

PENGARUH KONDISI PROSES TRANSESTERIFIKASI MENGGUNAKAN METODE SONIKASI TERHADAP RENDEMEN DAN MUTU ETIL ESTER MINYAK IKAN

THE EFFECT OF TRANSESTERIFICATION PROCESS CONDITIONS USING THE SONICATION METHOD ON THE YIELD AND QUALITY OF FISH OIL ETHYL ESTER

Fatria Resti Haryani^{*}, Erliza Hambali, dan Ika Amalia Kartika

Program Studi Teknik Industri Pertanian, Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor
Jl. Raya Dramaga, Kampus IPB Dramaga Bogor 16680, Jawa Barat, Indonesia
Email: fatriaresti.haryani@yahoo.co.id

Makalah: Diterima 27 Agustus 2022; Diperbaiki 12 Desember 2022; Disetujui 20 Januari 2023

ABSTRACT

Fish oil is a lipid fraction that can be obtained from the extraction process of fish meat and by-products of fish processing. Generally, fish oil is in the triglyceride form, but tends to be unstable and easily oxidized, therefore fish oil is converted to the ethyl ester form which has better stability against oxidation. This study aims to analyze the effect of the transesterification process conditions using the sonication method on the yield and quality of fish oil ethyl ester produced. The design used was a Completely Randomized Factorial Design with 2 factors, there were the sonication time (10, 20, and 30 minutes) and the concentration of KOH catalyst (0.5, 1.0, and 1.5%). The results showed that the highest yield value was found in the 10 minutes and 0.5% KOH of 91.38%. The best ethyl ester quality from the data obtained was found in the 30 minutes and 0.5% KOH with a FFA value of 0.50%, acid value of 1.09 mg KOH/g, saponification value of 214.93 mg KOH/g, ester value 213.84 mg KOH/g, peroxide value 5.86 meq/kg, p-anisidin value 30.02 meq/kg, total oxidation value 40.44 meq/kg, density 0.8745 g/m³, and viscosity 4.81 mm²/s.

Keywords: fish oil, transesterification, sonication

ABSTRAK

Minyak ikan merupakan fraksi lipid yang dapat diperoleh dari proses ekstraksi daging ikan maupun produk samping pengolahan ikan. Umumnya, minyak ikan dalam bentuk trigliserida, tetapi cenderung tidak stabil dan mudah teroksidasi, oleh karena itu minyak ikan dikonversi ke dalam bentuk etil ester yang memiliki stabilitas yang lebih baik terhadap oksidasi. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh kondisi proses transesterifikasi menggunakan metode sonikasi terhadap rendemen dan mutu etil ester minyak ikan yang dihasilkan. Rancangan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap Faktorial (RALF) dengan 2 faktor, yaitu lama sonikasi (10, 20, dan 30 menit) dan konsentrasi katalis KOH (0,5; 1,0; dan 1,5%). Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen tertinggi terdapat pada waktu 10 menit dan KOH 0,5% sebesar 91,38%. Kualitas etil ester terbaik dari data yang diperoleh terdapat pada waktu 30 menit dan KOH 0,5% dengan kadar FFA 0,50%, bilangan asam 1,09 mg KOH/g, bilangan penyabunan 214,93 mg KOH/g, bilangan ester 213,84 mg KOH/g, bilangan peroksida 5,86 meq/kg, bilangan p-anisidin 30,02 meq/kg, total oksidasi 40,44 meq/kg, densitas 0,8745 g/m³, dan viskositas 4,81 mm²/s.

Kata kunci: minyak ikan, transesterifikasi, sonikas

PENDAHULUAN

Minyak ikan merupakan fraksi lipid yang dapat diperoleh dari proses ekstraksi daging ikan maupun pemanfaatan produk samping hasil pengolahan ikan, seperti pengalengan ikan, *fillet* ikan, dan penepungan ikan. Produksi perikanan tangkap pada tahun 2020 mencapai 6.988.208 ton (BPS, 2020), sedangkan produksi perikanan budidaya pada tahun 2020 mencapai 14.845.015 ton (BPS, 2020). Menurut Suseno *et al.* (2013), jumlah industri perikanan mengalami peningkatan, sehingga produk samping hasil pengolahan ikan juga akan mengalami peningkatan. Upaya yang bisa dilakukan untuk meningkatkan nilai tambah produk samping hasil pengolahan ikan, yaitu mengolahnya menjadi *fatty acid ester*. Minyak ikan dapat terbentuk ke dalam

beberapa bentuk senyawa, seperti FFA, trigliserida, dan etil ester. Minyak ikan dalam bentuk trigliserida cenderung tidak stabil dan mudah teroksidasi, sehingga dapat merusak mutu dan memperpendek umur simpan minyak ikan (Estiasih, 2009). Salah satu upaya untuk mengatasinya adalah menjadikan trigliserida minyak ikan menjadi bentuk ester yang memiliki kestabilan lebih baik terhadap oksidasi dibandingkan trigliserida (Estiasih, 2009). Penelitian ini akan mengkonversi minyak ikan kasar menjadi etil ester. Etil ester termasuk ke dalam *fatty acid ester* (asam lemak ester), seperti halnya metil ester diperoleh melalui proses transesterifikasi minyak dan esterifikasi asam lemak. Selain berpotensi diolah menjadi bahan bakar alternatif biodiesel, *fatty acid ester* (asam lemak ester) sebagai produk *intermediate* juga dapat diolah lebih lanjut menjadi produk

turunannya. Etil ester atau metil ester yang digunakan sebagai produk *intermediate* dapat diolah menjadi sejumlah produk oleokimia, seperti *fatty alcohol*, alkanolamida, metil ester sulfonat, dan lain-lain (Towaha dan Tjahjana, 2019).

