

Sintesis Ester Asam Lemak Sukrosa (*Face*) dari Minyak Zaitun Menggunakan K_2CO_3 dan Uji Stabilitas *Face* Sebagai Emulsifier

Fannie Kurniasari^a, Ngadiwiyanana^a, Ismiyanto^{a*}

^a Organic Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang

* Corresponding author: ismiyarto@live.undip.ac.id

Article Info

Keywords:

olive oil;
transesterification
reaction; sucrose
fatty acid ester;
emulsifier

Kata kunci:

minyak zaitun;
reaksi
transesterifikasi;
ester asam lemak
sukrosa; emulsifier

Abstract

A synthesis of sucrose fatty acid ester (FACE) of olive oil using K_2CO_3 and FACE stability test as emulsifier was performed. The purpose of this study was to determine the optimum weight ratio of K_2CO_3 to fatty acid methyl ester in the synthesis of sucrose fatty acid ester (FACE) and to determine FACE stability as emulsifier. FACE synthesis can be performed through the formation of fatty acid methyl ester (FAME) first. Furthermore, FAME was reacted with sucrose using a K_2CO_3 base catalyst and producing FACE. FACE synthesis was performed by variation of weight ratio of K_2CO_3 catalyst to FAME 1.5%, 3%, 4.5%, 6%, and 7.5%. The results showed that the number of catalysts can affect the resulting FACE. The optimum condition of FACE occurs on the synthesis result with the weight ratio of K_2CO_3 to FAME 6%, has the highest transesterification degree of 0.7984 and has the most stable emulsion stability of 304.14 seconds.

Abstrak

Telah dilakukan sintesis ester asam lemak sukrosa (*FACE*) dari minyak zaitun menggunakan K_2CO_3 dan uji stabilitas *FACE* sebagai emulsifier. Tujuan penelitian ini adalah menentukan rasio berat optimum K_2CO_3 terhadap metil ester asam lemak dalam sintesis ester asam lemak sukrosa (*FACE*) dan menentukan stabilitas *FACE* sebagai emulsifier. Sintesis *FACE* dapat dilakukan melalui pembentukan metil ester asam lemak (*FAME*) terlebih dahulu. Selanjutnya, *FAME* direaksikan dengan sukrosa menggunakan katalis basa K_2CO_3 dan menghasilkan *FACE*. Sintesis *FACE* dilakukan dengan variasi rasio berat katalis K_2CO_3 terhadap *FAME* 1,5%, 3%, 4,5%, 6%, dan 7,5%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa banyaknya katalis dapat mempengaruhi *FACE* yang dihasilkan. Kondisi optimum *FACE* terjadi pada hasil sintesis dengan rasio berat K_2CO_3 terhadap *FAME* 6%, mempunyai derajat transesterifikasi tertinggi sebesar 0,7984 dan memiliki stabilitas emulsi yang paling stabil sebesar 304,14 detik.

1. Pendahuluan

Minyak Zaitun (*Oleum Olivae*) adalah minyak yang diperoleh dengan pemerasan biji masak buah zaitun (*Olea Europaea* L) [1]. Minyak zaitun dianggap sebagai minyak yang sehat karena mengandung lemak tak jenuh yang tinggi. Minyak zaitun terdiri dari campuran 80% asam lemak tak jenuh dan 20% asam lemak jenuh. Asam lemak utama pada minyak zaitun adalah asam oleat dan berpotensi untuk diubah menjadi senyawa metil ester asam lemak (*FAME*) yang merupakan bahan baku

berbagai macam industri, misalnya emulsifier, polimer dan biodiesel [2].

Senyawa metil ester asam lemak (*Fatty Acid Methyl Ester* (*FAME*)) dari minyak nabati mempunyai banyak peranan dalam berbagai proses industri antara lain sebagai bahan baku dalam sintesis ester asam lemak karbohidrat (*Fatty Acid Carbohydrate Ester* (*FACE*)) yang mempunyai fungsi sebagai emulsifier nonionik dan sebagai bahan baku industri polimer [3].

