

RESEARCH ARTICLE

Utilization of Microwave Technology in the Esterification Process of Nyamplung Oil (*Calophyllum inophyllum* L.) for Biofuel Feedstock

(Pemanfaatan Teknologi *Microwave* dalam Proses Esterifikasi Minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) untuk Bahan Baku Biofuel)

Ansori Ansori^{*}, Ratri Sekaringgalih, Sonya Hakim Raharjo, Merymistika Yufrani Afred, Yukti Nurani

Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Jember, Jl. Kalimantan 37, Jember, Indonesia

ABSTRACT

Indonesia's national energy demand remains heavily reliant on fossil fuels such as petroleum, natural gas, and coal. This dependency raises serious concerns regarding the long-term availability of energy reserves and contributes significantly to environmental degradation due to high greenhouse gas emissions. Consequently, the development of renewable energy sources has become crucial in achieving sustainable national energy security. One promising renewable energy alternative is biodiesel, particularly from non-edible oil sources like nyamplung seed oil (*Calophyllum inophyllum*). This study aims to evaluate the potential of nyamplung oil as a biodiesel feedstock through esterification using microwave-assisted heating technology, which offers advantages in accelerating chemical reactions and improving energy efficiency. The process begins with degumming using 85% phosphoric acid (H_3PO_4) to remove impurities such as phospholipids, followed by esterification of free fatty acids (FFA) using sulfuric acid (H_2SO_4 , pro analysis grade) as a catalyst. The process variables investigated include the molar ratio of methanol to oil (1:20 and 1:40), microwave irradiation time (15, 20, 30, and 40 minutes), and H_2SO_4 catalyst concentration (5%, 10%, 15%, and 26% w/w relative to oil). The results indicate that the optimum conditions are achieved at a methanol-to-oil ratio of 1:40, 20 minutes of microwave irradiation, and a catalyst concentration of 10% w/w, producing an FFA content of 0.4076%, density of 0.9030 g/cm³, and viscosity of 22.3905 cSt. With an FFA level below 2%, the esterified nyamplung oil meets the required standard as a biodiesel feedstock. This study demonstrates that microwave-assisted esterification is not only effective in reducing FFA levels but also holds great potential for supporting the development of sustainable, environmentally friendly biodiesel derived from locally available resources.

Ketergantungan energi nasional Indonesia masih didominasi oleh bahan bakar fosil seperti minyak bumi, gas alam, dan batu bara. Ketergantungan ini menimbulkan kekhawatiran serius terkait ketersediaan cadangan energi jangka panjang dan memberikan kontribusi signifikan terhadap degradasi lingkungan akibat tingginya emisi gas rumah kaca. Oleh karena itu, pengembangan sumber energi terbarukan menjadi sangat penting dalam mewujudkan ketahanan energi nasional yang berkelanjutan. Salah satu alternatif energi terbarukan yang menjanjikan adalah biodiesel, khususnya dari sumber minyak non-pangan seperti minyak biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum*). Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi potensi minyak nyamplung sebagai bahan baku biodiesel melalui proses esterifikasi menggunakan teknologi pemanasan berbantuan gelombang mikro (*microwave*) yang memiliki keunggulan dalam mempercepat reaksi kimia dan meningkatkan efisiensi energi. Proses dimulai dengan *degumming* menggunakan asam fosfat (H_3PO_4) 85% untuk menghilangkan kotoran seperti fosfolipid, kemudian dilanjutkan dengan esterifikasi asam lemak bebas (FFA) menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) pro analysis sebagai katalis. Variabel proses yang diteliti meliputi rasio molar metanol terhadap minyak (1:20 dan 1:40), waktu iradiasi gelombang mikro (15, 20, 30, dan 40 menit), serta konsentrasi katalis H_2SO_4 (5%, 10%, 15%, dan 26% b/b terhadap minyak). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum diperoleh pada rasio metanol terhadap minyak 1:40, waktu iradiasi 20 menit, dan konsentrasi katalis 10% b/b, dengan menghasilkan kadar FFA sebesar 0,4076%, densitas 0,9030 g/cm³, dan viskositas 22,3905 cSt. Dengan kadar FFA di bawah 2%, minyak nyamplung yang telah melalui proses esterifikasi memenuhi standar yang dipersyaratkan sebagai bahan baku biodiesel. Penelitian ini menunjukkan bahwa esterifikasi berbantuan gelombang mikro tidak hanya efektif dalam menurunkan kadar FFA, tetapi juga memiliki potensi besar dalam mendukung pengembangan biodiesel yang berkelanjutan dan ramah lingkungan dari sumber daya lokal.

Keywords: Biodiesel, Esterification, Free Fatty Acids, Microwave, Nyamplung Oil.

^{*}Corresponding author:

Ansori

E-mail: ansori.chem-eng@unej.ac.id

PENDAHULUAN

Energi fosil, seperti minyak bumi (41,46%), batubara (35,81%), gas alam (19,36%), listrik air (1,88%), dan energi terbarukan (1,48%) [1] adalah sumber energi tidak terbarukan terbesar di Indonesia, namun cadangan energi fosil tersebut semakin menipis dan diperkirakan akan habis dalam beberapa tahun ke depan. Sehingga untuk mencapai ketahanan energi nasional, biodiesel adalah salah satu alternatif sumber energi terbarukan yang dibutuhkan, mengingat ketersediaan energi tak terbarukan yang semakin berkurang dan tingkat konsumsi energi yang terus meningkat [2]-[4].

