

PENGARUH VOLUME PELARUT PADA EKSTRAKSI MINYAK FEUN KASE (*Thevetia peruviana*) UNTUK SINTESIS METIL ESTER

Received:

14 September 2022,

Accepted:

11 Nopember 2022

Published:

15 Maret 2023

DOI:

<https://10.32938/jcsa.v1i1.3299>

Maria Lilita Guterres^{1*}, Jefry Presson¹, Marselina Thresia Djue Tea¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Pertanian, Universitas Timor, Kefamenanu, Indonesia

*Email: lilitaguterres@yahoo.com

Abstrak

Biodiesel merupakan bahan bakar alternatif yang dapat diperbaharui. Biodiesel terdiri atas senyawa metil ester asam lemak yang disintesis melalui reaksi transesterifikasi minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol dan katalis. Masa depan biodiesel sebagai bahan bakar terletak pada kemampuan untuk menghasilkan bahan baku terbarukan yang bukan merupakan bahan baku pangan. Feun kase merupakan salah satu biomassa yang memiliki kandungan minyak pada bijinya. Tanaman ini terkenal beracun dan tidak dapat dikonsumsi sehingga diharapkan menjadi sumber yang memungkinkan sebagai bahan baku biodiesel. Penelitian ini mengkaji ekstraksi minyak feun kase dengan perbandingan berat bungkil dan volume pelarut untuk diperoleh rendemen tertinggi dan sintesis asam lemak menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi. Prosedur kerja meliputi ekstraksi minyak, diikuti dengan proses *degumming* untuk menghilangkan senyawa selain minyak seperti karbohidrat, fosfatida dan pengotor lain yang tersuspensi di dalam minyak dalam bentuk gum. Reaksi transesterifikasi minyak feun kase menggunakan metanol dan katalis NaOH 1% w/w sebagai promotor reaksi. Reaksi transesterifikasi pada kondisi suhu konstan yaitu suhu 60°C selama 90 menit dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*. Dari hasil penelitian, pada proses ekstraksi minyak feun kase diperoleh dengan rendemen tertinggi yaitu 52,99% pada perlakuan optimum maserasi bungkil feun kase dengan waktu 60 menit, volume pelarut 1000 mL dan berat sampel 1500 gr. Proses *degumming* efisien menurunkan kekentalan minyak feun kase dari 19,72 cSt menjadi 18,73 cSt dan penurunan % asam lemak bebas dari 2,47% menjadi 1,62%. Minyak feun kase telah dikonversi menjadi metil ester (biodiesel) dengan rendemen sebesar 81,48%.

Kata kunci: Ekstraksi, Metil ester, Minyak feun kase, Transesterifikasi

1. Pendahuluan

Konsumsi energi total dunia telah meningkat secara signifikan. Bahan bakar fosil yang menjadi sumber energi secara global saat ini semakin menipis dan diperkirakan akan habis. Masalah lingkungan yang ditimbulkan akibat emisi bahan bakar fosil juga mendorong lebih banyak penelitian tentang bahan bakar alternatif yang bersih dan terbarukan. Biodiesel merupakan bahan bakar nabati yang *biodegradable*, tidak beracun, portabel dan dapat berkontribusi untuk mengurangi masalah emisi gas CO₂¹. Biodiesel mampu meningkatkan keamanan energi, dianggap terbarukan dan sumber yang berkelanjutan karena berasal dari biomassa.

Salah satu jenis tanaman yang dapat menghasilkan minyak nabati adalah Feun Kase (*Thevetia peruviana*). Feun Kase adalah nama lokal untuk tanaman ginje bagi

masyarakat NTT, terutama di Kabupaten Timor Tengah Selatan (TTS) dan Timor Tengah Utara (TTU). Tumbuhan ini termasuk famili *Apocynaceae* yang tersebar luas di Benua Asia Amerika, dan Afrika². Tanaman feun kase merupakan salah satu komoditas penghasil minyak nabati yang cukup tinggi, namun belum banyak dikembangkan karena tanaman ini terkenal sebagai tanaman beracun. Biji tanaman ini memiliki kandungan minyak yang tinggi yaitu sekitar 48% (w/w) dengan kandungan protein sekitar 40–45% dan asam lemak seperti asam oleat, palmitat, linoleat, stearat, arakida, palmitoleic dan linolenic^{3,4}. Ekstraksi minyak Feun Kase dapat diperoleh menggunakan cara pengepresan dan menggunakan pelarut. Cara pengepresan terkadang kurang efektif karena minyak tidak dapat terekstraksi seluruhnya. Minyak dalam bahan dapat dilarutkan

dengan pelarut yang sesuai berdasarkan prinsip kelasurut *like dissolved like*.

