



UNIVERSITAS INDONESIA

**Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat Melalui Hidrogenasi
Minyak Jarak**

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana teknik

**RAHMIYATI
0806368111**

**FAKULTAS TEKNIK
PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA
DEPOK
JUNI 2011**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

**Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.**

Nama : Rahmiyati

NPM : 0806368111

Tanda Tangan : 

Tanggal : 22 Juni 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Rahmiyati
NPM : 0806368111
Program Studi : Teknik Kimia
Judul Skripsi : Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat Melalui Hidrogenasi Minyak Jarak

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Teknik pada Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing : Dr. Ir. Sukirno, M.Eng ()
Penguji : Bambang Heru Susanto, ST., MT ()
Penguji : Dr Eny Kusriani, S.Si ()
Penguji : Cahyo Setyo Wibowo, ST.M ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 22 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Allah SWT, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Teknik Jurusan Teknik Kimia pada Fakultas Teknik Universitas Indonesia. Saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1). Dr. Ir. Sukirno M. Eng. selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini;
- (2) Kang Djajat dan Mang Ijal sebagai teknisi laboran yang telah membantu saya;
- (3) Almarhum orang tua saya dan keluarga besar saya yang telah memberikan bantuan serta dukungan baik material maupun moral;
- (4) Teman-teman ekstensi 08 dan teman-teman satu bimbingan, atas dukungannya;
- (5). Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu demi satu, yang selalu memberikan bantuan semangat.

Akhir kata, saya berharap Allah SWT berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Depok, 22 Juni 2011

Rahmiyati

Universitas Indonesia

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR
UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Rahmiyati
NPM : 0806368111
Program Studi : Teknik Kimia
Departemen : Teknik Kimia
Fakultas : Teknik
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat Melalui Hidrogenasi Minyak Jarak

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.
Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 22 Juni 2011

Yang menyatakan



(Rahmiyati)

ABSTRAK

Nama : Rahmiyati
Program Studi : Teknik Kimia
Judul : Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat Melalui Hidrogenasi Minyak Jarak

Adanya pembuatan asam 12-hidroksistearat dapat meningkatkan daya guna minyak jarak. Melalui pembuatan asam 12-hidroksistearat, minyak jarak dapat digunakan menjadi berbagai produk seperti sebagai *thickener* pada gemuk lumas. Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum pembuatan asam 12-hidroksistearat pada tekanan atmosferik dan temperatur 130⁰C, serta memperoleh produk yang sesuai dengan karakteristik asam 12-hidroksistearat komersil. Berdasarkan variasi waktu hidrogenasi dari 1-5 jam, diketahui bahwa hasil terbaik diperoleh pada hidrogenasi 5 jam dengan penurunan bilangan iod sebesar 6,5 dan kenaikan titik lebur sebesar 78⁰C. Produk komersil asam 12-hidroksistearat sedikit lebih unggul dengan penurunan bilangan iod sebesar 4,8 dan kenaikan titik lebur sebesar 78,8⁰C.

Kata Kunci:

Asam 12-hidroksistearat, minyak jarak, hidrogenasi.

Abstract

Name : Rahmiyati

Study Program : Chemical Engineering

Title : Synthesis of 12-Hydroxystearic Acid by Castor Oil hydrogenation

The presence of synthesis 12-hydroxystearic acid can increasing the usability of castor oil. Through the synthesis 12-hydroxystearic acid, castor oil can be used in various product such as lubricating grease thickener. This study was conducted to obtain the optimum conditions for synthesis 12-hydroxystearic acid at atmospheric pressure and temperature 130°C , also to obtain the product that similar with characteristic 12-hydroxystearic acid commercial. Based on the time variation of the hydrogenation of 1-5 hours, it is known that the best condition obtained in the hydrogenation of 5-hour reduction in the amount of iodine is 6.5 and increases the melting point of 78°C . Commercial Products 12-hydroxystearic acid has a slightly superior to the decrease in iodine number of 4.8 and increases the melting point of 78.8°C .

Keyword: 12-hydroxystearic acid, castor oil, hydrogenation

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iv
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	v
ABSTRAK	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Masalah	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Sistematika Penulisan	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Asam 12-Hidroksistearat	5
2.1.1 Sifat Fisika dan Kimia	5
2.1.2 Manfaat Asam 12-Hidroksistearat	6
2.1.3 Karakterisasi Asam 12-Hidroksistearat	7
2.2 Bahan Baku Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat	9
2.2.1 Minyak Jarak	9
2.2.2 Gas Hidrogen	14

2.2.3 Katalis	15
2.2.4 Natrium Hidroksida (NaOH)	21
2.2.5 Asam Klorida (HCl).....	22
2.3 Pembuatan Asam-12 Hidroksistearat	23
2.3.1 Hidrogenasi Minyak Jarak	23
2.3.2 Hidrolisis <i>Hydrogenated Castor Oil</i>	26
2.3.2.1 Saponifikasi.....	26
2.3.2.2 Netralisasi	28
2.4 <i>State Of The Art</i>	28
2.4.1 Hidrogenasi Minyak Jarak Pada Tekanan Atmosferik Dengan Variasi Temperatur.....	28
2.4.2 Hidrogenasi Minyak Jarak Pada Tekanan Rendah.....	31
2.4.3 Hidrogenasi Minyak Jarak Pada Tekanan Tinggi dan Temperatur Rendah	33
2.5 Ringkasan <i>State Of The Art</i>	35
BAB III METODE PENELITIAN	37
3.1 Diagram Alir Penelitian	37
3.2 Peralatan dan Bahan.....	38
3.2.1 Peralatan.....	38
3.2.2 Bahan - Bahan.....	39
3.3 Prosedur Penelitian	40
3.3.1 Hidrogenasi Minyak Jarak	40
3.3.2 Hidrolisis <i>Hydrogenated Castor Oil</i> (Saponifikasi dan Netralisasi)	40
3.2.2.1 Saponifikasi <i>Hydrogenated Castor Oil</i>	41
3.2.2.2 Netralisasi Sabun	41
3.3.3 Rancangan Percobaan.	41