Trigliserida dapat dikonversi menjadi etil ester melalui proses transesterifikasi. Transesterifikasi merupakan reaksi antara senyawa trigliserida dan alkohol dengan menggunakan bantuan katalis basa, sehingga dihasilkan produk utama berupa alkil ester dan gliserol sebagai *by-product*. Minyak ikan kasar umumnya memiliki kadar FFA (*free fatty acid*) lebih dari 2%, sehingga diperlukan perlakuan pendahuluan untuk menurunkan kadar FFA tersebut. Setelah kadar FFA minyak ikan kurang dari 2%, maka dapat dilanjutkan tahap transesterifikasi. Pelarut alkohol yang ditambahkan katalis basa membentuk alkoksida bersifat tidak terlalu larut di dalam minyak dan laju transesterifikasi hanya dibatasi pada daerah antarmuka alkohol-minyak, sehingga membutuhkan agitasi mekanis untuk mengecilkan ukuran *droplet* alkohol dan minyak (Wu *et al.*, 2007). Umumnya, proses transesterifikasi menggunakan agitasi mekanis yang membutuhkan waktu sekitar 1 – 2 jam, bahkan beberapa penelitian menghabiskan waktu lebih dari 2 jam, dimana waktu transesterifikasi ini diyakini dapat dipersingkat untuk memaksimalkan proses transesterifikasi. Salah satu cara untuk mempersingkat waktu proses transesterifikasi ini adalah dengan menggunakan bantuan gelombang ultrasonik. Menurut Wu *et al.* (2007), gelombang ultrasonik yang dirambatkan pada suatu media cair menyebabkan terjadinya siklus peregangan dan pemampatan antarmuka cairan, sehingga terbentuk gelembung mikro. Gelembung mikro bersifat tidak stabil dan mudah pecah. Proses pecahnya gelembung mikro mengakibatkan pengelupasan permukaan terluar yang menyebabkan partikel cairan menjadi rusak, sehingga terbentuk permukaan baru dimana ukuran partikel cairan menjadi lebih kecil (Sholihah, 2016). Proses pengecilan ukuran ini dapat membantu mempercepat proses transfer massa diantara kedua fase (Keil, 2007) yang mana terjadi secara terus menerus selama proses dalam waktu yang singkat, sehingga penetrasi pelarut menjadi lebih baik terhadap minyak dan mempercepat proses pembentukan etil ester. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisis pengaruh kondisi proses transesterifikasi menggunakan metode sonikasi terhadap rendemen dan mutu etil ester minyak ikan yang dihasilkan.

BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan meliputi alat gelas laboratorium, serangkaian alat kondensor, labu leher tiga, *magnetic stirrer*, termometer, *hotplate*, *water bath*, aluminium foil, *density meter* DMA 4500 M (Anton Paar), DV3T *Viscometers* (Brookfield

rheometer), buret, jar, *Spectrophotometer UV-Vis* U-2900, *Gas chromatography–mass spectrometry* (GC-MS), *Branson ultrasonic cleaner* Model 1510, dan corong pemisah. Bahan-bahan yang digunakan meliputi minyak ikan, asam sulfat (H₂SO₄), HCl, etanol, NaOH, akuades, kalium hidroksida (KOH), indikator PP, natrium tetraborat (Na₂B₄O₇), metil merah, potasium iodida (KI), indikator pati, natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃), kalium dikromat (K₂Cr₂O₇), isooktan, p-anisidin, asam asetat glasial (CH₃COOH), dan kloroform (CHCl₃).

Prosedur Penelitian

Proses Transesterifikasi Minyak Ikan Menggunakan Metode Sonikasi

Reaksi transesterifikasi minyak ikan dilakukan dengan menggunakan labu leher tiga sebagai reaktor yang dilengkapi dengan rangkaian alat kondensor refluks dan termometer. Minyak ikan teresterifikasi (minyak ikan yang telah diesterifikasi dan memiliki kadar asam lemak bebas 1,10%) dimasukkan ke dalam labu leher tiga, lalu dilakukan pemanasan menggunakan *hotplate* yang sudah terhubung dengan kondensor terlebih dahulu, karena alat sonikator jenis *cleaning waterbath* yang ada tidak dapat diatur suhunya. Setelah mencapai suhu 60°C, dimasukkan larutan alkoksida/etoksida, yaitu campuran etanol (perbandingan rasio mol antara minyak ikan teresterifikasi dan etanol adalah 1:6) dan katalis KOH, sesuai perlakuan (0,5; 1,0; dan 1,5%). Proses transesterifikasi dilakukan berdasarkan perlakuan lama sonikasi yang telah ditentukan (10, 20, dan 30 menit). Setelah reaksi selesai, produk didinginkan dan dilakukan *settling* selama 24 jam. Tahapan selanjutnya ialah pencucian menggunakan air suhu 60 – 70 °C untuk menghilangkan zat pengotor (*impurities*) yang terlarut, dilanjutkan dengan proses pemanasan etil ester hasil pencucian untuk menguapkan air yang tersisa.

Parameter Uji

Rendemen (Andriyani, 2017)

Rendemen etil ester dihitung berdasarkan berat akhir etil ester dibagi berat awal minyak ikan teresterifikasi. Rumus rendemen etil ester sebagai berikut :

$$\% \text{ Rendemen etil ester} = \frac{\text{berat etil ester (g)}}{\text{berat awal minyak ikan teresterifikasi (g)}} \times 100$$

Analisis Mutu Etil Ester

Analisis mutu etil ester yang dilakukan meliputi : analisis kadar FFA (SNI 8392-1:2017), bilangan asam (AOAC, 2005), bil. peroksida (SNI 8392-2:2018), bil. p-Anisidin (SNI 8392-3:2018), total oksidasi (Perrin, 1996), bil. penyabunan (SNI 7182:2015), bil. ester (Hutami dan Ayu, 2015), densitas (SNI 7182:2015), dan viskositas (O'Brien *et al.*, 2004).