Penelitian terhadap kandungan minyak tanaman Feun Kase (*Thevetia peruviana*) telah dilakukan Temitayo⁵ yang melaporkan hasil ekstraksi biji *Thevetia peruviana* pada waktu ekstraksi 60 menit, volume pelarut 225 mL dan berat sampel 40 g dapat memberikan rendemen tertinggi sebesar 44%. Penelitian Bora⁶ menginvestigasi kandungan minyak pada biji tanaman *Thevetia peruviana* menggunakan pelarut petroleum eter mencapai 61,7%. Menurut Godson⁷, tanaman Feun Kase merupakan tanaman penghasil minyak yang baik untuk produksi biodiesel.

Transesterifikasi merupakan metode kimiawi yang paling umum mengkonversi asam-asam lemak minyak nabati menjadi metil ester dengan adanya metanol dan katalis seperti alkali (NaOH) sebagai promotor reaksi serta menghasilkan gliserol sebagai produk samping reaksi⁸. Sintesis metil ester (biodiesel) dipengaruhi oleh rasio molar minyak dengan metanol, suhu reaksi, waktu reaksi dan kandungan pengotor (air/asam lemak bebas)⁹. Penelitian ini mengkaji ekstraksi minyak feun kase dengan menggunakan volume pelarut dan berat bungkil berbeda untuk memperoleh rendemen tertinggi serta sintesis trigliserida dari minyak biji feun kase menjadi metil ester melalui reaksi transestrifikasi.

2. Metodologi

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah biji Feun Kase, petroleum eter (merck), asam fosfat (H₃PO₄) (merck), natrium hidroksida (NaOH) (merck), metanol (CH₃OH) (merck), kertas saring, es batu, aquades dan ammonium sulfat anhidrat (Na₂SO₄) (merck), aluminum foil, tisu, dan kertas label.

2.2 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, oven, blender, seperangkat alat gelas, *hot plate*, termometer, pengaduk magnetik, termostat, seperangkat alat destilasi, corong pisah dan pipet tetes.

2.3 Prosedur Kerja

Preparasi bungkil

Biji feun kase dibersihkan dari cangkangnya untuk diperoleh bungkilnya, kemudian dihaluskan dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60°C selama 4 jam dan disimpan dalam wadah tertutup.

Ekstraksi Minyak Feun Kase

Minyak feun kase diekstraksi dengan cara maserasi yaitu merendam bungkil feun kase menggunakan pelarut petroleum eter. Perendaman dilakukan dalam 3 perbandingan volume pelarut dan berat bungkil yaitu 500:500, 1000:500, dan 1500:1000 (w/v). Bungkil ditimbang dan dimasukan ke dalam wadah kemudian ditambahkan petroleum eter dan ditutup rapat. Proses maserasi dilakukan selama 60 menit sambil sesekali digojog. Selanjutnya bungkil dipres dan disaring. filtrat berupa campuran minyak dan petroleum eter didestilasi sementara residu direndam kembali sampai semua minyak dalam bungkil terekstrak sempurna. Proses destilasi dinyatakan selesai apabila sudah tidak ada destilat (petroleum eter) yang menetes dari kondensor. Minyak disaring dengan kertas saring dan dikeringkan dari pelarut sisa menggunakan pemanasan pada *hot plate*. Perhitungan besar rendemen minyak dihitung menggunakan persamaan:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Berat Minyak}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

Proses Degumming

Degumming merupakan proses penghilangan gum dan sisasisa zat pengotor didalam minyak yang tidak diperlukan dalam sintesis biodiesel. Degumming minyak feun kase dilakukan dengan menambahkan larutan H₃PO₄ 1% yang telah dipanaskan pada suhu 70°C ke dalam minyak dalam corong pisah dalam rasio minyak/larutan H₃PO₄ 1:2 (w/v). Kemudian dibiarkan selama 4-8 jam hingga minyak terpisah dan gum mengendap di lapisan bawah corong pisah.