3.4	Karakterisasi Asam 12 - Hidroksistearat	43
3.4.1	Analisis Bilangan Iod.....	43
3.4.2	Analisis Titik Lebur	44
3.5	Pengolahan Data	45
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		46
4.1	Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat.....	46
4.2	Uji Karakterisasi Produk.....	48
4.3	Perbandingan Karakterisasi Produk Asam 12-Hidroksistearat dengan Asam12 – Hidroksistearat Komersil	51
BAB V KESIMPULAN.....		53
DAFTAR PUSTAKA		54
LAMPIRAN		

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Sifat fisika dan kimia asam 12-hidroksistearat	6
Tabel 2.2 Karakteristik asam 12-hidroksistearat TK Wax Co.LTD	9
Tabel 2.3 Komposisi asam lemak dalam minyak jarak	10
Tabel 2.4 Sifat fisika dan kimia minyak jarak	11
Tabel 2.5 Sifat fisika dan kimia hidrogen	15
Tabel 2.6 Komposisi Nikel BASF G-1-25 (NiO/Al ₂ O ₃).....	17
Tabel 2.7 Klasifikasi komponen aktif	18
Tabel 2.8 Sifat fisik dan kimia NaOH	22
Tabel 2.9 Hidrogenasi minyak jarak pada tekanan atmosferik dengan variasi temperatur	29
Tabel 2.10 Hidrogenasi minyak jarak pada temperatur 130 ⁰ C dan tekanan 2 kg/cm ² menggunakan <i>Recycled Catalyst</i>	32
Tabel 2.11 Hasil Hidrogenasi Minyak Jarak.....	35
Tabel 3.1 Data Pengamatan	45
Tabel 4.1 Perbandingan Produk Asam 12 - Hidroksistearat.....	52
Tabel A.1 Hasil karakterisasi	
Tabel A.2 Kemurnian produk berdasarkan bilangan iod	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Asam 12-Hidroksistearat.....	5
Gambar 2.2 Ikatan jenuh asam 12-hidroksistearat.....	6
Gambar 2.3 Alur reaksi minyak jarak menjadi produk turunannya.....	14
Gambar 2.4 Hidrogenasi pada alkena	16
Gambar 2.5 Reaksi hidrogenasi minyak jarak dan produknya	25
Gambar 2.6 Mekanisme reaksi saponifikasi	27
Gambar 2.7 Kondisi optimum hidrogenasi minyak jarak	32
Gambar 2.8 Pengaruh temperatur, tekanan, konsentrasi katalis dan laju pengadukan pada laju reaksi hidrogenasi.....	33
Gambar 2.9 Pengaruh temperatur (A), konsentrasi katalis (B), tekanan(C) terhadap perubahan asam risisnoleat dan kandungan asam 12-hidroksistearat pada <i>Hydrogenated Castor oil</i> dengan bilangan iod 10	34
Gambar 2.10 Mekanisme Hidrogenasi	36
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian	37
Gambar 3.2 Reaktor hidrogenasi	38
Gambar 3.3 Instrumen analisis titik lebur.....	39
Gambar 3.4 Skema Rancangan Percobaan	42
Gambar 4.1 Tampilan fisik minyak jarak sebelum (kiri) dan setelah hidrogenasi (kanan)	47
Gambar 4.2 Tampilan fisik asam 12-hidroksistearat sebelum dengan variasi waktu 1-5 jam (dari kiri ke kanan)	48
Gambar 4.3 Analisis bilangan iod terhadap waktu	49

Gambar 4.4 Analisis titik lebur terhadap waktu50

Gambar 4.5 Analisis kemurnian produk berdasarkan analisis bilangan iod51









BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Castor Oil atau minyak jarak merupakan minyak yang berasal dari tanaman jarak (*ricinus communist*). Minyak jarak merupakan trigliserida dari berbagai asam lemak yang terdiri atas 87 % risinoleat, 7 % oleat, 3 % linoleat, 2 % palmitat, 1% stearat, dan sejumlah kecil dihidroksistearat (Marlina et al., 2004). Minyak jarak memiliki viskositas yang tinggi, larut dalam etil alkohol, tidak larut dalam air dan memiliki titik leleh 72-86⁰C setelah dihidrogenasi. Produk-produk turunan minyak jarak banyak digunakan sebagai bahan baku industri pelarut, pelumas dan pelapis. Penggunaan minyak jarak di Indonesia telah dikembangkan sejak zaman penjajahan Belanda. Minyak jarak yang diproduksi di Indonesia diekspor oleh pemerintahan kolonial Belanda sebagai bahan baku pelumas. Pada zaman penjajahan Jepang, rakyat Indonesia dipaksa untuk menanam tanaman jarak untuk pemenuhan kebutuhan pelumasan peralatan perang (Firdaus, 2005).

Senyawa turunan dari minyak jarak yang dimanfaatkan sebagai bahan dasar untuk pelumas adalah asam 12-hidroksistearat. Asam 12-hidroksistearat merupakan asam lemak jenuh pada minyak jarak dengan karakteristik yaitu padatan berwarna putih, tidak beracun, tidak berbahaya, larut dalam sejumlah pelarut organik dan tidak larut dalam air. Asam 12-hidroksistearat merupakan komponen dasar untuk pembuatan pengental/*thickener* pelumas berbasis kalsium dan litium. Pemanfaatan asam 12-hidroksistearat sebagai *thickener* dapat meningkatkan *performance*, memberikan tekstur yang lebih baik dan meningkatkan *dropping point* pada gemuk lumas (Ramadhan, 2010).

Saat ini penggunaan asam 12-hidroksistearat di Indonesia mulai digalakkan. Minyak jarak yang sebelumnya lebih sering dijadikan sebagai komoditi ekspor, sekarang mulai dilirik keberadaannya. Selain karena faktor kelangkaan minyak bumi

sebagai bahan baku pelumas sintetik, kinerja dan sifat ramah lingkungan dari minyak jarak menjadikannya bahan alternatif pengganti minyak bumi. Menurut Firdaus (2005) konsumen minyak pelumas dunia kini cenderung untuk menggunakan minyak pelumas nabati kembali karena meskipun harganya lebih mahal tetapi kinerjanya lebih baik dibandingkan dengan minyak pelumas dari minyak bumi. Oleh karena itu, dengan potensi tanaman jarak yang ada di Indonesia sangat mungkin untuk mengembangkan industri pelumas berbasis asam 12-hidroksistearat yang mampu memenuhi kebutuhan dalam negeri dan dapat juga dijadikan sebagai komoditi ekspor.