Penentuan Perlakuan Terbaik

Penentuan perlakuan terbaik dilakukan dengan menggunakan metode analisis Indeks Efektivitas oleh De Garmo *et al.* (1984). Metode analisis Indeks Efektivitas dihitung dengan cara pemberian bobot pada tiap parameter berdasarkan tingkat kepentingannya. Perlakuan yang memiliki nilai produk tertinggi ditetapkan sebagai perlakuan terbaik. Hasil penentuan perlakuan terbaik dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\text{Bobot parameter} = \frac{\text{total bobot tiap parameter}}{\text{total bobot keseluruhan parameter}}$$

$$\text{Nilai Efektivitas} = \frac{\text{Nilai perlakuan} - \text{rerata perlakuan terburuk}}{\text{rerata perlakuan terbaik} - \text{rerata perlakuan terburuk}}$$

Nilai Produk = Nilai bobot parameter x nilai efektivitas

Analisis Data

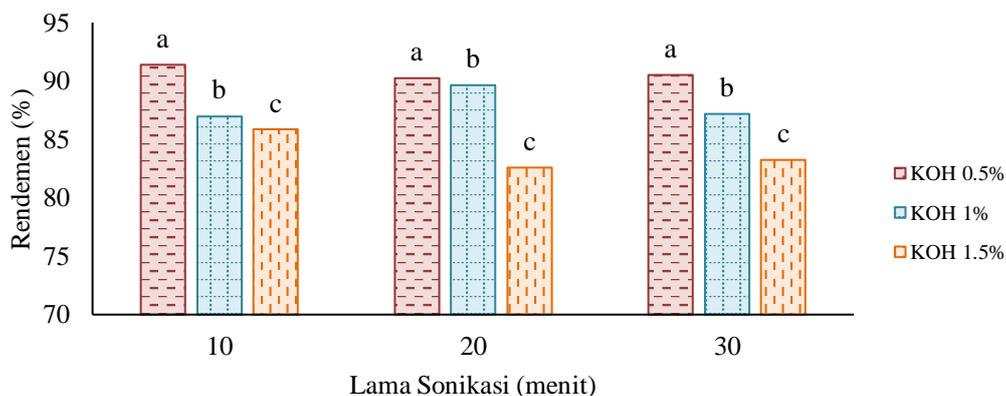
Rancangan percobaan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap Faktorial (RALF) dengan 2 faktor perlakuan dan masing-masing 3 taraf dengan tiga kali pengulangan. Faktor perlakuan pertama terdiri dari lama sonikasi (10, 20, dan 30 menit) dan faktor perlakuan kedua terdiri dari konsentrasi katalis KOH (0,5; 1; dan 1,5%).

Data hasil analisis diuji menggunakan analisis sidik ragam (ANOVA) dan uji lanjut DMRT (*Duncan's Multiple Range Test*) pada taraf $\alpha = 5\%$ (0,05) dan diolah menggunakan *Minitab statistical software* versi 21.1.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Kondisi Proses Transesterifikasi Metode Sonikasi terhadap Rendemen Etil Ester

Hasil rendemen yang diperoleh pada penelitian ini berkisar 82,56 - 91,38%. Pengaruh lama proses sonikasi dan konsentrasi katalis KOH terhadap rendemen etil ester minyak ikan yang dihasilkan disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh lama proses sonikasi dan konsentrasi katalis KOH terhadap rendemen etil ester minyak ikan yang dihasilkan

Rendemen etil ester tertinggi, yaitu sebesar 91,38% pada katalis KOH 0,5%. Rendemen yang diperoleh lebih tinggi dari Riyanti *et al.* (2012) pada katalis KOH 1% sebesar 8,25% (tertinggi pada katalis KOH 2% sebesar 87%) dan Ningtyas *et al.* (2013) pada katalis NaOH 0,5% sebesar 54,50% (tertinggi pada katalis NaOH 1,5%, yaitu sebesar 80,96%). Jumlah rendemen pada penelitian ini menurun seiring dengan kenaikan konsentrasi katalis KOH (Gambar 1) yang juga diamati oleh Riyanti *et al.* (2012). Katalis yang berlebih berdampak pada pembentukan sabun, sehingga rendemen akan menurun serta alkil ester dan gliserol akan sulit terpisah. Menurut Yoeswono (2007), penggunaan katalis basa pada proses transesterifikasi harus seminimal mungkin, karena semakin tinggi konsentrasi KOH yang digunakan, maka jumlah sabun (reaksi saponifikasi) yang dapat terbentuk juga akan semakin banyak. Hal ini dikarenakan sifat autokatalitik dimana lebih kuatnya ion K^+ berikatan dengan asam lemak dan menyebabkan FFA dari trigliserida cenderung bereaksi dengan KOH dibandingkan CH_3 dari etanol (Musadhaz, 2013).

Pengaruh Kondisi Proses Transesterifikasi Metode Sonikasi terhadap Mutu Etil Ester

Kadar FFA dan Bilangan Asam

Kadar FFA etil ester yang diperoleh berkisar 0,5 - 0,61% (Tabel 1). FFA merupakan asam karboksilat yang belum teresterifikasi. Kadar FFA cenderung menurun seiring dengan bertambahnya lama sonikasi yang diterapkan.