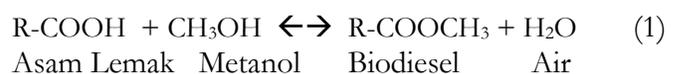
Tabel 1. Komposisi minyak Nyamplung [8]

No.	Jenis Asam Lemak	Prosentase (%)
1.	Asam lemak jenuh	29,1
	-Asam Miristat	<0,1
	-Asam Palmitat (C16:0)	13,7
	-Asam Stearat (C18:0)	14,3
	-Asam <i>Arachidic</i>	0,6
	-Asam <i>Behenic</i>	0,2
	-Asam <i>Lignoceric</i>	0,2
2.	Asam lemak tak jenuh	70,9
	-Asam Palmitoleat	0,2
	-Asam Oleat (C18:1)	39,1
	-Asam Linoleat (C18:2)	31,1
	-Asam Linolenat (C18:3)	0,3
	-Asam <i>Gondoic</i>	0,1
	-Asam <i>Erucic</i>	<0,1
	-Asam <i>Nervonic</i>	<0,1

Minyak nabati yang berasal dari biji tanaman nyamplung adalah salah satu bahan baku yang dapat digunakan untuk membuat biodiesel. Tanaman nyamplung adalah tumbuhan liar yang banyak tumbuh di sekitar pantai Indonesia. Minyak nyamplung diperoleh melalui beberapa tahapan proses, yaitu pengupasan biji dari kulit yang keras; perajangan hingga menjadi irisan tipis; pengeringan dengan panas matahari selama 2 hari; penumbukan; pengukusan; pengepresan atau ekstraksi dengan pelarut organik; dan *deguming* atau pemisahan getah dengan asam fosfat [5]. Selain itu, minyak nyamplung juga dapat diperoleh dari hasil ekstraksi menggunakan metode *Microwave Assisted Extraction* (MAE), dimana MAE lebih efisien dibandingkan dengan ekstraksi ultrasonik maupun ekstraksi superkritis [6]. Minyak biji nyamplung mengandung asam lemak dengan komposisi meliputi asam palmitat 12-20%, asam stearat 6-19%, asam oleat 28-42%, asam linoleat 25-38%, asam linolenat

0,2-4% [7]. Komposisi asam lemak bebas dalam minyak nyamplung dapat dilihat pada Tabel 1 [8]. Minyak biji nyamplung memiliki banyak keuntungan untuk menghasilkan biodiesel, seperti rendemennya yang tinggi (antara 50-73%) dan besar potensinya sebagai bahan dasar energi terbarukan (biodiesel) yang dapat digunakan tanpa harus bersaing dengan kebutuhan pangan [9], seperti halnya minyak kelapa sawit.

Pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan proses transesterifikasi, yakni mereaksikan minyak nabati dengan alkohol rantai pendek, seperti metanol, untuk menghasilkan produk metil ester dan produk samping gliserol. Namun, tidak memungkinkan untuk dilakukan reaksi transesterifikasi secara langsung apabila kandungan asam lemak bebas atau *Free Fatty Acid* (FFA) pada minyak nyamplung masih tinggi (>2%) [10]-[12], dimana kandungan FFA pada minyak nyamplung mencapai sekitar 17,77% [4]. Jika tetap melakukan reaksi transesterifikasi, maka sabun akan terbentuk atau terjadi proses saponifikasi, dimana hal tersebut akan sulit untuk membedakan metil ester dan gliserol (proses pemisahan). Oleh karena itu, proses esterifikasi dilakukan terlebih dahulu untuk menghindari pembentukan sabun [13]-[15]. Proses esterifikasi menggunakan katalis asam kuat seperti asam sulfat, asam sulfonat organik untuk membantu reaksi antara asam lemak bebas dan metanol. Sehingga akan lebih banyak metil ester yang dihasilkan [10], [13]. Persamaan reaksi esterifikasi [2] dapat dilihat sebagai berikut:



Proses esterifikasi adalah tahap *pre-treatment* untuk mengubah FFA menjadi metil ester dan menghasilkan air sebagai produk samping [2], [16]. Selanjutnya, trigliserida dalam minyak nabati dikonversi menjadi metil ester melalui proses transesterifikasi [17]. Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung dengan konversi tinggi pada suhu rendah, maka reaktan alkohol harus ditambahkan dalam jumlah yang berlebih [10], [18].

Dalam penelitian ini, reaksi esterifikasi dilakukan dengan metode batch. Metode batch lebih baik daripada metode kontinyu karena lebih mudah untuk mengontrol reaksi yang terjadi dan tidak memerlukan banyak peralatan [15], [16]. Selain itu, proses esterifikasi ini dipanaskan menggunakan radiasi

gelombang mikro (*microwave*), yang memiliki fitur yang berbeda dari pemanasan konvensional. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa pemanasan dengan radiasi gelombang mikro dalam sintesis kimia organik membutuhkan waktu yang lebih singkat [10], [15], [16], [19]. Karena biodiesel adalah sumber energi baru, pembuatannya harus berfokus pada penggunaan energi yang efisien. Penggunaan gelombang mikro adalah metode terbaik untuk mempercepat reaksi karena energi panas yang dihasilkan gelombang mikro diberikan langsung kepada bahan reaksi dan didistribusikan ke seluruh sampel secara homogen sehingga menghasilkan peningkatan kualitas dan kuantitas dari biodiesel. Oleh karena itu, pemanasan metode *microwave* lebih efektif daripada metode konvensional dan reaksi dapat tercapai lebih cepat [10], [16], [19]. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Tarigan, dkk (2025) [20] menunjukkan bahwa produksi biodiesel dapat dilakukan secara esterifikasi dari bahan baku FFA yang tinggi dengan katalis kulit telur menggunakan *microwave*, dimana diperoleh konversi dan *yield* yang tinggi masing-masing sebesar $92,04 \pm 0,8\%$ dan $78,75 \pm 1,8\%$ yang dicapai pada kondisi reaksi rasio molar 1:15, berat katalis 6 wt%, waktu reaksi 20 menit dan daya gelombang mikro 60%. Sedangkan menurut Nguyen, dkk (2020) [21] esterifikasi asam oleat nonkatalitik dengan etanol menggunakan *microwave* lebih efisien daripada esterifikasi berbasis pemanasan konvensional untuk produksi biodiesel, dimana konversi reaksi tertinggi, 97,62%, dicapai dengan melakukan esterifikasi menggunakan *microwave*. Selain itu, penelitian yang telah dilakukan Kusuma, dkk, (2021) [22] menunjukkan bahwa esterifikasi menggunakan *microwave* dapat meningkatkan konversi asam asetat menjadi metil asetat sebesar 98,76%.