Perolehan asam 12-hidroksistearat dari minyak jarak dilakukan melalui proses hidrogenasi minyak jarak yang menghasilkan *Hydrogenated Castor Oil* (HCO/minyak jarak terhidrogenasi) dan dilanjutkan dengan proses hidrolisis *Hydrogenated Castor Oil* membentuk produk asam 12-hidroksistearat. Ikatan jenuh yang dimiliki oleh asam 12-hidroksistearat menyebabkan asam ini memiliki ketahanan oksidasi yang lebih baik dan titik lebur yang lebih tinggi dari minyak jarak, sehingga dapat digunakan sebagai pengental/*thickener* pada gemuk lumas. Hidrogenasi biasanya dilakukan pada kondisi tekanan dan temperatur tinggi. Hidrogenasi *castor oil* dilakukan pada tekanan 10–15 atm pada temperatur 130°C menggunakan katalis nikel (Maskaev et al.,2004).

Namun tekanan tinggi yang digunakan memiliki resiko yang berbahaya mengingat sifat gas hidrogen yang *flammable* dan sangat mudah teroksidasi. Hidrogenasi pada tekanan tinggi juga akan merusak gugus hidroksil pada asam, rusaknya gugus hidroksil dapat menyebabkan bilangan iod yang dihasilkan rendah sehingga penjenuhan ikatan/pemutusan ikatan rangkap tidak sempurna. Oleh karena itu hidrogenasi dapat dilakukan pada tekanan 2 kg/cm² dengan temperatur 130°C (Trivedi et al.,1988) atau dapat juga dilakukan pada tekanan atmosferik dengan penggunaan 1% katalis nikel (Sreenivasan et al.,1956)

Keterbatasan ilmu dan informasi yang terkini tentang proses hidrogenasi, tidak membatasi untuk dapat melakukan penelitian ini. Berdasarkan literatur–literatur yang telah disebutkan diatas, maka pada penelitian ini hidrogenasi

dilakukan pada kondisi operasi pada temperatur 130°C dan tekanan atmosfer menggunakan katalis nikel. Penggunaan katalis nikel dipilih karena lebih ekonomis dan mudah untuk di *recovery* (O'Brien,1998). Selain itu produk yang dihasilkan nantinya akan dibandingkan dengan produk komersil dari TK Wax Co.LTD dengan analisis bilangan iod dan titik lebur produk.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah disebutkan sebelumnya, perumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana kondisi optimum proses hidrogenasi minyak jarak menjadi asam 12-hidroksistearat yang dilakukan pada tekanan atmosfer?
2. Bagaimana karakteristik asam 12-hidroksistearat yang diperoleh dari penelitian dilihat dari analisis kemurnian produk yang diperoleh?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan yang ingin dicapai dari penelitian ini adalah untuk memperoleh asam 12-hidroksistearat pada kondisi tekanan atmosfer yang memiliki karakteristik serupa dengan asam 12-hidroksistearat komersil.

1.4. Pembatasan Masalah

Adapun masalah yang dikaji dalam penelitian ini dibatasi pada hal-hal sebagai berikut:

1. Katalis yang digunakan untuk hidrogenasi adalah katalis nikel
2. Basa yang digunakan untuk hidrolisis adalah NaOH dan asam yang digunakan untuk netralisasi adalah HCl.
3. Analisis kemurnian yang dilakukan adalah analisis bilangan iod dan titik lebur.

1.5. Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan skripsi ini adalah sebagai berikut :

BAB 1 PENDAHULUAN

Berisi pendahuluan yang terdiri dari latar belakang masalah, rumusan masalah, tujuan penelitian, batasan masalah dan sistematika penulisan.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

Berisi tinjauan pustaka yang membahas tentang asam 12-hidroksistearat dan pemanfaatannya, karakteristik asam 12-hidroksistearat, proses pembuatan asam 12-hidroksistearat, bahan baku pembuatan asam 12-hidroksistearat, hidrogenasi dan *state of the art*.

BAB 3 METODE PENELITIAN

Berisi tentang diagram alir penelitian, peralatan, bahan, prosedur yang digunakan dalam penelitian dan karakterisasi asam 12- hidroksistearat.

BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN

Berisi tentang proses pembuatan asam 12-hidroksistearat dari minyak jarak yang telah dilakukan, analisis produk yang dihasilkan dan perbandingan produk asam 12-hidroksistearat hasil penelitian dengan produk komersil.

BAB 5 KESIMPULAN

Berisi tentang kesimpulan yang dapat diambil berdasarkan percobaan yang telah dilakukan.

BAB II

Tinjauan Pustaka

2.1 Asam 12-Hidroksistearat

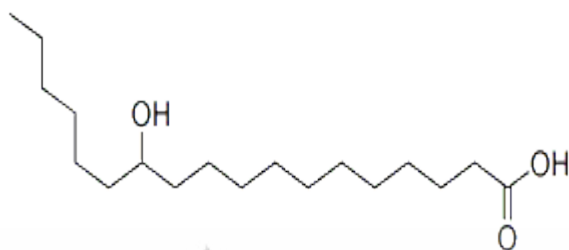
Asam 12-hidroksistearat adalah asam lemak yang diperoleh melalui hidrogenasi *castor oil* dan hidrolisis *hydrogenated castor oil* (HCO/minyak jarak terhidrogenasi). Asam ini memiliki karakteristik yaitu padatan berwarna putih, tidak beracun, tidak berbahaya, larut dalam sejumlah pelarut organik dan tidak larut dalam air. Asam 12-hidroksistearat pada minyak jarak memiliki ikatan jenuh sehingga berbentuk padatan pada suhu ruang dan tidak tengik sehingga dapat disimpan lebih lama.