FAME dari minyak zaitun dengan rantai asam lemak yang panjang dapat mengalami transesterifikasi dengan sukrosa menggunakan katalis basa dan alkohol sebagai pelarut sehingga menghasilkan ester asam lemak sukrosa (FACE). Ester sukrosa asam lemak yang dihasilkan merupakan senyawa amfifilik, yaitu senyawa yang mempunyai gugus hidrofilik dan hidrofobik sehingga dapat digunakan sebagai emulsifier nonionik [3].

Dalam sintesis ester asam lemak sukrosa (FACE) dari FAME, katalis merupakan faktor yang penting. Katalis basa lebih sering digunakan karena lebih efektif dibandingkan dengan katalis asam, di mana katalis basa dapat mengikat ion H^+ dari molekul alkohol menghasilkan RO^- yang merupakan nukleofil kuat sehingga reaksi transesterifikasi berlangsung lebih cepat. K_2CO_3 dipilih sebagai sumber katalis untuk menghindari terbentuknya air dalam jumlah yang banyak, sehingga memungkinkan untuk dilakukan reaksi pada suhu yang lebih tinggi [4]. Banyaknya katalis K_2CO_3 yang digunakan dapat mempengaruhi reaksi transesterifikasi antara FAME dan sukrosa. Berdasarkan uraian tersebut, untuk menghasilkan produk transesterifikasi yang maksimal perlu ditentukan rasio optimum berat K_2CO_3 terhadap FAME, sehingga mampu menghasilkan FACE yang dapat digunakan sebagai emulsifier dengan stabilitas emulsi (o/w) yang tinggi [4].

2. Metodologi

Penurunan Kandungan Asam Lemak Bebas

Minyak Zaitun diekstraksi dengan etanol dengan rasio volume etanol terhadap minyak zaitun adalah 1:1. Minyak zaitun yang diperoleh dipanaskan pada suhu 60–80°C dan didinginkan sehingga terbentuk dua lapisan. Asam lemak bebas (FFA) pada lapisan atas dipisahkan dan etanol yang tersisa di lapisan minyak dipisahkan menggunakan *rotary evaporator* pada suhu 80°C.

Penentuan Bilangan Asam

Minyak zaitun sebanyak 10 gram dimasukkan dalam erlenmeyer 250 mL lalu ditambahkan campuran alkohol dengan eter 1:1 serta PP, digojoj. Kemudian larutan dititrasi dengan NaOH 0,1 N hingga berwarna merah muda. Selanjutnya ditentukan bilangan asamnya untuk mengetahui kadar FFA dalam minyak.

$$\text{Bilangan asam} = \frac{b \times N \times 40}{a} \times f$$

di mana: a = berat sampel minyak jagung (g)

b = volume NaOH yang digunakan (mL)

f = faktor pengenceran

N = normalitas NaOH

Sintesis Metil Ester Asam Lemak (FAME)

Sebanyak 20 gram minyak jagung dimasukkan ke dalam labu refluks leher tiga dan dipanaskan sampai suhu 50°C. Selanjutnya larutan KOH (0,1 gram) dalam metanol (4,3754 gram) pada corong penambah dimasukkan ke dalam labu yang berisi minyak dan telah dipanaskan tersebut. Kemudian campuran direfluks selama 45 menit pada suhu 70°C sambil diaduk

menggunakan *magnetic stirrer*. Campuran yang diperoleh didiamkan selama 30 menit dan setelah pendiaman selama 30 menit lapisan ester yang terbentuk pada lapisan atas dipisahkan dari gliserol menggunakan corong pisah. Kemudian FAME yang diperoleh dianalisis menggunakan GC-MS.