Energi yang besar dari gelombang ultrasonik menyebabkan katalis basa bereaksi lebih awal dengan asam lemak bebas karena terbentuknya *droplet* reaktan yang lebih kecil, sehingga emulsifikasi dan transfer massa menjadi lebih intensif (Wu *et al.* 2007). Mengcilnya *droplet* reaktan akan meningkatkan jumlah antar muka antara etanol dan trigliserida, sehingga dapat meningkatkan jumlah reaktan yang saling kontak ketika reaksi transesterifikasi berlangsung.

Hal ini menyebabkan semakin banyak FFA yang dikonversi menjadi etil ester, sehingga jumlah FFA mengalami penurunan. Menurut Ningtyas *et al.* (2013), semakin kecil kadar FFA di dalam etil ester, maka sabun yang terbentuk juga semakin sedikit, sedangkan konversi trigliserida menjadi etil ester semakin besar.

Bilangan asam etil ester yang diperoleh berkisar 1,09 – 1,33 mg KOH/g (Tabel 1). Bilangan asam etil ester berbanding lurus dengan kadar FFA, dimana semakin rendah kadar FFA, maka bilangan asam juga semakin rendah. Bilangan asam etil ester cenderung mengalami penurunan seiring dengan bertambahnya waktu sonikasi yang diterapkan. Hal ini diduga karena waktu sonikasi dapat mempengaruhi intensitas gelombang ultrasonik. Semakin lama proses sonikasi diterapkan, maka intensitas gelombang juga semakin tinggi. Hal ini menyebabkan semakin banyak FFA yang dikonversi menjadi ester, sehingga bilangan asam menurun. Tetapi, bilangan asam pada penelitian ini masih melebihi batas maksimum ketentuan SNI Biodiesel, yaitu 0,5 mg KOH/g dan juga lebih tinggi dibandingkan Sumangat dan Hidayat (2008) sebesar 0,40 – 0,83 mg KOH/g dan Adhani (2016) sebesar 0,29 mg KOH/g. Menurut Sumangat dan Hidayat (2008), tingginya bilangan asam etil ester mengindikasikan bahwa telah terjadinya kerusakan atau penurunan mutu etil ester akibat proses oksidasi dan masih banyaknya FFA yang terkandung di dalam etil ester yang dihasilkan (Sari *et al.*, 2016).

Bil. Peroksida, Bil. p-Anisidin, dan Total Oksidasi

Bil. peroksida merupakan bilangan untuk menentukan derajat kerusakan pada suatu minyak yang dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti suhu serta kondisi dan lama penyimpanan. Bilangan peroksida etil ester yang diperoleh pada penelitian ini berkisar 2,69 – 10,94 meq/kg (Tabel 2).

Bilangan peroksida berkaitan erat dengan kualitas suatu minyak, dimana semakin rendah bilangan peroksida, maka semakin baik kualitas minyak tersebut. Menurut Sari *et al.* (2016), proses oksidasi oleh oksigen pada asam lemak tidak jenuh dalam minyak yang terjadi baik itu saat proses ekstraksi, pemurnian, pemanasan, maupun

penyimpanan dapat merusak kualitas minyak. Semakin banyak ikatan rangkap, maka asam lemak tidak jenuh akan semakin reaktif terhadap oksigen. Ketika oksigen menyerang ikatan rangkap menyebabkan terjadinya oksidasi spontan asam lemak tidak jenuh sehingga terbentuk senyawa peroksida (Panagan *et al.*, 2011). Faktor perlakuan pemanasan yang cukup lama dan penggunaan suhu cukup tinggi pada saat pemurnian etil ester diduga menjadi penyebab tingginya bilangan peroksida karena dapat menyebabkan proses oksidasi berlangsung lebih cepat. Rendahnya bilangan peroksida menunjukkan bahwa kualitas minyak yang cukup baik. Penurunan bilangan peroksida juga berkaitan dengan penurunan FFA, dimana proses autooksidasi pada FFA tidak terjadi.

Hastarini (2013) dalam pembuatan minyak ikan patin murni memperoleh bilangan peroksida sebesar 3,93 – 7,77 meq/kg. Ibrahim *et al.* (2015) membuat minyak ikan murni dari *by-product* penepungan ikan lemuru memperoleh bilangan peroksida sebesar 5,74 – 11,74 meq/kg. Perbedaan nilai yang dihasilkan diduga dikarenakan perbedaan jenis, kondisi bahan baku, dan metode proses yang digunakan (Sembiring, 2018).

Bilangan p-anisidin etil ester yang diperoleh berkisar 22,73 – 31,03 meq/kg (Tabel 2). Bilangan p-anisidin menunjukkan nilai oksidasi sekunder minyak ikan. Reaksi oksidasi dapat terjadi ketika minyak ikan dipanaskan, yaitu sebelum etanol ditambahkan pada proses transesterifikasi dan juga pada saat penyimpanan sampel. Menurut Kusumaningsih *et al.* (2006), proses transesterifikasi menggunakan katalis basa dapat membentuk reaksi penyabunan yang menyebabkan konversi trigliserida menjadi etil ester tidak berjalan sempurna, sehingga masih ada sebagian kecil FFA yang belum teresterkan. FFA yang tersisa dapat teroksidasi atau autooksidasi yang akan menghasilkan hidroperoksida. Inisiasi dari oksigen menyebabkan hidroperoksida mengalami oksidasi lanjutan menghasilkan senyawa-senyawa aldehyd, keton, dan lain-lain. Semakin lama waktu sonikasi dan semakin tinggi konsentrasi KOH pada penelitian ini tidak memberikan berpengaruh secara signifikan pada bilangan p-anisidin.