Gambar 2.1 Asam 12-Hidroksistearat

2.1.1 Sifat Fisika dan Kimia

Asam 12-hidroksistearat pada minyak jarak memiliki ikatan jenuh yang menyebabkan asam berbentuk padatan dan tidak tengik (*ranciditas*) sehingga asam dapat disimpan lebih lama. Ikatan jenuh pada asam 12-hidroksistearat menyebabkan gugus hidroksil pada asam lebih stabil sehingga asam tidak bersifat toksik seperti pada minyak jarak. Gugus hidroksil adalah gugus aktif pada minyak jarak yang sangat mudah teroksidasi oleh udara dan panas.



Gambar 2.2 Ikatan jenuh asam 12-hidroksistearat

Sifat-sifat asam 12-hidroksistearat lebih lengkap dapat dilihat pada tabel 2.1 di bawah ini.

Tabel 2.1 Sifat fisika dan kimia asam 12-hidroksistearat

Rumus Kimia	$C_{18}H_{36}O_3$
Berat Molekul	300,48
Physical State	Padatan Putih
Titik Lebur	72 – 84 ⁰ C
Daya Larut dalam Air	Tidak Larut
Bilangan Asam	170 min
Bilangan Hidroksil	155
Bilangan Iod	4 max
Bilangan Penyabunan	180 min
Color, Gardner	5 max

Sumber: Ramadhan (2010)

2.1.2 Manfaat Asam 12-Hidroksistearat

Asam 12-hidroksistearat digunakan secara luas dalam industri seperti pada industri pelumas, pelarut dan pelapis. Ramadhan (2010) merangkum beberapa manfaat dari asam 12-hidroksistearat sepebagai berikut:

1. Industri Pelumas

Pada industri pelumas, asam 12-hidroksistearat digunakan dalam pembuatan gemuk lumas sebagai *thickener*/pengental berbasis kalsium dan litium. Penambahan asam 12-hidroksistearat mampu meningkatkan *performance* gemuk secara keseluruhan dengan memberikan tekstur yang lebih baik, meningkatkan *heat stability* dan *dropping point*.

2. Industri Kosmetik

Pada industri kosmetik, asam 12-hidroksistearat sebagai gel yang dicampurkan ke dalam *cold cream* dan *vanishing cream*.

3. Industri Cat

Pada industri cat, asam 12-hidroksistearat bersama *acrylic ester* digunakan sebagai reaktan penghasil polimer. Polimer yang dihasilkan memiliki sifat kekerasan yang baik dan tahan lama sehingga dapat digunakan untuk industri otomotif.

4. Industri Karet

Pada industri karet, asam 12-hidroksistearat digunakan sebagai *activator* dan *internal lubricant* untuk karet alam dan karet sintetik.

5. Industri Tinta

Pada industri tinta, asam 12-hidroksistearat digunakan sebagai *modifier* untuk tinta.

6. Industri Plastik

Pada industri plastik, asam 12-hidroksistearat digunakan sebagai *internal lubricant* pada proses pembuatan plastik.

2.1.3 Karakteristik Asam 12–Hidroksistearat

Karakteristik asam 12–hidrosistearat meliputi garder color, bilangan iod, bilangan hidroksil, bilangan asam, bilangan saponifikasi dan titik lebur. Menurut Ramadhan (2010), karakteristik asam 12-hidroksistearat sebagai berikut:

1. Garder Color

Garder color adalah skala yang menunjukkan tingkat warna kuning pada suatu cairan yang transparan. Tingkat warna kuning ini dapat ditentukan dengan

membandingkan sampel dengan larutan standar yang telah diketahui dan ditentukan sebelumnya.

2. Bilangan Iod

Bilangan iod menunjukkan tingkat kejenuhan lemak dan minyak yang dinyatakan sebagai *centigram iodine* yang diabsorpsi per gram sampel. Iodine bereaksi dengan lemak dimana terdapat ikatan tak jenuh pada atom – atom karbon. Jumlah *iodine* yang bereaksi dengan lemak bergantung pada jumlah ikatan tak jenuh pada lemak. Bilangan iod dapat dihitung seperti persamaan dibawah ini.

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{(B - A) \times N \times 12,69}{W}$$

dengan :

12,69 = tetapan iod

N = normalitas larutan standar tiosulfat

B = volume larutan standar tiosulfat (ml) untuk blanko

A = volume larutan standar tiosulfat (ml) untuk sampel

W = berat sampel

3. Bilangan Hidroksil

Bilangan hidroksil menunjukkan jumlah milligram kalium hidroksida yang diperlukan untuk menetralkan asam asetat yang diikuti dengan asetilasi satu gram sampel.

4. Bilangan Asam

Bilangan asam menunjukkan banyaknya asam lemak bebas yang terdapat dalam suatu asam lemak. Bilangan asam dinyatakan sebagai jumlah milligram NaOH yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas yang terdapat dalam satu gram asam lemak.

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{(\text{ml KOH})(N \text{ KOH})(56,1)}{\text{gr sampel}}$$

5. Bilangan Penyabunan

Menunjukkan berat molekul asam lemak secara kasar, dimana asam lemak berantai karbon pendek akan memiliki bilangan penyabunan yang relatif tinggi

karena berat molekulnya kecil. Bilangan penyabunan dinyatakan sebagai banyaknya milligram NaOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu gram asam lemak.

$$\text{Bilangan Penyabunan} = \frac{(56,1)[\text{ml KOH} \times N \text{ KOH}] - (\text{ml HCl} \times N \text{ HCl})}{\text{gr sampel}}$$

6. Titik Lebur

Titik lebur adalah temperatur dimana suatu zat mencair. Titik leleh dapat ditentukan dengan *melting block* atau menggunakan instrument analisis Elektrothermal 9200.

Uji karakteristik dilakukan untuk melihat kemurnian produk yang dihasilkan. Pada penelitian ini juga dilakukan perbandingan antara produk yang dihasilkan dengan produk komersil dari TK Wax Co.LTD yang berasal dari Thailand. Karakteristik produk dari TK Wax Co.LTD seperti ditunjukkan pada tabel 2.2.