Sintesis Ester Sukrosa Asam Lemak (FACE) dari FAME

Pada tahap ini, sintesis ester asam lemak sukrosa dilakukan dengan memasukkan 3,625 gram sukrosa, 5,2 gram FAME, K_2CO_3 , dan pelarut metanol ke dalam labu leher tiga yang telah dirangkai dengan kondensor, termometer, pengaduk magnet, dan pemanas. Selanjutnya campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Campuran direfluks pada suhu 60°C dengan variasi berat K_2CO_3 . FACE yang dihasilkan disaring dengan corong Buchner dan hasil yang diperoleh dianalisis struktur kimianya menggunakan spektrofotometer FTIR yang selanjutnya digunakan untuk menghitung derajat transesterifikasinya. Setelah itu, diuji stabilitasnya sebagai emulsifier. Proses dilakukan untuk persen berat K_2CO_3 terhadap FAME 1,5%; 3%; 4,5%; 6% dan 7,5%.

$$\text{Derajat Transesterifikasi} = \frac{A_{C=O}}{A_{O-H}}$$

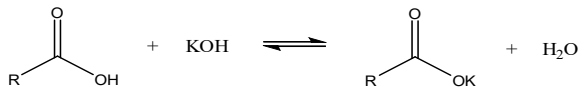
Uji Stabilitas FACE Sebagai Emulsifier

Uji stabilitas emulsifier dilakukan dengan membuat sistem emulsi minyak-FACE-akuades dengan perbandingan tertentu, sebanyak 2 gram minyak jagung ditambah 0,5 gram FACE (ester sukrosa) dan dilakukan pengocokan yang dilanjutkan titrasi dengan aquades hingga terbentuk emulsi dan ditentukan waktunya hingga emulsi pecah. Sistem emulsi dibuat dengan menggunakan FACE dengan variasi berat K_2CO_3 yang sudah ditentukan.

3. Hasil dan Pembahasan

Penurunan dan Penentuan Bilangan Asam

Bilangan asam merupakan banyaknya milligram basa kuat yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam 1 gram minyak. Prinsip dari bilangan asam adalah penguraian asam lemak bebas menjadi garam asam lemak dan airnya. Penentuan bilangan asam bertujuan untuk mengetahui kadar asam lemak bebas dalam minyak. Penurunan kandungan asam lemak bebas dapat dilakukan dengan metode ekstraksi menggunakan pelarut etanol dengan disertai pemanasan. Pada saat pemanasan, minyak dan FFA dapat larut dalam etanol, setelah pendinginan FFA tetap larut dalam etanol sedangkan minyak tidak dapat larut. Berdasarkan kelarutan trigliserida dalam etanol dingin, maka fasa etanol dapat dipisahkan dari fasa minyak. Minyak hasil ekstraksi ditentukan bilangan asam. Berdasarkan hasil penentuan bilangan asam pada minyak zaitun sebelum dan sesudah ekstraksi menunjukkan bahwa minyak zaitun mengalami penurunan bilangan asam dari 0,8433 menjadi 0,5908.

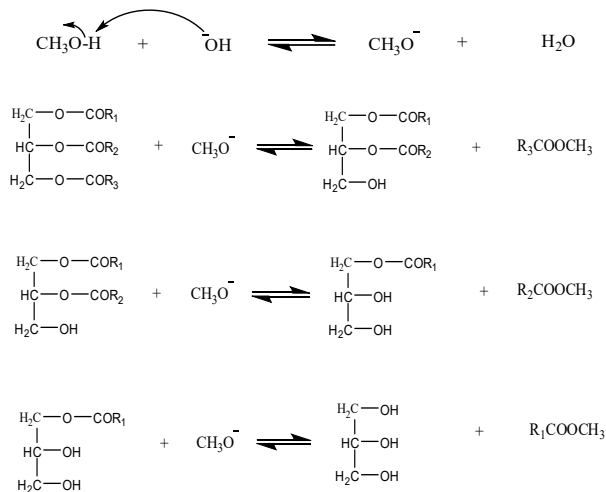


Gambar 1. Reaksi Saponifikasi Asam Lemak

Sintesis Metil Ester Asam Lemak (FAME)

Sintesis metil ester asam lemak dilakukan melalui reaksi transesterifikasi antara trigliserida dengan metanol dan KOH sebagai katalis.