Transesterifikasi

Minyak feun kase setelah melewati proses degumming selanjutnya disintesis menjadi metil ester melalui reaksi transesterifikasi. Proses transesterifikasi dilakukan dengan menimbang 25 gr minyak feun kase, kemudian dipanaskan pada suhu 60°C. Larutan metoksi dipersiapkan dengan melarutkan katalis NaOH 1% (w/w) minyak ke dalam metanol dengan berat 5,57 gr. Perbandingan molar minyak terhadap metanol yaitu 1:6. Setelah suhu minyak tercapai, larutan metoksi ditambahkan ke dalam minyak. Suhu reaksi dipertahankan pada 60°C dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Produk reaksi didiamkan selama 90 menit, kemudian dilanjutkan proses pemisahan dan pemurnian biodiesel untuk diperoleh biodiesel murni. Biodiesel yang diperoleh dihitung menggunakan persamaan:

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{Berat metil ester}}{\text{Berat teoritis metil ester}} \times 100\%$$

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Preparasi Sampel Feun Kase

Pada penelitian ini, bungkil feun kase dihancurkan dengan blender untuk meningkatkan laju ekstraksi minyak. Bungkil kemudian dikeringkan dalam oven dengan tujuan mengurangi kandungan air sehingga tidak menghambat proses selanjutnya. Setelah di oven, tekstur bungkil feun kase lebih halus dan mengeluarkan aroma yang sedap. Bungkil feun kase yang kering akan berminyak jika disimpan dalam wadah tertutup selama beberapa hari.

3.2. Ekstraksi Minyak feun Kase

Merasasi merupakan metode ekstraksi sederhana dengan biaya operasional yang rendah. Pada penelitian ini, minyak feun kase diekstraksi menggunakan metode maserasi dimana bungkil feun ditimbang dalam jumlah tertentu dan direndam menggunakan pelarut petroleum eter tanpa pemanasan. Pemilihan petroleum eter sebagai pelarut didasarkan oleh prinsip *like dissolved like*, yaitu pelarutan zat aktif berdasarkan sifat kelarutannya dalam suatu pelarut. Asam lemak dari minyak feun kase merupakan asam lemak berantai karbon panjang yaitu asam oleat sehingga untuk melarutkan minyak feun kase yang bersifat non polar digunakan pelarut petroleum eter yang juga bersifat non polar⁶. Selain itu, pelarut petroleum eter mudah diuapkan dan rendah toksitas. Selain pemilihan tipe pelarut, waktu ekstraksi yang ditentukan yaitu 60 menit. Bungkil direndam berulang-ulang dengan pelarut baru sampai tidak ada minyak yang diperoleh. Hal ini bertujuan agar minyak dapat seluruhnya diekstraksi dan memperoleh hasil yang lebih maksimal dibanding melakukan sekali maserasi dengan jumlah pelarut yang sama.

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data penggunaan volume pelarut dan berat bungkil terhadap rendemen ekstrak minyak feun kase, ditampilkan pada **Tabel 1** berikut.

Table 1. Pengaruh volume pelarut dan berat bungkil terhadap rendemen ekstrak minyak feun kase

Sampel	Volume Pelarut (mL)	Berat Bungkil (gr)	Berat Minyak (gr)	Rendemen (%)
A1	500	500	261,64	52,33
A2	1000	500	451,21	45,12
A3	1500	1000	794,80	52,99