Tabel 2.2 Karakteristik asam 12-hidroksistearat TK Wax Co.LTD

Karakteristik	Range
Color, Gardner	5 max
Bilangan Asam	175 - 185
Bilangan Hidroksil	155 min
Bilangan Iod	3 max
Bilangan Penyabunan	180 - 190
Titik Lebur	70 min

Sumber: <http://www.thaicastoroil.com/TK-Wax-Specifications.html> (2011)

2.2 Bahan Baku Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat

2.2.1 Minyak Jarak

Minyak jarak adalah minyak dihasilkan dari tanaman jarak (*ricinus communist*) yang tumbuh di daerah tropis dan subtropis (Firdaus.,2005). Minyak jarak merupakan trigliserida dari berbagai asam lemak yang terdiri atas 87 % risinoleat, 7 % oleat, 3 % linoleat, 2 % palmitat, 1% stearat, dan sejumlah kecil dihidroksistearat (Marlina et al., 2004).

Tabel 2.3 Komposisi asam lemak dalam minyak jarak

Asam Lemak	Rumus Molekul	% Berat
Asam risinoleat	$C_{18}H_{34}O_3$	85-95
Asam dihidroksistearat	$C_{18}H_{36}O_4$	0,3-0,7
Asam palmitat	$C_{16}H_{32}O_2$	0,5 – 1,0
Asam stearat	$C_{18}H_{36}O_2$	1.0
Asam oleat	$C_{18}H_{34}O_2$	2-6
Asam linoleat	$C_{18}H_{32}O_2$	4,2
Asam linolenat	$C_{18}H_{30}O_2$	0,3-1,0
Asam eikosanoat	$C_{20}H_{40}O_2$	0.3

Sumber: Tim Studi LPPM-ITB (2003) dan Ramadhan (2010)

Castor oil atau minyak jarak merupakan asam lemak tak jenuh yang larut dalam alkohol murni, tidak larut dalam air tetapi larut dalam senyawa organik seperti *petroleum aliphatic*. Keunikan minyak jarak adalah komposisi kimianya yang tetap dimanapun tempat tumbuhnya (Ramadhan 2010). Oleh karena itu, *Bureau of Standard* menjadikan minyak jarak sebagai *standard* untuk pengukuran viskositas. Selain itu minyak jarak juga memiliki titik tuang yang rendah dan memiliki indeks ketahanan beban (*load wear indeks*) yang tinggi.

Tabel 2.4 Sifat fisika dan kimia minyak jarak

Rumus Kimia	$C_{18}H_{34}O_3$
Berat Molekul	298,46
Physical State	Cairan kuning <i>viscous</i>
Titik Lebur	5,5 °C
Titik Didih	245 °C
Spesific Gravity	0,94
Daya Larut dalam Air	Tidak Larut
Densitas Uap	10,3
Titik Nyala	224C
Bilangan Asam	175 min
Bilangan Hidroksil	150 min
Bilangan Iod	80 - 91
Bilangan Penyabunan	180 min
Colour Gardner	8 max

Sumber: Ramadhan (2010)

Minyak jarak sudah digunakan di Indonesia sejak masa penjajahan Belanda. Pada zaman pemerintahan Belanda minyak jarak dijadikan sebagai komoditi ekspor untuk bahan dasar pelumas. Masa penjajahan Jepang, minyak jarak digunakan sebagai bahan pelumasan untuk peralatan perang. Pada perkembangannya, penggunaan minyak jarak digantikan oleh pelumas sintetik dari minyak bumi dengan harganya yang lebih ringan. Namun sifat pelumas sintetik yang tidak ramah lingkungan, membuat masyarakat dunia kembali melirik penggunaan minyak jarak. Minyak jarak dapat digunakan dalam berbagai kegiatan industri seperti untuk pelumas, tekstil, cat dan sebagainya. Beberapa kegunaan minyak jarak menurut Ramadhan (2010) adalah sebagai berikut.

1. Minyak Pelumas

Minyak jarak dapat digunakan sebagai minyak pelumas karena memiliki viskositas yang cukup baik pada temperatur tinggi. Pelumas dari minyak jarak memiliki kinerja yang lebih baik dari pelumas sintetik. Minyak jarak juga ramah lingkungan, limbahnya sangat mudah didegradasi dibandingkan minyak bumi. Sehingga tidak mengherankan jika konsumen dunia saat ini mulai beralih ke penggunaan pelumas nabati walaupun dengan harga beli yang lebih tinggi dari pelumas sintetik.

2. Pencahayaan

Untuk pencahayaan, minyak jarak digunakan sebagai bahan yang berpendar terhadap sinar seperti lampu *signal* kereta api dan alat transportasi lainnya.

3. Bahan Pencelupan Tekstil

Bahan yang digunakan dalam pencelupan tekstil umumnya adalah bahan yang mampu memberikan sifat terang dan berkilau. Minyak jarak yang digunakan sebagai bahan pencelup umumnya adalah minyak jarak yang sudah disulfasi sehingga menyerupai minyak merah Turki.

4. Sabun

Pada industri sabun, minyak jarak berfungsi untuk memberikan sifat transparan pada sabun. *Sodium ricinoleat* dan *sulforicinoleat* yang terdapat dalam sabun minyak jarak dapat menghilangkan bakteri sehingga banyak digunakan sebagai sabun desinfektan.

5. Cat dan Pernis

Penemuan proses dehidrasi *castor oil*, telah meningkatkan penggunaan minyak jarak sebagai salah satu bahan penunjang bagi industri cat. Sifat minyak jarak yang mengalami proses dehidrasi adalah dapat berpendar terhadap cahaya dan anti kuning. Sifat ini kemudian dimanfaatkan dalam industri cat untuk menghasilkan cat yang berwarna putih bersih sedangkan untuk industri pernis minyak jarak mampu memberikan warna yang mengkilap pada material.

6. Penyakit Kulit

Minyak jarak memberikan kesan lembut terhadap kulit sehingga banyak digunakan sebagai cairan pencuci lemak dan pengawet dalam industri penyamakan kulit.

7. Pengobatan

Minyak jarak banyak digunakan sebagai pencahar untuk iritasi mata, keracunan makanan dan diare. Minyak jarak yang digunakan sebagai pencahar ini diperoleh melalui ekstraksi. Karena bau dan rasanya yang tidak enak, minyak jarak biasanya dicampurkan dengan air soda dan sirup "*sarasaparilla*". Minyak jarak juga digunakan sebagai desinfektan untuk penyakit kulit yang disebabkan oleh jamur.