Tahap-tahap reaksi yang terjadi ditunjukkan pada gambar 2.

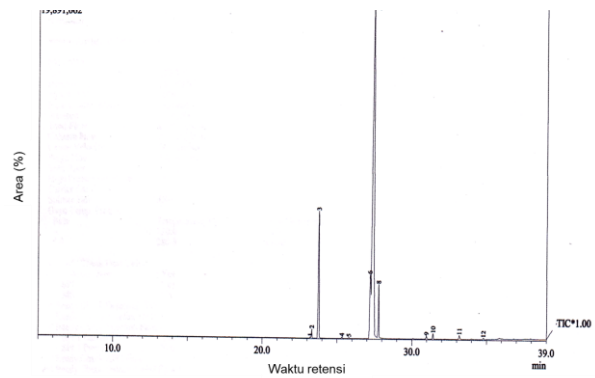


Gambar 2. Tahap-tahap reaksi transesterifikasi pada sintesis FAME

Pencampuran katalis KOH dengan metanol akan menyebabkan KOH mengalami ionisasi menjadi K⁺ dan OH⁻, kemudian ion OH⁻ akan mengikat H⁺ pada metanol sehingga akan menghasilkan ion metoksida (CH₃O⁻) yang merupakan nukleofil yang lebih kuat dibandingkan metanol. Ion CH₃O⁻ tersebut akan menyerang gugus karbonil pada trigliserida menghasilkan metil ester asam lemak dan digliserida. Digliserida ini kemudian akan mengalami reaksi dengan metoksida yang lain membentuk metil ester asam lemak dan monogliserida. Kemudian monogliserida ini akan mengalami siklus katalitik yang sama membentuk metil ester dan gliserol.

Reaksi transesterifikasi tersebut akan menghasilkan metil ester asam lemak dan gliserol. Hasil yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi berupa dua fasa yang tidak saling campur. Fasa atas merupakan metil ester asam lemak (FAME), sedangkan fasa bawah terdiri dari gliserol, KOH dan metanol yang tersisa.

FAME tersebut kemudian dianalisis dengan GC-MS. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui komposisi senyawa yang terdapat pada FAME dari minyak zaitun ini. Hasil analisis GC-MS dari FAME ditampilkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Kromatogram FAME dari Minyak Zaitun

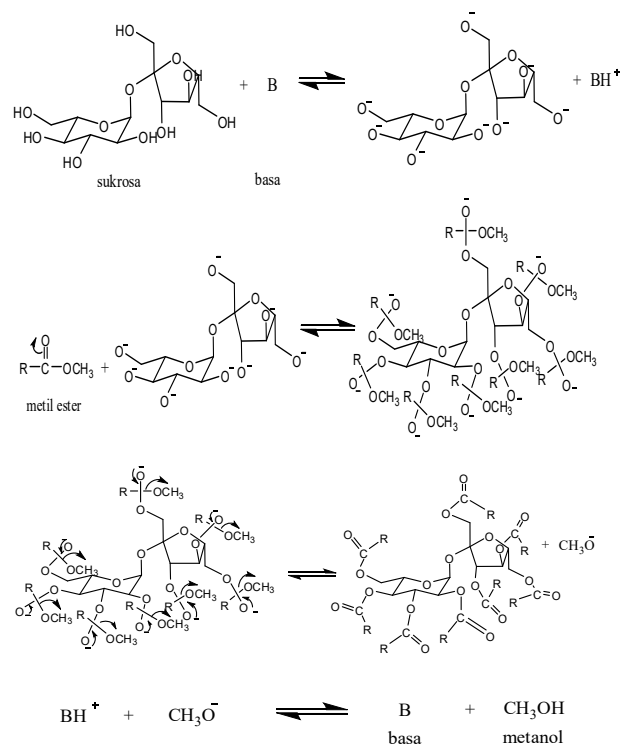
Berdasarkan kromatogram tersebut dapat terlihat adanya 12 puncak dengan waktu retensi berbeda yang menunjukkan bahwa metil ester asam lemak tersebut terdapat 12 senyawa yang berbeda dengan empat puncak utama seperti pada tabel 1.