Crude biodiesel yang dihasilkan dari proses esterifikasi, kemudian digunakan untuk pembuatan biodiesel agar sesuai syarat mutu biodiesel (SNI 7182-2015). Dalam penelitian ini, *crude* biodiesel diuji terkait kandungan FFA, densitas, dan viskositasnya. Oleh karena itu, diharapkan bahwa penelitian ini akan membantu peneliti lain, terutama di bidang energi, menemukan sumber energi alternatif dan dapat mengembangkan metode yang lebih efisien, cepat, dan

berkualitas tinggi untuk menghasilkan biodiesel yang lebih baik.

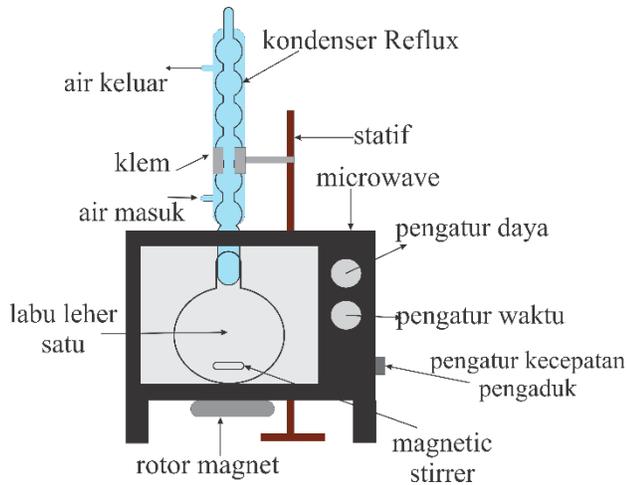
METODE PENELITIAN

A. Tahap *Degumming*

Bahan baku yang dipakai adalah minyak nyamplung yang diperoleh dari daerah Cilacap, Jawa Tengah. Minyak nyamplung mempunyai nilai viskositas yang tinggi yaitu 53,6259 cSt, dan memiliki bilangan asam yang cukup tinggi yakni 56,2973 mg KOH/g minyak. Karena sifat dasar minyak tersebut, maka diperlukan beberapa pre-treatment sebelum tahap transesterifikasi. Tahap *pre-treatment* ini terdiri dari *degumming* yang bertujuan untuk menghilangkan getah (*gum*) yang terdiri dari fosfatida dan impurities [12], [23]. Tahap ini diawali dengan pemanasan minyak nyamplung pada suhu 80°C, kemudian dilanjutkan dengan penambahan asam fosfat teknis 85% sebanyak 5% (v/v) minyak nyamplung disertai dengan pengadukan dengan magnetik stirrer selama 15 menit. Kemudian dilakukan pencucian menggunakan aquades hangat (60°C) serta pemisahan dalam corong pemisah. Lapisan atas (minyak) kemudian dipanaskan dalam oven bersuhu 110°C untuk mengurangi kadar air dalam minyak.

B. *Microwave-Assisted Esterification*

Sistem ini terdiri dari oven gelombang mikro (EMM2308X, Electrolux, daya maksimum 800 W) dengan frekuensi gelombang 2,45 GHz, untuk sumber panas yang dilengkapi dengan pengaduk magnetik dalam proses esterifikasi. Sebuah lubang dibor di bagian atas *microwave* seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Sebuah labu bulat 1000 mL ditempatkan dalam *microwave* dan dihubungkan dengan kondensor Refluks melalui lubang tersebut. Penelitian ini dimulai dengan mencampurkan metanol sesuai perbandingan mol minyak-metanol dan katalis H₂SO₄ *pure analysis* sesuai perbandingan yang ditentukan. Kemudian mencampurkan *crude* minyak ester (hasil *degumming*) dengan katalis-metanol di dalam reaktor labu leher satu. Kemudian melakukan pemanasan (radiasi) di dalam *microwave* dengan daya 450 W dan waktu sesuai yang ditentukan disertai pengadukan.



Gambar 1. Rangkaian alat esterifikasi

Pengadukan akan menambah frekuensi tumbukan antara molekul zat pereaksi dengan zat yang bereaksi sehingga dapat mempercepat reaksi. Setelah proses radiasi, dilakukan pemisahan antara sisa metanol, minyak, dan katalis menggunakan corong pemisahan, lapisan atas berupa metanol yang dapat di *recovery* dan lapisan bawah berupa campuran minyak, katalis, dan metil ester (*crude biodiesel*) yang selanjutnya dilakukan pencucian menggunakan aquades hangat (60°C). Langkah terakhir adalah proses pemanasan dalam oven yang bersuhu 110°C untuk mengurangi kadar air. Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah perbandingan mol metanol-minyak 1:20 dan 1:40, waktu radiasi *microwave* 15, 20, 30, 40 menit, dan konsentrasi katalis asam sulfat (H₂SO₄) 5, 10, 15, dan 26% (w/w) minyak nyamplung.