Tabel 2. Pengaruh kondisi proses transesterifikasi metode sonikasi terhadap bil. peroksida, p-anisidin, dan total oksidasi etil ester

Lama Sonikasi (menit)	Konsentrasi katalis KOH (%)	Bil. Peroksida (meq/kg)	Bil. p-anisidin (meq/kg)	Total Oksidasi (meq/kg)
10	0,5	6,08±0,78 ^b	27,49±0,19 ^{abc}	39,64±2,03 ^b
10	1	10,94±0,86 ^a	24,44±4,35 ^{bc}	47,12±2,96 ^a
10	1,5	4,25±1,85 ^{cde}	28,87±2,19 ^{ab}	39,13±0,76 ^b
20	0,5	4,58±0,88 ^{bcd}	22,73±1,53 ^c	32,16±0,86 ^c
20	1	3,59±1,21 ^{de}	24,77±2,72 ^{bc}	33,25±1,47 ^c
20	1,5	2,69±0,62 ^e	27,81±3,82 ^{abc}	39,49±3,67 ^b
30	0,5	5,86±1,17 ^{bc}	30,02±0,13 ^{ab}	40,44±0,85 ^b
30	1	3,65±0,60 ^{de}	31,03±0,14 ^a	36,78±0,19 ^{bc}
30	1,5	5,09±0,55 ^{bcd}	25,84±2,84 ^{abc}	35,92±4,38 ^{bc}

Bilangan total oksidasi etil ester yang diperoleh berkisar 32,16 – 47,12 meq/kg (Tabel 2). Bilangan total oksidasi diperoleh dengan cara menggandakan bilangan peroksida kemudian ditambahkan dengan bilangan p-anisidin. Montesqrit dan Ovianti (2013) menyatakan total oksidasi pada minyak ikan berkisar 14,80 – 41,72 meq/kg. Menurut Bija (2017), tinggi rendahnya total oksidasi juga dipengaruhi nilai oksidasi primer dan sekundernya. Semakin tinggi bilangan oksidasi primer dan sekunder, maka bilangan total oksidasi juga akan semakin tinggi.

Lama sonikasi memberikan pengaruh nyata terhadap bilangan total oksidasi. Selain dapat mempercepat proses transfer massa, gelombang ultrasonik juga menyebabkan efek termal yang merupakan absorpsi energi gelombang ultrasonik, dimana semakin lama waktu sonikasi, maka suhu medium semakin meningkat (Asnawi 2018). Menurut Ketaren (2012), apabila sampel terkena paparan udara dan diberikan perlakuan suhu yang cukup tinggi, maka dapat meningkatkan total oksidasi dengan cepat. Total oksidasi cukup tinggi pada penelitian ini diduga karena proses oksidasi minyak ikan sebelum ditambahkan etanol dan katalis KOH.

Bilangan Penyabunan dan Bilangan Ester

Bilangan penyabunan etil ester yang diperoleh cukup tinggi, berkisar 214,05 – 222,39 mg KOH/g (Tabel 3), cukup mendekati hasil penelitian Kartika *et al.* (2009) tentang metil ester berbasis jarak sebesar >210 mg KOH/g.

Menurut Kartika *et al.* (2009), tingginya bil. penyabunan mengindikasikan bahwa kandungan senyawa intermediet (monogliserida dan digliserida) dan trigliserida yang tidak bereaksinya rendah. Menurut Yoeswono (2007), penggunaan katalis basa pada saat proses transesterifikasi harus seminimal mungkin, karena semakin tinggi konsentrasi katalis KOH dapat meningkatkan kemungkinan terjadinya reaksi penyabunan. Berdasarkan hasil analisis ragam, perbedaan lama sonikasi dan konsentrasi katalis KOH tidak berpengaruh nyata terhadap bilangan penyabunan etil ester, yang berarti bahwa bilangan penyabunan etil ester stabil dengan peningkatan waktu sonikasi dan konsentrasi katalis KOH.

Bilangan ester etil ester yang diperoleh pada penelitian ini berkisar 212,71 – 221,07 mg KOH/g (Tabel 3). Bilangan ester berbanding lurus dengan bilangan penyabunan. Tingginya bilangan ester yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin banyak senyawa ester yang terbentuk dan semakin tinggi efektivitas proses transesterifikasi (Kartika *et al.* 2009). Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa waktu sonikasi dan konsentrasi katalis KOH yang ditambahkan pada penelitian ini tidak berpengaruh signifikan terhadap bilangan ester.

Densitas dan Viskositas

Densitas merupakan besaran kerapatan massa suatu benda yang dinyatakan dalam berat/satuan volume. Densitas etil ester pada penelitian ini berada pada rentang 0,8701 – 0,8745 g/m³ (Tabel 4).

Tabel 3. Pengaruh kondisi proses transesterifikasi metode sonikasi terhadap bilangan penyabunan dan bilangan ester pada etil ester

Lama Sonikasi (menit)	Konsentrasi katalis KOH (%)	Bil. Penyabunan (mg KOH/g)	Bil. Ester (mg KOH/g)
10	0,5	215,71±3,44 ^a	214,39±3,32 ^a
10	1	222,39±8,39 ^a	221,07±8,47 ^a
10	1,5	216,39±5,90 ^a	215,18±5,83 ^a
20	0,5	214,05±7,43 ^a	212,71±7,54 ^a
20	1	221,46±8,64 ^a	220,14±8,69 ^a
20	1,5	220,74±4,50 ^a	219,43±4,37 ^a
30	0,5	214,93±3,56 ^a	213,84±3,50 ^a
30	1	217,31±6,17 ^a	216,10±6,14 ^a
30	1,5	216,21±5,85 ^a	215,01±5,86 ^a

Tabel 4. Pengaruh kondisi proses transesterifikasi metode sonikasi terhadap densitas dan viskositas etil ester