Tabel 1: Analisis metil ester asam lemak (FAME) dengan GC-MS

Puncak	Waktu retensi (menit)	Kelimpahan (%)	Massa molekul (g/mol)	Nama senyawa
3	23,766	12,86	268	Metil ester asam palmitat
6	27,203	8,69	294	Metil ester asam linoleat
7	27,421	71,08	296	Metil ester asam oleat
8	27,770	4,87	298	Metil ester asam stearat

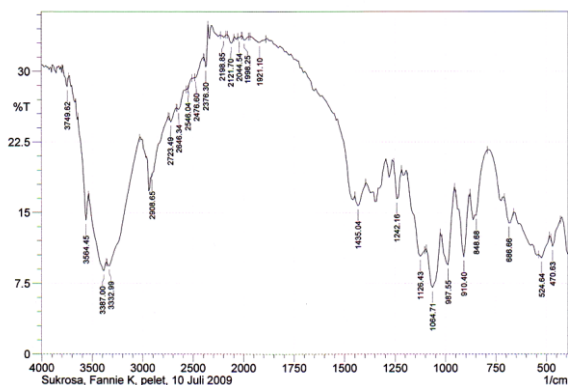
Sintesis Ester Sukrosa Asam Lemak (FACE) dari FAME

Sintesis ester asam lemak sukrosa (FACE) dilakukan melalui reaksi transesterifikasi antara metil ester asam lemak (FAME) dengan sukrosa menggunakan katalis K₂CO₃. Sintesis ester asam lemak sukrosa (FACE) dilakukan untuk rasio berat K₂CO₃ terhadap FAME sebesar 1,5%; 3%; 4,5%; 6% dan 7,5%.



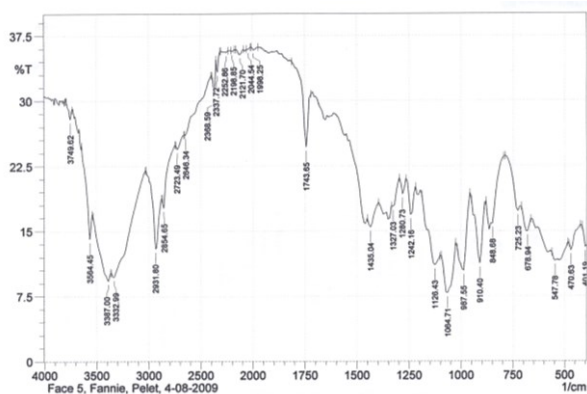
Gambar 4. Tahap-tahap reaksi transesterifikasi pada sintesis FACE

Untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada FACE yang dihasilkan, maka dilakukan pengujian FTIR terhadap FACE yang diperoleh. Pengujian FTIR dilakukan untuk menganalisis proses transesterifikasi yang telah dilakukan dengan membandingkan serapan gugus hidroksil dan karbonil sebelum dan setelah reaksi transesterifikasi.



Gambar 5. Spektra FTIR sukrosa

Berdasarkan spektra FTIR yang diperoleh, FACE yang dihasilkan mengandung gugus karbonil yang ditunjukkan oleh puncak pada bilangan gelombang 1743,65 cm⁻¹ dan masih mengandung gugus hidroksil. Hal ini menunjukkan bahwa produk yang dihasilkan adalah ester asam lemak sukrosa (FACE) yang mengandung gugus karbonil dan hidroksil.