C. Analisis

Besaran yang diukur meliputi kadar *Free Fatty Acid* (FFA), densitas dengan menggunakan piknometer pada suhu 40°C, viskositas dengan menggunakan viskometer pada suhu 40°C. Sebagaimana ditunjukkan dalam persamaan berikut:

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{V_{KOH} \times N_{KOH} \times BM_{KOH}}{m_{\text{sample}}} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{Faktor konversi} = \frac{BM_{KOH} \times 10}{BM_{\text{rata-rata FFA}}} = \frac{561}{278,0829} = 2,1077 \quad (3)$$

$$\text{Kadar FFA (\%)} = \frac{\text{Bilangan asam}}{\text{Faktor konversi}} \% \quad (4)$$

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{\text{massa sampel}}{\text{volume piknometer}} \quad (5)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Degumming

Proses *degumming* merupakan suatu proses untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang ada didalam minyak. Zat-zat pengotor yang terikut berupa getah (*gum*) yaitu senyawa fosfatida yang terbawa pada proses pengepresan minyak. Senyawa fosfatida dalam minyak terdiri dari dua macam yaitu *fosfatida hydratable* dan *fosfatida non hydratable*. Fosfatida *hydratable* mudah dipisahkan dengan penambahan air pada suhu rendah sekitar 40°C. Penambahan air ini menjadikan fosfolipid kehilangan sifat lipofilik sehingga mudah dipisahkan dari minyak. Untuk *fosfatida non hydratable* diubah menjadi *fosfatida hydratable* dengan penambahan asam [24], [25].

Pada proses *degumming* ini, minyak nyamplung mentah dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 80°C. Suhu yang tinggi dimaksudkan agar reaksi antara asam fosfat dengan getah dapat berlangsung. Kemudian ditambahkan asam fosfat teknis 85% sebanyak 5% (v/v) minyak dan diaduk hingga warna minyak berubah dari hijau kehitaman menjadi coklat kemerahan [24]. Semakin cerah penampilan warna minyak nyamplung mengindikasikan bahwa sebagian besar bahan-bahan seperti gum dan klorofil dalam minyak nyamplung telah berhasil dipisahkan [26]. Selanjutnya minyak hasil *degumming* dicuci dengan aquades hangat (60°C) dalam corong pemisah dan didiamkan hingga terbentuk dua lapisan dan dipisahkan.

Tabel 2. Karakteristik Minyak Nyamplung Sebelum dan Setelah *Degumming*

Parameter	Sebelum <i>Degumming</i>	Setelah <i>Degumming</i>
Densitas (g/mL)	0,9387	0,9132
Viskositas (cSt)	53,6259	40,4428
Kadar FFA (%)	27,9011	19,3069
Warna	Hijau kehitaman	Cokelat kemerahan

Minyak nyamplung yang telah mengalami proses *degumming* akan mengalami beberapa perubahan seperti yang direpresentasikan pada Tabel 2. Perubahan tersebut antara lain penurunan viskositas, densitas, kadar FFA, dan perubahan warna.

B. Microwave-Assisted Esterification

Tahap esterifikasi ini merupakan tahap utama dalam penelitian ini, dimana tahap ini mengkonversikan *Free Fatty Acid* (FFA) menjadi ester dan air. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol salah satunya metanol dengan bantuan katalis asam kuat seperti asam sulfat. Tahap esterifikasi dibutuhkan dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung, karena minyak nyamplung memiliki kadar FFA yang cukup tinggi yaitu 19,3% (setelah proses *degumming*). Kadar FFA yang tinggi (>2%) dapat menyebabkan reaksi saponifikasi pada tahap selanjutnya (tahap transesterifikasi) yaitu reaksi yang terjadi antara FFA dengan katalis basa [10], [12], [27]. Akibat reaksi saponifikasi ini, katalis basa harus terus ditambahkan karena sebagian katalis basa akan habis bereaksi membentuk produk samping berupa sabun. Kehadiran sabun yang terbentuk akibat reaksi antara FFA dan katalis basa dapat meningkatkan viskositas dan membentuk emulsi stabil (*gel*), sehingga menghambat proses pemisahan biodiesel dari campuran reaksi [27], [28].

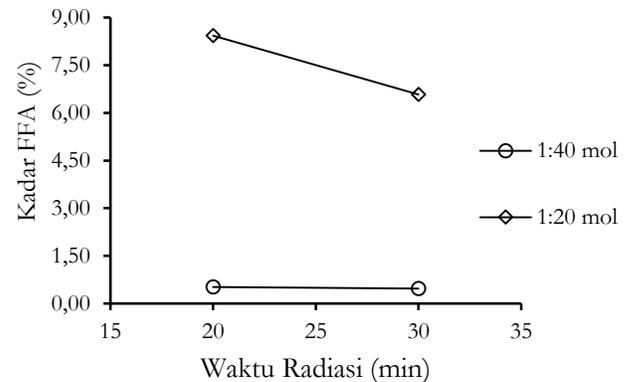
Proses esterifikasi dilakukan dengan cara mereaksikan minyak hasil *degumming* dan metanol dengan perbandingan mol untuk minyak hasil *degumming*: metanol dan asam sulfat pure analys sebagai katalis. Reaksi dilakukan dalam labu leher satu dengan daya tetap 450 W. Selama proses esterifikasi, larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Minyak hasil proses esterifikasi kemudian dicuci dengan air dalam corong pemisah.

Dalam penelitian ini, pertimbangan penggunaan metanol sebagai alkohol reaktannya karena metanol memiliki harga yang lebih murah dibandingkan alkohol lainnya dan merupakan senyawa alkohol berantai karbon pendek dan bersifat polar. Penggunaan metanol menunjukkan konversi FFA yang lebih tinggi dibandingkan etanol karena memiliki reaktivitas yang lebih cepat terhadap asam lemak dan mampu melarutkan semua jenis katalis, baik katalis asam maupun basa, sehingga mempercepat proses esterifikasi [29], [30].