Lama Sonikasi (menit)	Konsentrasi katalis KOH (%)	Densitas (g/m ³)	Viskositas (mm ² /s)
10	0,5	0,8743±0,001 ^a	4,73±0,32 ^a
10	1	0,8705±0,00 ^b	4,18±0,05 ^b
10	1,5	0,8702±0,00 ^b	4,11±0,05 ^b
20	0,5	0,8744±0,001 ^a	4,90±0,06 ^a
20	1	0,8706±0,00 ^b	4,14±0,06 ^b
20	1,5	0,8701±0,00 ^b	4,13±0,07 ^b
30	0,5	0,8745±0,00 ^a	4,81±0,11 ^a
30	1	0,8707±0,00 ^b	4,16±0,11 ^b
30	1,5	0,8701±0,00 ^b	4,12±0,02 ^b

Tabel 5. Hasil perlakuan terbaik etil ester (Analisis indeks efektivitas)

Perlakuan	Rendemen	FFA	Bil. Asam	Bil. Penyabunan	Bil. Ester	Bil. Peroksida	Bil. p-Anisidin	Total Oksidasi	Densitas	Viskositas	Total Nilai Produk
A ₁ B ₁	0,18	0,01	0,01	0,10	0,03	0,05	0,03	0,03	0,03	0,01	0,48
A ₁ B ₂	0,09	0,01	0,01	0,00	0,11	0,00	0,06	0,00	0,00	0,00	0,28
A ₁ B ₃	0,07	0,08	0,07	0,10	0,02	0,07	0,02	0,03	0,00	0,00	0,47
A ₂ B ₁	0,16	0,00	0,00	0,13	0,00	0,07	0,07	0,05	0,04	0,02	0,54
A ₂ B ₂	0,15	0,00	0,01	0,08	0,04	0,08	0,05	0,05	0,00	0,00	0,47
A ₂ B ₃	0,00	0,01	0,01	0,06	0,05	0,09	0,03	0,03	0,00	0,00	0,29
A ₃ B ₁	0,16	0,16	0,15	0,10	0,02	0,06	0,01	0,02	0,04	0,02	0,74*
A ₃ B ₂	0,09	0,08	0,07	0,10	0,03	0,08	0,00	0,04	0,00	0,00	0,49
A ₃ B ₃	0,01	0,09	0,08	0,10	0,02	0,06	0,05	0,04	0,00	0,00	0,46

Ket : Nilai-nilai diatas merupakan nilai hasil perhitungan menggunakan metode indeks efektivitas.

*Bobot Nilai Produk (NP) tertinggi merupakan formulasi perlakuan terbaik. Lama sonikasi A₁ = 10 menit, A₂ = 20 menit, dan A₃ = 30 menit. Konsentrasi katalis KOH B₁ = 0,5%, B₂ = 1%, dan B₃ = 1,5%.

Hasil menunjukkan bahwa densitas etil ester cenderung menurun seiring dengan semakin tinggi konsentrasi katalis yang ditambahkan. Riyanti *et al.* (2012) menyebutkan semakin tinggi konsentrasi katalis KOH yang ditambahkan (1,5 – 3%), maka densitas metil ester semakin menurun. Densitas etil ester yang diperoleh pada penelitian ini berkisar 0,8701 – 0,8745 g/m³, sedikit lebih rendah dari densitas metil ester dari minyak biji ketapang yang dihasilkan Riyanti *et al.* (2012) sebesar 0,878 g/m³, densitas metil ester dari minyak tepung ikan sardin yang dihasilkan Ningtyas *et al.* (2013) sebesar 0,8885 g/m³, dan densitas biodiesel biji jarak yang dihasilkan Kartika *et al.* (2011) sebesar 0,885 g/m³. Densitas etil ester yang diperoleh memenuhi Standar Biodiesel Indonesia, yaitu 850 – 890 kg/m³. Katalis KOH dapat memutus ikatan rangkap dalam minyak, dimana menurut Mittelbach dan Remschmidt (2006), densitas yang tinggi menunjukkan bahwa semakin banyak ketidakjenuhan dari etil ester yang diperoleh.

Viskositas merupakan ukuran resistensi suatu cairan untuk mengalir. Viskositas etil ester yang diperoleh pada penelitian ini berkisar 4,11 – 4,9 mm²/s (Tabel 4) memenuhi Standar Biodiesel Indonesia (2,3 – 6,0 mm²/s). Viskositas etil ester yang diperoleh lebih tinggi dari Kartika *et al.* (2011) yang memperoleh viskositas biodiesel < 3,5 mm²/s. Hasil menunjukkan bahwa viskositas cenderung menurun seiring dengan semakin tinggi konsentrasi KOH. Hal ini diduga disebabkan oleh tingginya konversi trigliserida menjadi etil ester, sehingga viskositas menurun. Viskositas berhubungan dengan kadar FFA dan kandungan asam lemak pada etil ester, dimana semakin rendah FFA dan semakin banyak asam lemak tidak jenuh yang ada dalam etil ester, maka viskositas kinematik semakin menurun (Mittelbach dan Remschmidt, 2006). Sebaliknya, viskositas etil ester akan meningkat dengan semakin panjangnya rantai asam lemak penyusun etil ester (Kartika *et al.*, 2011). Lama sonikasi pada penelitian ini tidak berpengaruh secara signifikan terhadap viskositas. Tetapi, menurut Mandei *et al.* (2020), semakin lama proses transesterifikasi yang digunakan, maka viskositas etil ester cenderung semakin menurun. Hal ini sesuai dengan Purwaningrum dan Sukaryo (2018), di mana waktu reaksi berbanding lurus dengan penurunan viskositas metil ester yang diperoleh.

