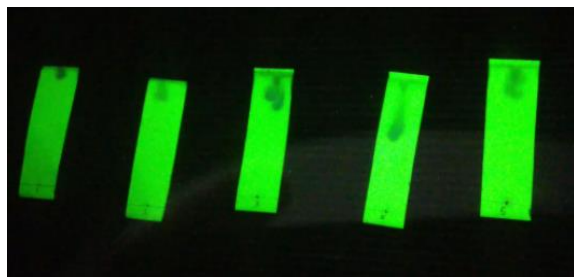
Gambar 2 Pengaruh waktu reaksi terhadap rendemen metil ester

Rendemen metil ester yang dihasilkan tiap waktu masing-masing sebesar 4,08; 5,00; 6,64; 12,04 dan 5,40% (Gambar 2). Dari data tersebut terlihat rendemen metil ester tertinggi terdapat pada waktu reaksi 150 menit dengan rendemen sebesar 12,04%. Kemudian pada waktu 180 menit rendemen yang dihasilkan mengalami penurunan yang disebabkan karena metil ester yang terbentuk mengalami reaksi hidrolisis.

Hasil Analisis Metil Ester Dari Transesterifikasi In Situ Menggunakan Plat Thin Layer Chromatography (TLC)

Analisis awal menggunakan plat TLC yang bertujuan untuk identifikasi metil ester

yang terkandung pada rendemen yang dihasilkan.



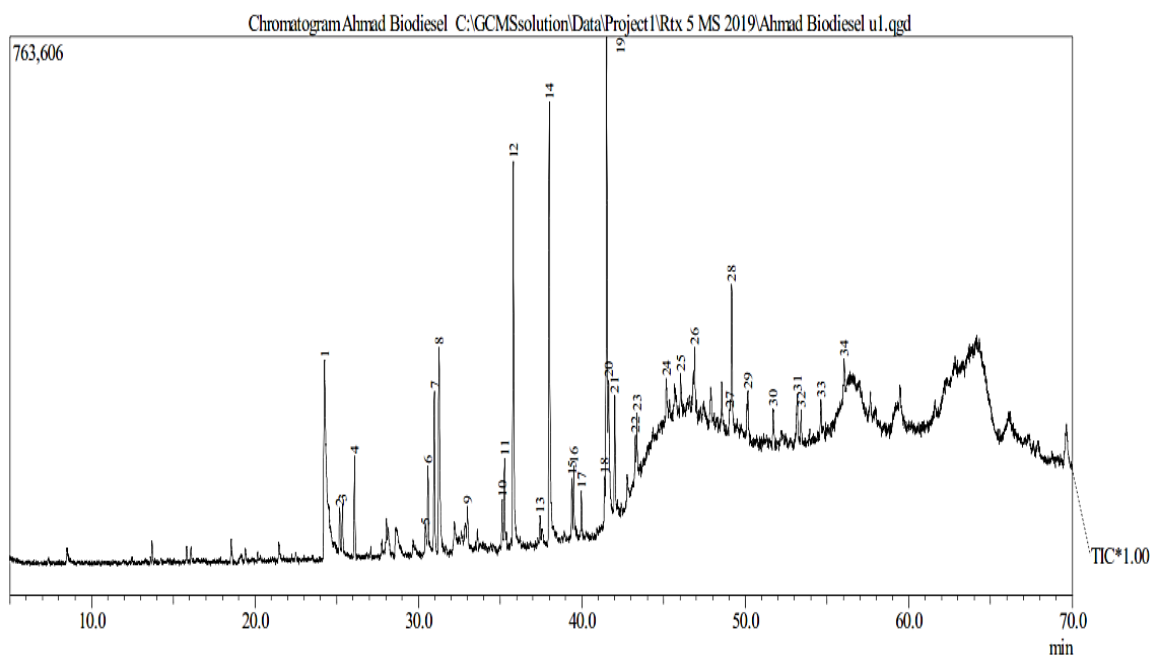
Gambar 3 Hasil TLC dari rendemen biji kelor (*Moringa oleifera*)

Hasil TLC pada tiap-tiap konsentrasi katalis yang digunakan dalam menghasilkan rendemen metil ester bahwa konsentrasi 1% terdapat bercak noda yang

bagus, sedangkan pada konsentrasi 2%, 3%, 4% dan 5% terdapat bercak noda yang kurang bagus (Gambar 3). Hasil analisis awal pada konsentrasi katalis 1% memungkinkan terdapat kandungan metil ester, maka dilanjutkan analisis lebih lanjut dengan GC-MS.

Hasil Analisis Metil Ester Dari Biji Kelor Menggunakan Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)

Analisis sebelumnya rendemen konsentrasi 1% merupakan hasil terbaik dari TLC. Rendemen konsentrasi 1% dianalisis dengan GC-MS (Gambar 4).



Gambar 4 Hasil GC-MS dari Metil ester pada penggunaan katalis 1%

Tabel 1 Seyawa-senyawa metil ester biji kelor dari hasil analisis GC-MS

Puncak	Waktu retensi, tR (menit)	Luas puncak (%)	Senyawa
14	38	13,55	Metil stearate
18	41,392	1,16	Metil 9,12-oktadekanoat

Terdapat dua kandungan senyawa metil ester yaitu metil stearat 13,55% dan 9,12-oktadekanoat 1,16% (Tabel 1). Komposisi terbesar terdapat pada senyawa metil stearat dengan SI (*Silimilitary Index*) sebesar 95 dan massa molekul relative 298. Katalis berbahan dasar eugenol ini bersifat

selektif karena trigliserida hanya membentuk ester asam lemak tertentu saja. Sepanjang pengetahuan penulis baru pertama kali dilaporkan bahwa biji kelor (*Moringa oleifera*) mengandung Metil 9,12-oktadekanoat sebesar 1,16%.