B.1 Pengaruh Rasio Molar

Perbandingan molar mengacu pada rasio jumlah mol asam lemak bebas dalam minyak terhadap mol pelarut, yakni metanol. Rasio ini merupakan salah satu parameter penting yang memengaruhi tingkat

konversi FFA menjadi metil ester. Hal ini ditunjukkan pada Gambar 2, dimana reaksi antara FFA dan metanol dengan katalis asam kuat (asam sulfat) akan menghasilkan ester dan air dalam sistem kesetimbangan. Meskipun bersifat *reversible*, arah reaksi dapat didorong ke pembentukan produk (kanan) dengan menambahkan metanol yang berlebih.



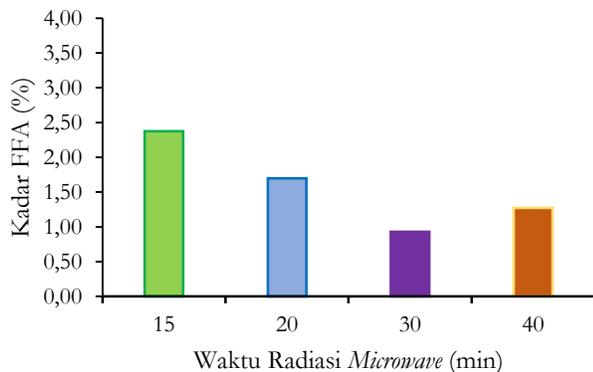
Gambar 2. Pengaruh Rasio Mol Metanol-Minyak terhadap Kadar FFA (%) dengan Daya

Gambar 2 memperlihatkan hubungan antara rasio metanol terhadap minyak dengan kadar FFA pada daya 450 W dan konsentrasi katalis 5% (w/w minyak). Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa jumlah mol metanol memengaruhi kadar FFA hasil esterifikasi. Semakin banyak mol metanol yang digunakan, kadar FFA yang dihasilkan semakin kecil, dan sebaliknya. Pada rasio mol metanol-minyak 1:20 dengan waktu 20 menit, kadar FFA yang diperoleh masih cukup tinggi, yaitu 8,4275%, sedangkan pada rasio 1:40 dalam waktu yang sama, kadar FFA menurun menjadi 0,5234%. Selanjutnya, pada waktu 30 menit, kadar FFA untuk rasio 1:20 adalah 6,5771%, sedangkan untuk rasio 1:40 adalah 0,4722%. Penurunan kadar FFA ini disebabkan oleh semakin banyaknya asam lemak bebas (FFA) yang berubah menjadi ester. Hal ini dikarenakan peningkatan jumlah mol metanol mendorong reaksi lebih ke arah produk. Pemanasan dengan gelombang mikro efektif pada molekul polar karena momen dipol mereka berinteraksi dengan medan listrik yang berosilasi, menghasilkan panas. Metanol, sebagai alkohol dengan polaritas tinggi, memiliki konstanta dielektrik yang mendukung efisiensi pemanasan ini [31], [32]. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh

Muhammad dkk, (2014) [12] mengenai produksi biodiesel dari minyak nyamplung dengan bantuan pemanasan gelombang mikro menunjukkan bahwa kondisi reaksi optimal dicapai pada perbandingan mol minyak terhadap metanol 1:40 dan konsentrasi katalis H_2SO_4 sebesar 13% (v/v), yang menghasilkan kadar FFA akhir sebesar 1,13%. Pada penentuan perbandingan mol yang paling optimal berdasarkan nilai kadar FFA yaitu pada perbandingan mol metanol-minyak 1:40, karena nilai kadar FFA yang dihasilkan sudah kurang dari 2%, sehingga hasil esterifikasi tersebut dapat dilanjutkan ke proses selanjutnya, yaitu transesterifikasi.

B.2 Pengaruh Waktu Radiasi (Pemanasan)

Selain pemilihan reaktan, proses esterifikasi juga dipengaruhi waktu pemanasan dalam *microwave*. Waktu optimum esterifikasi yaitu waktu tersingkat yang diperlukan untuk mendapatkan nilai kadar FFA yang kecil sehingga konversi hasil produk tertinggi. Pada Gambar 3. menjelaskan hubungan antara waktu radiasi *microwave* terhadap penurunan nilai kadar FFA pada daya 450 W dengan konsentrasi katalis 13% (v/v).



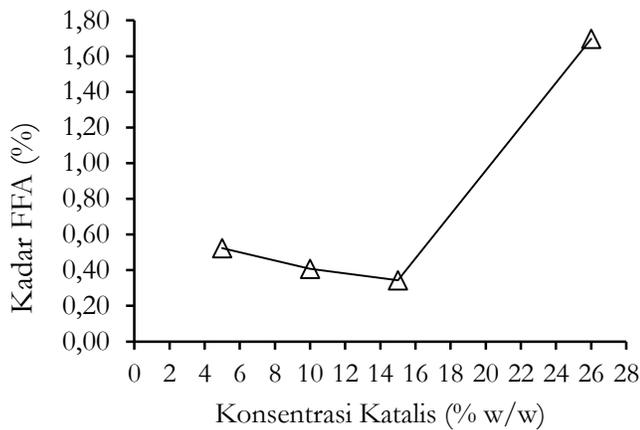
Gambar 3. Pengaruh Waktu Radiasi terhadap Kadar FFA (%) dengan Daya 450 W dan Konsentrasi Katalis 13% (v/v)