Perlakuan Terbaik Etil Ester

Metode yang digunakan untuk analisis perlakuan terbaik adalah Indeks Efektivitas oleh De Garmo *et al.* (1984). Metode ini dilakukan dengan cara mengurutkan parameter berdasarkan tingkat kepentingannya terhadap produk dari yang tertinggi ke yang terendah. Hasil perlakuan terbaik etil ester menggunakan metode analisis indeks efektivitas disajikan pada Tabel 5. Perlakuan dengan total Nilai Produk (NP) tertinggi, yaitu 0,74 terdapat pada perlakuan A₃B₁ (lama sonikasi 30 menit dan KOH 0,5%). Hasil ini mengindikasikan bahwa pada kondisi

proses transesterifikasi dengan lama sonikasi 30 menit dan katalis KOH 0,5% menghasilkan etil ester dengan nilai produktivitas lebih tinggi dibandingkan perlakuan lainnya. Nilai produktivitas menggambarkan produk etil ester pada perlakuan lama sonikasi 30 menit dan KOH 0,5% memiliki rendemen dan mutu etil ester terbaik dibandingkan dengan perlakuan lainnya, yaitu rendemen 90,51%, kadar FFA 0,50%, bilangan asam 1,09 mg KOH/g, bilangan penyabunan 214,93 mg KOH/g, bilangan ester 213,84 mg KOH/g, bilangan peroksida 5,86 meq/kg, bilangan p-anisidin 30,02 meq/kg, total oksidasi 40,44 meq/kg, densitas 0,8745 g/m³, dan viskositas 4,81 mm²/s.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Rendemen tertinggi diperoleh pada perlakuan lama sonikasi 10 menit dan KOH 0,5%, yaitu 91,38%. Mutu etil ester terbaik diperoleh pada perlakuan lama sonikasi 30 menit dan KOH 0,5% dengan kadar FFA 0,50%, bilangan asam 1,09 mg KOH/g, bilangan penyabunan 214,93 mg KOH/g, bilangan ester 213,84 mg KOH/g, bilangan peroksida 5,86 meq/kg, bilangan p-anisidin 30,02 meq/kg, total oksidasi 40,44 meq/kg, densitas 0,8745 g/m³, dan viskositas 4,81 mm²/s.

Saran

Pada penelitian selanjutnya perlu dilakukan pengamatan terhadap stabilitas etil ester minyak ikan selama penyimpanan, serta perlu dilakukan penentuan konsentrasi KOH dan lama sonikasi yang optimum untuk mendapatkan etil ester minyak ikan yang memenuhi standar

DAFTAR PUSTAKA

- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. 2005. *Official Methods of Analysis of AOAC International*. Arlington (US): AOAC Int.
- Adhani L, Aziz I, Nurbayti S, Oktaviana CO. 2016. Pembuatan biodiesel dengan cara adsorpsi dan transesterifikasi dari minyak goreng bekas. *Jurnal Kimia Valensi*. 2 (1).
- Andriyani P. 2017. Etil ester minyak ikan sardine (*Sardinella* sp.) *semirefined* dan *refined*. [Tesis]. Bogor: Sekolah Pascasarjana IPB.
- Asnawi I. 2018. Pemanfaatan gliserol dari limbah biodiesel menjadi akrolein menggunakan gelombang suara. [Tesis]. Makassar: Program Pascasarjana, Universitas Muslim Indonesia.
- [BPS] Badan Pusat Statistik. 2020. Produksi perikanan budidaya menurut provinsi dan jenis budidaya. [diakses 2022 Dec 13]. <https://www.bps.go.id/statictable/2009/10/05/1706/produksi-perikanan-budidaya-menurut-provinsi-dan-jenis-budidaya-2000-2020.html>.