8. Kosmetik

Turunan minyak jarak dalam industri kosmetik dapat digunakan pada parfum sebagai penenang, penghilang bahan pewarna tubuh, sabun kecantikan, *cream* kecantikan, penguat rambut dan lipstik.

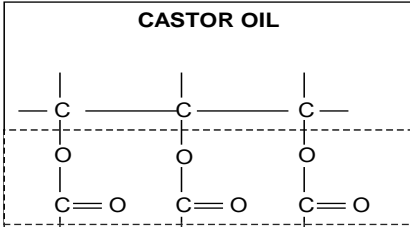
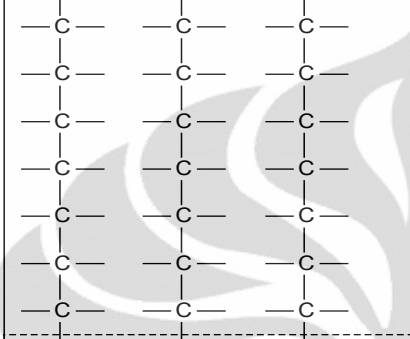
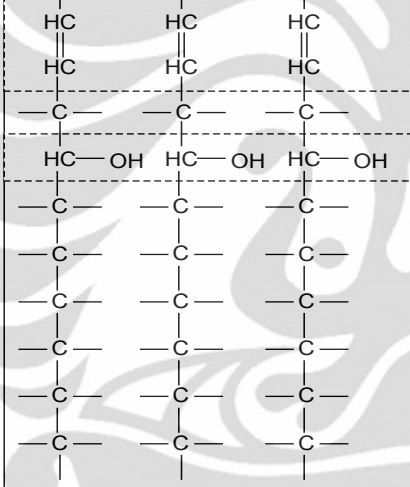
9. Karet dan Plastik

Pada industri karet dan plastik, minyak jarak dimanfaatkan sebagai penstabil busa dan pigmen. Turunan minyak jarak seperti metil ester banyak digunakan untuk meningkatkan kualitas karet, sedangkan *barium*, *calcium* dan *cadmium ricinoleat* banyak digunakan pada *vinyl resins* sebagai penstabil.

10. Isolator

Turunan minyak jarak dalam bentuk *urhetane* banyak digunakan untuk memproduksi busa. Produk busa ini kemudian digunakan sebagai bahan isolasi dan penguat.

Produk-produk potensial yang dapat dihasilkan sebagai produk turunan minyak jarak dapat diperoleh melalui berbagai tipe reaksi yang dapat berlangsung berdasarkan pada tiga sifat utama yang terdapat dalam struktur molekulnya yakni lingkaran ester, ikatan rangkap dan ikatan hidroksilnya (Tim Studi LPPM-ITB.,2003). Berikut disajikan skema alur reaksi minyak jarak menjadi turunannya.

CASTOR OIL		Reaksi	Bahan lain	Tipe Produk
 <p>Ester Linkage</p>	1. Hydrolysis	Acid enzyme, or twitchell reagent catalyst	Fatty acids, Glycerol	
	2. Esterification	Monohydric alcohols	Esters	
	3. Alcoholysis	Glycerol, glycols, pentaerythritol, etc.	Mono- and diglycerides, monoglycols, etc	
	4. Saponification	Alkalies, Alkalies plus metallic salts	Soluble soaps, Insoluble soaps	
	5. Reduction	Na reduction	Alcohols	
	6. Amidation	Alkyl amines, alkanolamines, etc.	Amine salts Amides	
	7. Halogenation	SOCl ₂	Fatty acid halogens	
 <p>Double Bond</p>	8. Oxidative polymerization	Heat, air, oxygen	Polymerized oils	
	9. Hydrogenation	Hydrogen (moderate temp.)	Hydroxystearates	
	10. Epoxidation	Hydrogen peroxide	epoxidized oils	
	11. Halogenation	Cl ₂ , Br ₂ , I ₂	Halogenated oils	
	12. Addition reactions	S, maleic acid	Polymerized oils	
 <p>Hydroxy Group</p>	13. Sulfonation	H ₂ SO ₄	Sulfated oils	
	14. Dehydration	Catalyst (plus heat)	Dehydrated castor oil	
	15. Caustic fusion	NaOH	Sebacic acid Capryl alcohol	
	16. Pyrolysis	High heat	Undecylenic acid Heptaldehyde	
	17. Halogenation	PCl ₃ , POCl ₂	Halogenated castor oils	
	18. Alkoxylation	Ethylene and/or propylene oxides	Alkoxyated castor oils	
	19. Esterification	Acetic-, maleic-, phthalic anhydrides	Alkyl castor oils	
	20. Amination	Oxidation plus NH ₃	12-amino oleate	
	21. Sulfation	H ₂ SO ₄	Sulfated castor oils	
	22. Urethane reactions	Tolylene diisocyanate	Polymers	

Sumber: Tim Studi LPPM-ITB (2003)

Gambar 2.3 Alur reaksi minyak jarak menjadi produk turunannya

2.2.2 Gas Hidrogen

Hidrogen ditemukan oleh Lavoiser pada tahun 1783, berasal dari bahasa Yunani (*hydro* = air dan *genes* = membentuk atau menghasilkan) yang berarti unsur pembentuk air. Hidrogen merupakan unsur yang paling ringan dengan persentase keberadaannya di lingkungan mencapai 75%. Karakteristik gas ini, tidak berwarna, tidak berbau, sangat reaktif dan dapat terbakar oleh oksidator terutama oksigen. Pada konsentrasi rendah sekitar 4%, hidrogen di udara dapat menimbulkan ledakan. Pada

suhu ruang, hidrogen dapat terbakar secara spontan bila bereaksi dengan klorin dan fluorin.

Hidrogen mudah larut dalam berbagai senyawa alkali tanah dan transisi, terutama dengan karbon. Reaksi pembentukan senyawa yang terjadi antara karbon dan hidrogen disebut proses hidrogenasi. Pada proses hidrogenasi, ikatan karbon diputuskan oleh hidrogen, hingga ikatan rangkap karbon menjadi jenuh. Adapun sifat-sifat hidrogen seperti pada tabel 2.5.