Dari Gambar 3. menjelaskan bahwa waktu radiasi *microwave* memberikan pengaruh terhadap penurunan asam lemak bebas pada minyak nyamplung. Semakin lama waktu reaksi maka nilai kadar asam lemak bebas (FFA) yang dihasilkan juga semakin kecil. Nilai kadar FFA yang diperoleh pada proses esterifikasi terus menurun dari 15 menit sampai 30 menit yaitu pada 15 menit sebesar 2,3732%, 20

menit sebesar 1,6971%, 30 menit sebesar 0,9314, namun pada waktu 40 menit nilai kadar FFA naik menjadi 1,2749%. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu pemanasan menyebabkan kontak antar zat semakin besar, sehingga akan menghasilkan asam lemak bebas yang terkonversi semakin banyak. Namun, jika kesetimbangan reaksi sudah tercapai, maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak akan menaikkan konversi. Semakin lama waktu reaksi, kadar FFA yang dihasilkan semakin berkurang. Ini menandakan terjadinya reaksi antara FFA dengan metanol menghasilkan ester. Waktu reaksi yang lebih lama memungkinkan lebih banyak molekul bereaksi, sehingga FFA yang tersisa berkurang. Namun, setelah titik optimal, penambahan waktu tidak banyak memengaruhi hasil dan bisa menyebabkan reaksi balik [21], [33]. Sedangkan penelitian dari Yuliani dkk (2013) [34] bahwa peningkatan durasi pemanasan dalam proses esterifikasi minyak biji karet menggunakan katalis asam H_2SO_4 berkontribusi signifikan dalam penurunan kadar asam lemak bebas (FFA). Selain itu, peningkatan suhu reaksi juga mempercepat reaksi esterifikasi, sehingga semakin lama waktu reaksi dan suhu yang lebih tinggi mampu menurunkan kadar FFA secara efektif, menghasilkan kualitas biodiesel yang lebih baik dan jumlah katalis 0,5% dan suhu reaksi $55^{\circ}C$ memberikan persen penurunan %FFA terbaik sebesar 1,57% untuk waktu reaksi 120 menit [2], [20]. Begitu pula dengan hasil penelitian Usman dkk (2009) [14] yang memperoleh kadar FFA sebesar 3,99% pada waktu 5 jam. Penentuan waktu radiasi terbaik untuk proses esterifikasi ini adalah 20 menit, karena nilai kadar FFA sudah dibawah 2%.

B.3 Pengaruh Konsentrasi Katalis

Katalis adalah suatu zat yang dapat mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu. Katalis dapat menurunkan energi aktivasi sehingga mengurangi energi yang dibutuhkan untuk reaksi yang berlangsung. Pada Gambar 4. menjelaskan pengaruh konsentrasi katalis terhadap nilai kadar FFA dengan kondisi operasi esterifikasi pada daya 450 W dengan waktu radiasi selama 20 menit.



Gambar 4. Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Kadar FFA (%) dengan Daya 450 W dan Waktu 20 menit

Dari Gambar 4. menjelaskan semakin tinggi konsentrasi katalis maka nilai kadar FFA yang dihasilkan juga semakin kecil. Nilai kadar FFA yang diperoleh pada proses esterifikasi terus menurun dari 5% sampai 15% (w/w) yaitu pada 5% sebesar 0,5234%, pada 10% sebesar 0,4076%, dan pada 15% sebesar 0,3428, namun pada konsentrasi 26% nilai kadar FFA naik menjadi 1,6971%. Hal ini dikarenakan penambahan katalis akan meningkatkan konversi asam lemak bebas menjadi metil ester. Namun, penggunaan katalis yang berlebihan juga tidak baik karena akan menurunkan hasil biodiesel yang mungkin disebabkan karena pembentukkan emulsi yang meningkatkan viskositas dan mengarah ke gelatin [35], [36]. Penambahan konsentrasi H₂SO₄ diatas 15% (w/w) menyebabkan penurunan konversi FFA. Penurunan ini disebabkan karena terbentuknya dimetil eter dari reaksi antara excess H₂SO₄ dengan metanol yang ditandai dengan perubahan larutan menjadi hitam kecokelatan (lebih gelap), sehingga menyebabkan jumlah metanol berkurang [20], [35]. Hasil ini sesuai dengan penelitian Usman dkk (2009) [14] bahwa semakin besar konsentrasi katalis tawas maka nilai kadar FFA yang dihasilkan juga menurun, dengan nilai kadar asam lemak bebas terendah diperoleh pada konsentrasi katalis tawas 3% (w/w) sebesar 3,99% dan nilai konversi produk sebesar 94,66%.

Dari hasil penelitian di atas, dapat disimpulkan bahwa rasio mol, waktu pemanasan, dan konsentrasi katalis mempengaruhi proses esterifikasi terhadap nilai

kadar asam lemak bebas (FFA) yang dihasilkan. Dimana nilai kadar FFA yang dihasilkan sudah dibawah 2% sehingga bisa dilanjutkan ke proses transesterifikasi. Jadi pada penelitian ini, dipilih daya 450 W, rasio mol metanol-minyak 1:40, waktu radiasi *microwave* selama 20 menit, dan konsentrasi katalis 10% (w/w) untuk proses esterifikasi. Pada tahap esterifikasi ini, kandungan trigliserida dalam minyak tidak mengalami reaksi menjadi metil ester dikarenakan pada akhir proses tidak terbentuk gliserol. Hal ini menunjukkan bahwa pada minyak dengan konsentrasi FFA tinggi bila berada pada kondisi asam, reaksi yang terjadi cenderung antara FFA dan metanol (esterifikasi) bukan antara trigliserida dan metanol (transesterifikasi).