Volume pelarut yang direndam merupakan variabel yang dapat mempengaruhi koefisien perpindahan massa¹⁰. Volume pelarut dan berat bungkil dalam maserasi minyak feun kase berdampak terhadap rendemen minyak yang diperoleh. Dari hasil penelitian pada **Tabel 1** terlihat bahwa proses maserasi menggunakan volume pelarut dan berat bungkil volume pelarut yaitu 500:500 (w/v) dan 1500:1000 (w/v) memberikan rendemen yang hampir sama. Volume pelarut yang lebih kecil dari berat bungkil memperoleh rendemen yang lebih kecil. Semakin tinggi volume pelarut yang digunakan akan melarutkan semakin banyak minyak di dalam bungkil feun kase sehingga semakin besar rendemen minyak yang diperoleh. Perlakuan optimum ekstraksi minyak feun kase dengan waktu 60 menit yaitu dengan volume pelarut 1500 ml dan berat bungkil 1000 gr. Perendaman maksimal dilakukan sebanyak lima kali sampai bungkil menjadi kering dan tidak berminyak serta perendaman kelima kalinya menghasilkan minyak dengan jumlah yang lebih kecil. Minyak feun kase dipisahkan dari pelarut petroleum eter menggunakan destilasi sederhana dan pemanasan pada *hot plate*. Minyak feun kase yang dihasilkan pada penelitian ini berwarna kuning kemerahan (**Gambar 1**). Hal ini disebabkan oleh adanya senyawa karotenoid yang merupakan hidrokarbon dengan ikatan tidak jenuh, serta adanya pemanasan pada minyak dapat mengurangi warna merah pada minyak karena karotenoid tidak stabil pada suhu tinggi¹¹.



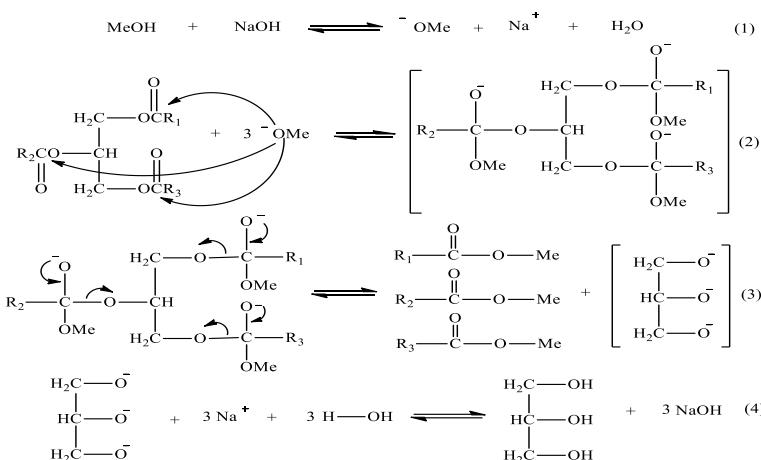
Gambar 1. Ekstrak Minyak feun kase

3.3. Degumming Minyak Feun Kase

Ekstrak minyak biji feun kase dapat mengandung senyawa-senyawa selain minyak seperti karbohidrat, fosfatida dan pengotor lain yang tersuspensi di dalam minyak dalam bentuk gum. Untuk memperoleh minyak yang bermutu baik maka minyak harus dimurnikan dari kotoran yang terdapat didalamnya¹¹. Pada penelitian ini, proses *degumming* menggunakan asam fosfat 1% yang disertai pemanasan pada suhu 70°C. Asam fosfat dapat

mengikat zat terlarut seperti getah, sedangkan pemanasan dilakukan untuk menghidrolisis senyawa fosfatida pada minyak dalam suasana asam sehingga mudah mengendap dan mudah dipisahkan dari minyak¹². Hilangnya gum pada proses *degumming* dapat menurunkan kekentalan minyak feun kase yaitu dari 19,72 cSt menjadi 18,73 cSt dan juga terjadi penurunan % asam lemak bebas dari 2,47% menjadi 1,62%.