Tabel 2.5 Sifat fisika dan kimia hidrogen

Rumus Kimia	$C_{18}H_{36}O_3$
Berat Molekul	2,0158 kg/kmol
Physical State	Tidak Berwarna
Titik Lebur	$-239,9^{\circ}C$
Titik Didih (1 atm)	$-252,7^{\circ}C$
Suhu Kritis	$239,9^{\circ}C$
Tekanan Kritis	12,8 atm
Densitas Kritis	0,031 gr/ml
Kalor Peleburan	0,117 <u>kJ/mol</u>
Kalor Penguapan	0,904 <u>kJ/mol</u>
Kapasitas Kalor	28,836 J/mol·K

Sumber: Purnami (2009)

2.2.3 Katalis

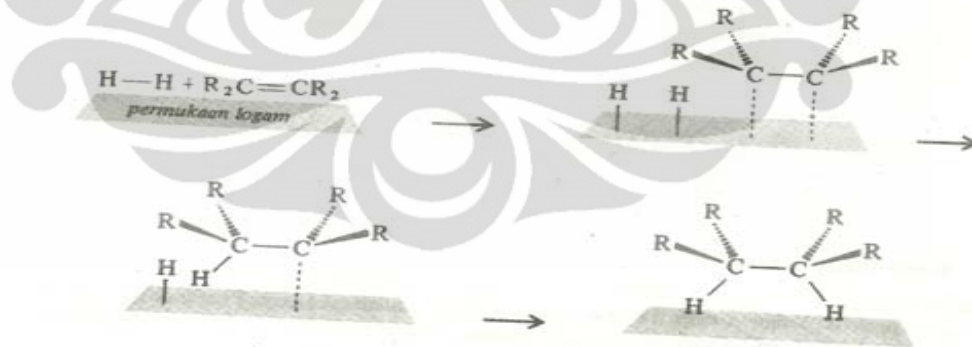
Katalis dapat didefinisikan sebagai suatu bahan yang ditambahkan pada suatu reaksi yang berfungsi untuk mempercepat laju reaksi tanpa mengubah struktur dan sifat dari katalis. Katalis mempercepat reaksi dengan memberikan jalur reaksi yang lebih mudah untuk molekul reaktan sampai terjadi kesetimbangan termodinamika (Nasikin et al.,2010). Pemilihan katalis berpengaruh kuat pada laju reaksi, selektivitas dan geometrik isomer lemak dan minyak (O'Brien,1998). Katalis dapat dibagi menjadi 3 yaitu katalis homogen, enzim dan heterogen. Katalis

homogen berupa cairan yang digunakan pada reaksi dengan fasa reaktan yang sama. Katalis enzim biasanya digunakan pada reaksi biokimia pembentukan enzim. Katalis heterogen merupakan padatan logam/bubuk yang diabsorpsikan pada suatu inert yang digunakan dalam berbagai proses industri seperti hidrogenasi.

Katalis heterogen yang umum digunakan berasal dari logam transisi. Cotton dalam Manihuruk (2009) menyebutkan, logam transisi yang mengkatalisis reaksi kimia merupakan dasar penting dalam proses hidrogenasi, reaksi karbonilasi dan reaksi polimerisasi tekanan rendah dimana proses-proses tersebut berjalan secara heterogen dengan bantuan suatu bahan padat yang digunakan sebagai katalis. Manihuruk (2009) menyebutkan bahwa proses katalisis heterogen berlangsung dalam beberapa tahapan, yaitu:

1. Adsorpsi reaktan pada permukaan katalis
2. Aktifasi penyerapan reaktan
3. Reaksi reaktan yang terserap
4. Difusi produk dari permukaan katalis ke fase cair atau gas.

Secara umum tahapan proses katalisis diatas dapat ditunjukkan seperti pada gambar 2.4 untuk hidrogenasi alkena.



Sumber: Fessenden & Fessenden (1986)

Gambar 2.4 Hidrogenasi pada alkena

Katalis heterogen merupakan katalis yang penggunaannya paling luas, terutama dalam dunia industri. Menurut Nasikin dan Susanto (2010) beberapa keunggulan penggunaan katalis heterogen adalah sebagai berikut:

1. Selektivitas terhadap produk yang diinginkan dapat diperoleh menggunakan sifat selektivitas bentuknya.
2. Aktivitas instrinsik dari inti aktif dapat dimodifikasi oleh struktur padatnya
3. Komposisi permukaan dapat digunakan untuk meminimalisasi atau meningkatkan adsorpsi dari senyawa tertentu.
4. Mudah dipisahkan (tidak memerlukan tahap yang panjang) katalis dari produk dengan filtrasi dan digunakan kembali tanpa/dengan regenerasi.
5. Mengurangi atau menghilangkan limbah (biasanya garam) yang biasa dihasilkan dari netralisasi katalis homogen asam Bronsted atau Lewis.

Katalis terbaik dari unsur transisi yang digunakan untuk proses hidrogenasi adalah palladium, platina, dan nikel. Ketiga katalis ini memiliki kereaktifan yang baik dalam proses hidrogenasi. Katalis palladium dan platina lebih efisien dibandingkan nikel dilihat dari segi kebutuhan penggunaan dan kereaktifannya. Namun dari segi *cost* katalis nikel lebih ekonomis sehingga katalis ini menjadi pilihan utama untuk digunakan. Pada penelitian ini katalis nikel yang digunakan adalah Nikel BASF G-1-25. Katalis ini merupakan katalis komersil berbentuk pelet yang digunakan untuk steam reforming pada pembuatan *syngas*. Adapun komposisi materi penyusun Nikel BASF G-1-25 seperti ditunjukkan pada tabel 2.6

Tabel 2.6 Komposisi Nikel BASF G-1-25 (NiO/Al₂O₃)

Komposisi	Berat (%)
NiO	25
CaO	8
SiO ₂	<0,2
Al ₂ O ₃	66
K ₂ O	1

Sumber: Dayton (2002)

Penggunaan katalis biasanya dipadukan dengan beberapa material lain, berfungsi untuk memberikan sifat yang lebih baik bagi katalis. Biasanya komponen katalis terdiri dari inti aktif katalis, penyangga dan promotor.