B.4 Properti Crude Biodiesel

Parameter acuan untuk melanjutkan ke proses transesterifikasi adalah nilai kadar free fatty acid hasil esterifikasi kurang dari 2% [2], [10], [12]. Perbandingan properti crude biodiesel sebelum dan sesudah esterifikasi minyak nyamplung dengan metode *microwave* pada daya 450 W, waktu radiasi *microwave* selama 20 menit, rasio mol metanol-minyak 1:40, dan konsentrasi katalis 10% (w/w) minyak disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Karakteristik *Crude* Biodiesel Hasil Esterifikasi

Parameter	Sebelum Esterifikasi	Setelah Esterifikasi
Densitas (g/mL)	0,9132	0,9030
Viskositas (cSt)	40,4428	22,3905
Kadar FFA (%)	19,3069	0,4076
Warna	Cokelat kemerahan	Kuning kemerahan

Dari Tabel 3 terlihat proses esterifikasi pada kondisi operasi tersebut efektif untuk menurunkan nilai viskositas, densitas, dan kadar free fatty acid. Nilai kadar FFA yang diperoleh juga memenuhi standar untuk proses transesterifikasi menjadi biodiesel (<2%). Sedangkan nilai densitas dan viskositas syarat mutu biodiesel yang sesuai standar (SNI 7182-2015) adalah 0,850-0,890 g/mL untuk densitas dan 2,3-6,0 mm²/s (cSt) untuk viskositas, sedangkan angka asam maksimal 0,5 mg-KOH/g. Oleh karena itu, masih diperlukan proses transesterifikasi agar kualitas biodiesel yang dihasilkan sesuai standar SNI.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, didapatkan kesimpulan bahwa radiasi gelombang mikro (*microwave*) dapat digunakan pada proses esterifikasi minyak nyamplung. Kondisi operasi terbaik pada daya 450 W dengan rasio mol metanol-minyak 1:40 dan konsentrasi katalis 10% (w/w) minyak selama 20 menit didapatkan nilai kadar asam lemak bebas (*free fatty acid*) sebesar 0,4076%. Sedangkan properti yang lain seperti viskositas kinematik sebesar 22,3905 cSt, dan densitas sebesar 0,9030 g/mL. Hal ini menunjukkan bahwa minyak nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) adalah salah satu sumber daya alam yang potensial sebagai bahan baku biofuel atau biodiesel, mengingat jumlahnya yang melimpah di Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] B. P. Company, "BP Statistical review of world energy," vol. 66, no. June, pp. 548-552, 2017.
- [2] H. H. Naseef and R. H. Tulaimat, "Transesterification and esterification for biodiesel production: A comprehensive review of catalysts and palm oil feedstocks," *Energy Convers. Manag.* X, vol. 26, no. October 2024, pp. 1-42, 2025.
- [3] A. E. Atabani and A. D. S. César, "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.*, vol. 37, pp. 644-655, 2014.
- [4] S. Kurniati, S. Soeparman, S. S. Yuwono, and L. Hakim, "Characteristics and potential of nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) seed oil from Kebumen, Central Java, as a biodiesel feedstock," *Int. Res. J. Adv. Eng. Sci.*, vol. 3, no. 4, pp. 148-152, 2018.
- [5] B. Kehutanan, "Nyamplung *Calophyllum inophyllum* L. Sumber energi Biofuel yang potensial," in *Pusat Litbang Hutan Tanaman*, pp. 33-38, 2008.
- [6] B. Azhar, S. Gunawan, M. Muharja, C. Avian, D. Satrio, and H. W. Aparamarta, "Optimization of microwave-assisted extraction in the purification of triglycerides from non-edible crude *Calophyllum inophyllum* oil as biodiesel feedstock using artificial intelligence," *South African J. Chem. Eng.*, vol. 47, no. July 2023, pp. 312-321, 2024.
- [7] S. Sudalai, S. Ishwaryarani, J. F. Philip, M. G. Devanesan, and A. Arumugam, "Potential use *Calophyllum inophyllum* oil as biodiesel feedstock: A scientometric analysis and review of the production process," *J. Inst. Eng. Ser. E*, vol. 105, no. 1, pp. 89-102, 2024.
- [8] S. Crane, G. Aurore, H. Joseph, Z. Mouloungui, and P. Bourgeois, "Composition of fatty acids triacylglycerols and unsaponifiable matter in *Calophyllum calaba* L. oil from Guadeloupe," *Phytochemistry*, vol. 66, no. 15, pp. 1825-1831, 2005.
- [9] W. A. Hadi, "Pemanfaatan (*Calophyllum inophyllum* L) sebagai bahan bakar minyak pengganti solar," *J. Riz. Drh.*, vol. 8, no. 2, pp. 1044-1052, 2009.
- [10] A. Ansori, S. A. Wibowo, H. S. Kusuma, D. S. Bhuna, and M. Mahfud, "Production of biodiesel from nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) using microwave with CaO catalyst from eggshell waste: optimization of transesterification process parameters," *Open Chem.*, vol. 17, no. 1, pp. 1185-1197, 2019.
- [11] C. Ashok *et al.*, "Ultrasound-assisted transesterification of waste cooking oil to biodiesel utilizing banana peel derived heterogeneous catalyst," *Biotechnol. Sustain. Mater.*, vol. 1, no. 5, pp. 1-14, 2024.
- [12] F. R. Muhammad, S. Jatranti, L. Qadariah, and M. Mahfud, "Pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung menggunakan pemanasan gelombang mikro," *J. Tek. Pomits*, vol. 3, no. 2, pp. 154-159, 2014.
- [13] M. T. Golmakani, L. Dehghan, and N. Rahimizad, "Biodiesel production enhanced by ultrasound-assisted esterification and transesterification of inedible olive oil," *Grasas y Aceites*, vol. 73, no. 1, pp. 1-12, 2022.
- [14] T. Usman, L. Ariany, W. Rahmalia, and R. Advant, "Esterification of fatty acid from palm oil waste (sludge oil) by using alum catalyst," *Indo. J. Chem.*, vol. 9, no. 3, pp. 474-478, 2009.
- [15] L. Qadariah, A. Ansori, S. A. Wibowo, R. S. C. Muchammad, D. S. Bhuna, and M. Mahfud, "Biodiesel production from *Calophyllum inophyllum* L oil using Microwave with Calcium Carbonate catalyst," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 543, pp. 1-9, 2019.
- [16] R. P. Putra, G. A. Wibawa, P. Pantjawarni, and M. Mahfud, "Pembuatan biodiesel secara batch dengan memanfaatkan gelombang mikro," *J. Tek. ITS*, vol. 1, no. 1, pp. 34-37, 2012.
- [17] L. Dehghan, M. Golmakani, and S. M. Hosseini, "Optimization of microwave-assisted accelerated transesterification of inedible olive oil for biodiesel production," *Renew. Energy*, vol. 138, pp. 915-922, 2019.
- [18] M. Mahfud, U. Kalsum, and V. Aswie, "Biodiesel production through catalytic microwave in-situ