- [BPS] Badan Pusat Statistik. 2020. Produksi perikanan tangkap menurut provinsi dan subsektor. [diakses 2022 Dec 13]. <https://www.bps.go.id/statictable/2009/10/05/1705/produksi-perikanan-tangkap-menurut-provinsi-dan-jenis-penangkapan-2000-2020.html>.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2015. SNI 7182: Biodiesel. Jakarta (ID): BSN.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2017. SNI 8392-1: Cara uji kimia minyak ikan bagian 1: Kadar asam lemak bebas dengan metode titrasi alkalimetri. Jakarta (ID): BSN.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2018. SNI 8392-2: Cara uji kimia minyak ikan bagian 2: Penentuan bilangan peroksida pada minyak ikan dengan metode titrasi iodometri. Jakarta (ID): BSN.
- [BSN] Badan Standardisasi Nasional. 2018. SNI 8392-3: Cara uji kimia minyak ikan bagian 3: Penentuan bilangan p-anisidin. Jakarta (ID): BSN.
- Bija S. 2017. Pemurnian dengan tahapan *degumming* dan netralisasi pada pembuatan *softgel* minyak ikan sardin dan uji stabilitasnya. [Tesis]. Bogor: Sekolah Pascasarjana IPB.
- De Garmo EP, Sullivan WG, Canada JR. 1984. *Engineering Economy*. 264-266.
- Estiasih T. 2009. *Minyak Ikan: Teknologi dan Penerapannya untuk Pangan dan Kesehatan*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Hastarini E, Fardiaz D, Irianto HE, Budhijanto. 2013. Karakteristik minyak ikan dari limbah pengolahan filet ikan patin siam (*Pangasius hypophthalmus*) dan patin jambal (*Pangasius djambal*). *Agritech*. 32 (04).
- Hutami R dan Ayu DF. 2015. Pembuatan dan karakterisasi metil ester dari minyak goreng kelapa sawit komersial. *Jurnal Agroindustri Halal*. 1 (2): 131-138.
- Ibrahim B, Suptijah P, Yogaswara G. 2015. Karakterisasi minyak ikan dari hasil samping industri penepungan ikan lemuru (*Sardinella lemuru*) dengan metode pemurnian alkali. *Jurnal Dinamika Maritim*, 5 (1): 1-7.
- Kartika IA, Yuliani S, Ariono D, Sugiarto. 2009. Rekayasa Proses Produksi Biodiesel Berbasis Jarak (*Jatropha curcas*) melalui Transesterifikasi *In Situ*. *Prosiding Seminar Hasil-Hasil Penelitian IPB*.
- Kartika IA, Yuliani S, Ariono D, Sugiarto. 2011. Transesterifikasi *in situ* biji jarak: pengaruh kadar air dan ukuran partikel bahan terhadap rendemen dan kualitas biodiesel. *Agritech*. 31 (3): 242-249.
- Keil FJ. 2007. *Modeling of Process Intensification*. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA.
- Ketaren S. 2012. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Depok: UI Press.
- Kusumaningsih T, Pranoto, Saryoso R. 2006. Pembuatan bahan bakar biodiesel dari minyak jarak, pengaruh suhu dan konsentrasi KOH pada reaksi transesterifikasi berbasis katalis basa. *Bioteknologi*. 3 (1): 20-26.
- Mandei JH, Edam M, Assah Y, Makalalag A, Silaban D. 2020. Metil ester minyak kelapa murni yang telah diekstrak senyawa fenolik dengan variasi waktu transesterifikasi. *Jurnal Riset Teknologi Industri*. 14 (2).
- Mittelbach M dan C Remschmidt. 2006. *Biodiesel The Comprehensive Handbook*. Ed ke-3. Austria: Martin Mittelbach Publisher. Am Blumenhang.
- Montesqrit dan Ovianti R. 2013. Pengaruh suhu dan lama penyimpanan terhadap stabilitas minyak ikan dan mikrokapsul minyak ikan. *Jurnal Peternakan Indonesia*. 15 (1): 62-68.
- Musadhaz S. 2013. Pembuatan biodiesel karet dan biodiesel sawit dengan instrumen ultrasonik serta karakteristik campurannya. [Tesis]. Bogor : Sekolah Pascasarjana, IPB.
- Ningtyas DP, Budhiyanti SA, Sahubawa L. 2013. Pengaruh katalis basa (NaOH) pada tahap reaksi transesterifikasi terhadap kualitas biofuel dari minyak tepung ikan sardin. *Jurnal Teknosains*. 2 (2) : 103-114.
- O'Brien RD. 2004. *Fats and Oils: Formulating and Processing for Application, 3rd Edition*. London (ENG) : CRC press.
- Panagan AT, Yohandini H, Gultom JU. 2011. Analisis kualitatif dan kuantitatif ssam lemak tak jenuh omega-3 dari minyak ikan patin (*Pangasius pangasius*) dengan metode kromatografi gas. *Jurnal Penelitian Sains*. 14 (4C): 14409, 38-42.
- Perrin JL. 1996. Determination of alteration. In: Karleskind A, Wolff JP (Eds.), *Oils and Fats*. Manual Vol. 2. Paris: Lavoisier Publishing.
- Purwaningrum SD dan Sukaryo. 2018. Pengaruh waktu pemanasan pada pembuatan biodiesel dari limbah jeroan ikan menggunakan *microwave*. *Semin. Nas. Edusainstek*. 978: 192-198.
- Riyanti F, Poedji LH, Catur DL. 2012. Pengaruh variasi konsentrasi katalis KOH pada Pembuatan metil ester dari minyak biji ketapang (*Terminalia catappa* Linn). *Jurnal Penelitian Sains*. 15 (2) : 74-78.
- Sari RN, Utomo BSB, Basmal J, Hastarini E. 2016. Pemurnian minyak ikan patin dari hasil samping pengasapan ikan. *JPB Kelautan dan Perikanan*. 11 (2).
- Sari SP, Tambunan AH, Nugroho LPE. 2016. Penggunaan pengaduk statik untuk pengurangan kebutuhan katalis dalam

- produksi biodiesel. *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*. 26 (3) : 236-245.
- Sembiring L. 2018. Karakteristik minyak dari lemak perut ikan patin (*Pangasius hypophthalmus*) yang dimurnikan menggunakan bentonite. Pekanbaru : Universitas Riau.
- Sholihah M. 2016. Ultrasonic-assisted extraction antioksidan dari kulit manggis. [Tesis]. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
- Sumangat D dan Hidayat T. 2008. Karakteristik metil ester minyak jarak pagar hasil proses transesterifikasi satu dan dua tahap. *Jurnal Pascapanen*. 5 (2).
- Suseno SH, Izaki AF, Suptijah P, Jacob AM, Saraswati. 2013. Kinetic study of free fatty acid adsorption using adsorbent in sardine (*Sardinella* sp.) oil refining. *Asian Journal of Agriculture and Food Science*. 1 (5): 286-293.
- Towaha J dan Tjahjana BE. 2019. Diversifikasi kegunaan minyak kasar. Bogor : Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Aneka Tanaman Industri, Kementerian Pertanian Republik Indonesia.
- Wu P, Yang Y, Colucci JA, Grulke EA. 2007. Effect of ultrasonication on droplet size in biodiesel mixtures. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 84: 877-884.
- Yoeswono, Triyono, Tahir I. 2007. The Use of Ash of Palm Empty Fruit Bunches as a Source of K_2CO_3 Catalyst for Synthesis of Biodiesel from Coconut Oil with Methanol. *Proceeding International Conference of Chemical Science*. Yogyakarta, Indonesia