Gambar 6. Spektra FTIR FACE dengan rasio berat K₂CO₃ 7,5 %

Tabel 2. Daerah serapan FTIR sukrosa dan FACE

Gugus Fungsi	Sukrosa	Bilangan gelombang pada FACE dengan rasio berat K ₂ CO ₃				
		1,5%	3%	4,5%	6%	7,5%
-OH	3387	3325,28	3387	3425,58	3410,15	3387
C=O	-	1743,65	1743,65	1743,65	1743,65	1743,65
C _{sp} 3H	2908,65	2924,09	2924,09	2924,09	2924,09	2931,8
C-O	1126,43	1134,14	1126,43	1134,14	1141,86	1126,43

Berdasarkan spektra FTIR yang diperoleh dapat ditentukan besar nilai derajat transesterifikasi. Derajat transesterifikasi menunjukkan banyaknya gugus hidroksi yang tersubstitusi oleh ester. Semakin besar nilai derajat transesterifikasi maka semakin banyak gugus -OH yang telah tersubstitusi oleh ester. Nilai derajat transesterifikasi yang diperoleh dari spektra FTIR FACE ditunjukkan pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil analisis FACE

Rasio Berat K ₂ CO ₃ (%)	Berat Produk (g)	Titik Leleh (°C)	Derajat Transesterifikasi
1,5	4,0428	190-192	0,6262
3	4,2296	190-194	0,6549
4,5	3,611	190-194	0,7534
6	3,8109	192-194	0,7984
7,5	3,1433	190-192	0,589

Uji Stabilitas FACE Sebagai Emulsifier

Kestabilan emulsi minyak dalam air dengan ester asam lemak sukrosa (FACE) sebagai emulsifier dapat ditentukan berdasarkan waktu dari saat emulsi terbentuk hingga emulsi pecah kembali. Semakin besar waktu yang dibutuhkan emulsi untuk pecah menunjukkan bahwa emulsi yang terbentuk semakin stabil. Waktu pecah emulsi untuk setiap FACE ditunjukkan pada tabel 4.

Tabel 4. Waktu pecah emulsi

FACE (% K ₂ CO ₃)	Derajat Transesterifikasi	Waktu pecah emulsi (detik)
1,5	0,6262	139,7
3	0,6549	141,88
4,5	0,7534	267,01
6	0,7984	304,14
7,5	0,589	123,53

Berdasarkan tabel di atas dapat diketahui bahwa ester asam lemak sukrosa (FACE) dengan rasio berat 6 % menghasilkan emulsi dengan stabilitas tertinggi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar nilai derajat transesterifikasi maka kestabilan emulsi yang dibentuk semakin tinggi. Semakin besar nilai derajat transesterifikasi maka semakin banyak gugus -OH yang tersubstitusi oleh ester sehingga FACE memiliki gaya tarik antara gugus hidrofobik dengan minyak semakin kuat dan mengakibatkan semakin stabil sistem emulsi yang dihasilkan.

4. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan FACE hasil sintesis menggunakan rasio berat K₂CO₃ terhadap FAME 6% memiliki derajat transesterifikasi tertinggi sebesar 0,7984. Hasil uji stabilitas emulsifier menunjukkan bahwa sistem emulsi yang paling stabil adalah FACE dengan rasio berat K₂CO₃ terhadap FAME 6% dengan waktu pecah emulsi 304,14 detik.

5. Daftar Pustaka

- [1] MS Rana, AA Ahmed, Characteristics and composition of Libyan olive oil, *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 58, 5, (1981) 630-631
- [2] Paul Vossen, Olive oil: history, production, and characteristics of the world's classic oils, *HortScience*, 42, 5, (2007) 1093-1100
- [3] Ulf Schuchardt, Ricardo Sercheli, Rogério Matheus Vargas, Transesterification of vegetable oils: a review, *Journal of the Brazilian Chemical Society*, 9, 3, (1998) 199-210 <http://dx.doi.org/10.1590/S0103-50531998000300002>
- [4] Lambrini Adamopoulos, Understanding the formation of sugar fatty acid esters, (2006)