3.4. Transesterifikasi



Gambar 2. Mekanisme reaksi transestrifikasi terkatalisis NaOH

Sintesis biodiesel dari minyak biji feun kase dilakukan melalui reaksi transesterifikasi dengan menggunakan metanol dan katalis NaOH. Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan memanaskan minyak terlebih dahulu pada suhu 60°C kemudian ditambahkan larutan metoksida secara perlahan dengan pengadukan selama 90 menit. Suhu reaksi dipertahankan konstan pada suhu 60°C sebab jika kurang maka biodiesel dapat tidak terbentuk dan jika di atas 60°C maka dapat mengakibatkan metanol menguap dan tidak bercampur dengan minyak¹³. Pemilihan metanol sebagai pelarut dalam proses ini karena metanol merupakan alkohol berantai pendek yang lebih reaktif dengan minyak dibanding alkohol lainnya. Pada penelitian ini menggunakan perbandingan mol minyak dan metanol yaitu 1:6, dengan menggunakan berat metanol sebesar 5,57 gram dan digunakan berlebih untuk menggeser reaksi ke arah produk. Reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa sebagai promotor reaksi karena memiliki kemampuan katalitik yang kuat meskipun memiliki resiko terjadinya reaksi penyabunan antara asam lemak bebas dengan kation alkali dari katalis basa yang digunakan. Penggunaan katalis NaOH 1% dapat membuat reaksi dapat berjalan optimal dan mampu

menghasilkan rendemen yang tinggi³. Mekanisme reaksi transesterifikasi menggunakan katalis NaOH dan metanol terjadi dalam empat langkah reaksi, seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2**.

Pada **Gambar 2** reaksi antara katalis basa (NaOH) dengan alkohol (MeOH) akan menghasilkan gugus metoksida yang berperan sebagai nukleofil pada reaksi transesterifikasi. Ion metoksi akan menyerang karbon karbonil molekul trigliserida dan membentuk intermediet tetrahedral. Langkah selanjutnya merupakan pembentukan alkil ester dan anion digliserida. Akhirnya, katalis akan mengalami deprotonasi dan bereaksi dengan ion digliserida untuk menghasilkan molekul digliserida yang siap bereaksi dengan molekul alkohol lain dan mengubah katalis basa ke bentuk awal¹⁴. Hasil dari proses transesterifikasi dapat terlihat pada **Gambar 3** berikut.



Gambar 3. Produk transesterifikasi

Gambar 3 menunjukkan proses pemisahan pada produk transesterifikasi dimana terdapat dua lapisan terbentuk di akhir reaksi. Lapisan pertama merupakan lapisan metil ester dimana biodiesel terbentuk dan lapisan kedua merupakan lapisan gliserol. Biodiesel yang diperoleh dari hasil transesterifikasi minyak biji feun kase memiliki tampilan warna kuning pucat sementara gliserol sebagai produk samping memiliki warna yang lebih gelap dan lebih kental.. Kedua lapisan ini terbentuk karena adanya perbedaan massa jenis dimana massa jenis metil ester lebih rendah ($850-890 \text{ kg/m}^3$) dibandingkan massa jenis gliserol yaitu 1260 kg/m^3 ¹⁵. Hasil konversi minyak feun kase menjadi metil ester diperoleh rendemen sebesar 81,48%. Hasil ini tidak jauh berbeda dari penelitian yang dilakukan oleh Dhoot³ yaitu sebesar 83% dan Godson⁷ sebesar 85,20%.

4. Kesimpulan

Biji tanaman feun kase merupakan penghasil minyak yang baik. Minyak tanaman feun kase diperoleh dengan rendemen tertinggi sebesar 52,99% pada waktu ekstraksi 60 menit,

volume pelarut 1000 ml dan berat sampel 1500 gr. Proses degumming sangat efisien dilakukan untuk menurunkan kekentalan minyak dari 19,72 cSt menjadi 18,73 cSt dan penurunan % asam lemak bebas dari 2,47% menjadi 1,62%. Biodiesel dari minyak biji feun kase (*Thevetia peruviana*) diperoleh melalui reaksi transesterifikasi menggunakan katalis NaOH dengan konsentrasi 1% w/w sebesar 81,48%.