- transesterification of microalgae (*Chlorella* sp.),” *Int. J. Renew. Energy Dev.*, vol. 9, no. 1, pp. 113-117, 2020.
- [19] F. Motasemi and F. N. Ani, “A review on microwave-assisted production of biodiesel,” *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 16, no. 7, pp. 4719-4733, 2012.
- [20] B. J. Tarigan *et al.*, “Microwave-intensified esterification of high-free fatty acid feedstock into biodiesel using waste chicken eggshells as a heterogeneous catalyst,” *Case Stud. Chem. Environ. Eng.*, vol. 11, pp. 1-9, 2025.
- [21] H. C. Nguyen *et al.*, “Microwave-assisted noncatalytic esterification of fatty acid for biodiesel production : A Kinetic study,” *Energies*, vol. 13, no. 2167, pp. 1-15, 2020.
- [22] H. S. Kusuma, A. Ansori, and M. Mahfud, “Optimization of synthesis of methyl acetate from acetic acid and methanol using microwave-assisted esterification,” *J. Chem. Technol. Metall.*, vol. 56, no. 4, pp. 686–697, 2021.
- [23] J. Rakprasoot, A. Tiampakdee, and P. Raviyan, “Processing of red palm oil by modified acid degumming method,” *Food Agric. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 2, pp. 11-22, 2023.
- [24] S. Dewang, Suriani, S. Hadriani, Bannu, and B. Abdullah, “Physical properties of nyamplung oil (*Calophyllum inophyllum* L.) for biodiesel production,” *IOP Conf. Ser. J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 846, no. 012009, pp. 6-10, 2017.
- [25] H. Saputra, A. B. Rantawi, A. L. Siregar, I. B. Rahardja, and D. F. Simatupang, “Red palm oil from crude palm oil refinement using the acid degumming method,” *Int. J. Appl. Res. Sustain. Sci.*, vol. 2, no. 6, pp. 455-464, 2024.
- [26] Haryono, Solihudin, Rukiah, and S. Suryani, “Biodiesel made of ozonised nyamplung oil through esterification and transesterification using the help of ultrasonic waves,” *J. Sains Dasar*, vol. 5, no. 2, pp. 148-153, 2016.
- [27] I. Chanakaewsomboon, C. Tongurai, S. Photaworn, S. Kungsanant, and R. Nikhom, “Investigation of saponification mechanisms in biodiesel production: Microscopic visualization of the effects of FFA, water and the amount of alkaline catalyst,” *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 8, no. 2, p. 103538, 2020.
- [28] I. Chanakaewsomboon and A. Moollakorn, “Soap formation in biodiesel production: effect of water content on saponification reaction,” *Int. J. Chem. Environ. Sci.*, vol. 2, no. 2, pp. 28-36, 2021.
- [29] J. G. Touma, B. El Khoury, J. Estephane, H. Zakhem, and S. Aouad, “Effect of alcohol type and amount on the total energy consumption and yield of the free fatty acids esterification reaction with simultaneous adsorptive water removal,” *Chem. Eng. Commun.*, vol. 205, no. 5, pp. 689-697, 2018.
- [30] Rozina *et al.*, “Green synthesis of biodiesel from Citrus medica seed oil using green nanoparticles of copper oxide,” *Fuel*, vol. 323, no. 5, p. 124285, 2022.
- [31] T. Amano, T. Yamazaki, and S. Tsuneyuki, “Chemical bond based machine learning model for dipole moment: Application to dielectric properties of liquid methanol and ethanol,” *Phys. Rev. B*, vol. 110, no. 16, p. 165159, 2024.
- [32] X. Li and J. Xu, “Effects of the Microwave Power on the Microwave-assisted Esterification,” *Curr. Micron. Chem.*, vol. 4, no. March, pp. 158-162, 2017.
- [33] R. A. Harahap, Azhari, Meriatna, Sulhatun, and Suryati, “Penurunan kadar Free Fatty Acid (FFA) pada Crude Palm Oil (CPO) dengan proses esterifikasi menggunakan katalis asam sulfat (H₂SO₄),” *Chem. Eng. J. Storage*, vol. 1, no. 2, pp. 56-63, 2021.
- [34] F. Yuliani, M. Primasari, O. Rachmaniah, and M. Rachimoellah, “Pengaruh katalis asam (H₂SO₄) dan suhu reaksi pada reaksi esterifikasi minyak biji karet (*Hevea brasiliensis*) menjadi biodiesel,” *J. Tek. Kim.*, vol. 3, no. 1, pp. 171-177, 2008.
- [35] L. F. Chuah, A. Bokhari, S. Yusup, J. J. Klemeš, B. Abdullah, and M. M. Akbar, “Optimisation and kinetic studies of acid esterification of high free fatty acid rubber seed oil,” *Arab. J. Sci. Eng.*, vol. 41, no. 7, pp. 2515–2526, 2015.
- [36] E. K. Sitepu *et al.*, “Microwave-assisted enzymatic esterification production of emollient esters,” *ACS Omega*, vol. 8, p. 39168-39173, 2023.