Karakterisasi Rendemen Biji Kelor

Karakterisasi rendemen biji kelor (*Moringa oleifera*) dilakukan berdasarkan beberapa parameter yaitu kadar air, bilangan asam, bilangan penyabunan dan titik kabut dan tuang.

Tabel 2 Hasil karakterisasi rendemen biji kelor (*Moringa oleifera*)

No	Parameter	Hasil analisis
1.	Kadar air	1,23%
2.	Bilangan asam	11,60 mg KOH/gram
3.	Bilangan penyabunan	0 mg NaOH/gram
4.	Titik kabut dan tuang	16°C

Hasil karakterisasi dari beberapa parameter yaitu kadar air 1,21%, bilangan asam 11,60 mg KOH/gram, bilangan asam 0 mg NaOH/gram dan titik kabut dan tuang 16°C (Tabel 2). Pada hasil penelitian kadar air dan bilangan asam sangat tinggi hal ini disebabkan karena metode yang dipake menggunakan transesterifikasi *in situ* mengakibatkan senyawa pengotor pada biji kelor (*Moringa oleifera*) ikut terekstrak. Menurut SNI 7182-2015, syarat metil ester sebagai bahan bakar alternative yaitu kadar air maksimal 0,05%, bilangan asam 0,5 mg KOH/gram, dan titik tuang 18°C.

KESIMPULAN

Konsentrasi polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 yang digunakan untuk menghasilkan metil ester asam lemak dengan rendemen tertinggi 12,04% dan waktu terbaik 120 menit. Komposisi metil ester asam lemak yang terdapat pada transesterifikasi *in situ* dari minyak biji kelor (*Moringa oleifera*) untuk penggunaan polimer berbahan dasar eugenol penyangga katalis H_2SO_4 yaitu Metil stearat dan Metil 9,12-oktadekanoat.

DAFTAR PUSTAKA

- Asriani, M. 2019. Studi Reaksi In Situ Transesterifikasi Biji Pala (*Myristica fragrans* Houtt) Dengan Katalis Asam Padat. *Skripsi*. Palu: Jurusan Kimia FMIPA Untad.
- Daryono, E. D. 2013. *Biodiesel Dari Minyak Biji Pepaya Dengan Transesterifikasi (Insitu)*. *Jurnal Teknik Kimia*, 8(1): 7-11.
- Gupta, P., Paul, S., 2014. Solid acids: Green alternatives for acid catalysis. *Catal. Today*. 236(B): 153-170.
- Kartika, I. A., Yuliani, S., Ariono, D., dan Sugiarto. 2009. Rekayasa Proses Produksi Biodiesel Berbasis Jarak (*Jatropha curcas*) Melalui Transesterifikasi *In Situ*. *Prosiding Seminar Hasil-Hasil Penelitian IPB*, Bogor: IPB. hlm. 129-139.
- Kusnandar F., Adawiyah, D. R., Fitria, M. 2010. Pendugaan Umur Simpan Produk Biskuit dengan Metode Akselerasi Berdasarkan Pendekatan Kadar Air Kritis. *J.Teknol dan Industri Pangan*, 21(2): 117-122.
- Nasir, S., Delfi F. S., dan Dewi P. 2010. Pemanfaatan Ekstrak Biji Kelor (*Moringa oleifera*) Untuk Pembuatan Bahan Bakar Nabati. *Jurnal Teknik Kimia*, 17(3).

- Noriko, N., Elfidasari, D., Perdana, A.T., Wulandari, N., Wijayanti, W. 2012. Analisis Penggunaan dan Syarat Mutu Minyak Goreng pada Penjaja Makanan di Food Court UAI. *Jurnal Al-Azhar Indonesia*, 1(3).
- Rahim, E. A. 2016. Sintesis Absolut Asimetrik Baru. *KOVALEN*, 2(1): 48-52.
- Rashid, U *et al.* 2008. (*Moringa oleifera*) Oil. A Possible Source of Biodiesel. *Bioresource Technology.*, 99: 8175-8179.
- Sanjiwani, N. M. S., Suaniti, N.M., Rustini, N. L. 2015. Bilangan Peroksida, Bilangan Asam, Dan Kadar Ffa Biodiesel Dengan Penambahan Antioksidan Dari Kulit Buah Pisang Kepok (*Musa paradisiaca* Linn.). *JURNAL KIMIA*, 9 (2): 259-266
- Shiu P. J *et al.* 2010. Biodiesel production from rice bran by a two-step in situ process. *Bioresour Technol.*, 101:984-989.
- Syah, A. N. A. 2006. *Biodiesel Jarak Pagar: Bahan Bakar Alternatif yang Ramah Lingkungan*. Jakarta: AgroMedia Pustaka.
- Wasono, M. S. E., Yuwono, S. S. 2014. Pendugaan Umur Simpan Tepung Pisang Goreng Menggunakan Metode Accelerated Shelf Life Testing Dengan Pendekatan Arrhenius. *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, 2(4):178-187.