Referensi

- (1) Atabani, A. E.; César, A. da S. *Calophyllum Inophyllum L. – A Prospective Non-Edible Biodiesel Feedstock. Study of Biodiesel Production, Properties, Fatty Acid Composition, Blending and Engine Performance. Renew. Sustain. Energy Rev.* **2014**, 37, 644–655. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2014.05.037>.
- (2) Deka, D. C.; Basumatary, S. High Quality Biodiesel from Yellow Oleander (*Thevetia Peruviana*) Seed Oil. *Biomass Bioenergy* **2011**, 35 (5), 1797–1803. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.01.007>.
- (3) Dhoot, S. B.; Jaju, D. R.; Deshmukh, S. A.; Panchal, B. M.; Sharma, M. R. Extraction of *Thevetia Peruviana* Seed Oil and Optimization of Biodiesel Production Using Alkali-Catalyzed Methanolysis. **2011**, 2 (2), 10.
- (4) Yadav, A. K.; Khan, M. E.; Pal, A.; Dubey, A. M. Performance, Emission and Combustion Characteristics of an Indica Diesel Engine Operated with Yellow Oleander (*Thevetia Peruviana*) Oil Biodiesel Produced through Hydrodynamic Cavitation Method. *Int. J. Ambient Energy* **2018**, 39 (4), 365–371. <https://doi.org/10.1080/01430750.2017.1303631>.
- (5) Temitayo, O. D. Optimization of Oil Extraction from *Thevetia Peruviana* (Yellow Oleander) Seeds: A Case Study of Two Statistical Models. **2017**, 3 (4), 19.
- (6) Bora, M. M.; Gogoi, P.; Deka, D. C.; Kakati, D. K. Synthesis and Characterization of Yellow Oleander (*Thevetia Peruviana*) Seed Oil-Based Alkyd Resin. *Ind. Crops Prod.* **2014**, 52, 721–728. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.11.012>.
- (7) Godson A., R.E.E and Udoфia G.B. (2015). Characterization of oil and biodiesel produced from *Thevetia peruviana* (yellow oleander) seeds. International Journal of Sustainable and Green Energy., 4:150-158.
- (8) Rezania, S.; Oryani, B.; Park, J.; Hashemi, B.; Yadav, K. K.; Kwon, E. E.; Hur, J.; Cho, J. Review on Transesterification of Non-Edible Sources for Biodiesel Production with a Focus on Economic Aspects, Fuel Properties and by-Product Applications. *Energy Convers. Manag.* **2019**, 201, 112155. <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2019.112155>.
- (9) Verma, D.; Raj, J.; Pal, A.; Jain, M. A Critical Review on Production of Biodiesel from Various Feedstocks. **8**.
- (10) Prihandana, R. R. Penentuan Koefisien Perpindahan Massa Ekstraksi Minyak Biji Nyamplung Dengan Menggunakan Ekstraktor Berpengaduk. No. 978, 6.
- (11) Winarno, F. G. (2008). Kimia Pangan dan Gizi: Edisi Terbaru. Jakarta. Gramedia Pustaka Utama, 31.
- (12) Sudradjat, R.; Pawoko, E.; Hendra, D.; Setiawan, D. Pembuatan Biodiesel Dari Biji Kesambi (*Schleichera oleosa* L.). *J. Penelit. Has. Hutan* **2010**, 28 (4), 358–379. <https://doi.org/10.20886/jphh.2010.28.4.358-379>.
- (13) Rachmanita, R. E.; Safitri, A. Pemanfaatan Minyak Biji Alpukat (*Persea americana* Mill) sebagai Bahan Baku Pembuatan Biodiesel dengan Pemurnian Water Washing. *J. Ilm. SAINS* **2020**, 20 (2), 88. <https://doi.org/10.35799/jis.20.2.2020.28266>.
- (14) Lee, D.-W.; Park, Y.-M.; Lee, K.-Y. Heterogeneous Base Catalysts for Transesterification in Biodiesel Synthesis. *Catal. Surv. Asia* **2009**, 13 (2), 63–77. <https://doi.org/10.1007/s10563-009-9068-6>.
- (15) Rezeika, S. H.; Ulfin, I.; Ni'mah, Y. L. Sintesis Biodiesel dari Minyak Jelantah dengan Katalis NaOH dengan Variasi Waktu Reaksi Transesterifikasi dan Uji Performanya dengan Mesin Diesel. *Akta Kim. Indones.* **2018**, 3 (2), 175. <https://doi.org/10.12962/j25493736.v3i2.3098>.