- Inti Aktif Katalis

Inti aktif merupakan komponen yang bertanggung jawab untuk terjadinya reaksi. Pemilihan inti aktif tentunya didasarkan pada jenis reaksinya. Pada proses hidrogenasi jenis reaksi yang terjadi adalah perpindahan panas atau konduksi, sehingga penggunaan logam menjadi pilihan sebagai inti katalis. Pada katalis Nikel BASF G-1-25, inti katalis yang digunakan adalah NiO. Penambahan oksigen pada inti katalis NiO dilakukan untuk mencegah terjadinya oksidasi pada proses steam reforming yang dapat mengakibatkan deaktivasi katalis. Proses oksidasi ini terjadi karena H₂ yang masuk pada umpan kurang mengakibatkan Ni bereaksi dengan H₂O dan membentuk NiO(<http://inuyashaku.wordpress.com/2011/06/04/katalis/>).

Tabel 2.7 Klasifikasi komponen aktif

Jenis Katalis	Konduktivitas/Jenis Reaksi	Reaksi	Contoh Katalis Yang Aktif
Logam	Konduktor Redoks	Hidrogenasi Hidrogenolisis Dehidrogenasi (Oksidasi)	Fe, Ni, Pt Pd, Cu, Ag
Oksida dan sulfida logam	Semikonduktor Redoks	Hidrogenasi Selektif Hidrogenolisis Dehidrogenasi Desulfurisasi Oksidasi	NiO, ZnO, CuO Cr ₂ O ₃ , MoS ₂
Insulator Oksida Asam	Isolator Ion Karbonium	Polimerisasi Isomerisasi Perengkahan Dehidrasi Alkilasi	Al ₂ O ₃ , SiO ₂ , MgO SiO ₂ -Al ₂ O ₃ Zeolit

Sumber: Nasikin & Susanto (2010)

- Penyangga

Penyangga pada katalis berfungsi untuk menyediakan luas permukaan yang besar dan sebagai permukaan yang stabil untuk pendispersian inti katalis. Luas permukaan yang besar memberikan aktivitas yang tinggi bagi inti katalis. Aktivitas katalis yang tinggi, berarti kereaktifan katalis dalam reaksi juga tinggi. Hal ini membutuhkan dukungan penyangga yang stabil agar inti katalis dapat terdispersi dengan baik. Untuk memberikan permukaan yang stabil maka penyangga harus memiliki titik lebur yang lebih tinggi dari titik lebur inti aktif. Senyawa oksida memiliki titik lebur yang tinggi sehingga biasa digunakan sebagai penyangga (Nasikin et al.,2010). Pada katalis Nikel BASF G-1-25, penyangga yang digunakan ada dua yaitu CaO dan Al₂O₃ yang masing–masing memiliki titik lebur 2853⁰C dan 2318⁰C.

- Promotor

Promotor berfungsi untuk menghasilkan aktivitas, selektivitas dan stabilitas yang diinginkan pada katalis. Penambahan promotor ini sebagai pelengkap dalam suatu katalis. Penggunaan promotor sangat sering dilakukan pada penyangga yang berbentuk senyawa oksida (Nasikin et al.,2010). Penyangga oksida dapat berada dalam beberapa fasa yang berbeda dan terkadang salah satu dari fasa tersebut tidak diinginkan dalam katalis. Oleh karena itu penambahan promotor dapat melindungi penyangga dari kerusakan dan perubahan yang terjadi dalam jangka waktu yang lama. Pada katalis Nikel BASF G-1-25, promotor yang digunakan adalah SiO₂ dan K₂O. Masing–masing promotor ini berfungsi memberikan stabilitas termal dan menghambat terbentuknya deposit karbon pada katalis.

Katalis nikel dikenal baik di kalangan dunia industri karena aktivitas katalisnya yang tinggi dan harganya yang ekonomis. Aktivitas yang tinggi ini sangat mudah menurun dikarenakan kereaktifan nikel yang besar namun kurang selektif terhadap racun katalis. Racun–racun tersebut seperti fosfor, senyawa sulfur, asam lemak bebas, asam mineral, H₂S dan ammonia. Racun fosfor dapat menghambat pori–pori katalis sedangkan air, uap dan asam lemak bebas dapat membentuk sabun saat bereaksi dengan katalis nikel (O'Brien, 1998).

Nikel dalam bentuk senyawa dapat menyebabkan iritasi pada kulit dan peradangan pada lambung. Jenis-jenis senyawa nikel seperti nikel sulfat, nikel sulfida dan nikel oksida dapat menimbulkan peradangan pada paru-paru, gusi dan kanker. Peradangan dapat berkembang pada hewan pengerat secara kronis jika keracunan nikel dalam bentuk abu nikel, NiO_2 atau NiO . Oleh karena itu, *International Agency for Research on Cancer* (IARC) menggolongkannya ke dalam senyawa karsinogenik (Morgan & IARC dalam Hasibuan, 2009). Hasibuan (2009) merangkum beberapa pengaruh nikel terhadap kesehatan sebagai berikut:

a. Nikel berpengaruh akut pada:

- Pernapasan: dapat menyebabkan iritasi dan radang asam
- Pencernaan: dapat menyebabkan kejang perut
- Kulit: dapat menyebabkan iritasi
- Mata: dapat menyebabkan iritasi

b. Nikel berpengaruh kronis pada:

- Pernapasan: radang paru-paru
- Pencernaan: dapat menyebabkan keracunan nikel
- Kulit: dapat menyebabkan dermatitis
- Mata: dapat menyebabkan kebutaan.

Katalis terpakai (*spent catalyst*) sisa proses hidrogenasi masih dapat digunakan untuk proses hidrogenasi berikutnya. Katalis nikel terpakai yang mengandung nikel, material lain dan residu minyak atau lemak disaring untuk memperoleh kembali katalis nikel terpakai yang baik (Hui dalam Hasibuan, 2009). Cutchey dalam Hasibuan (2009) menyebutkan katalis nikel terpakai dapat diklasifikasikan sebagai limbah padat dan dapat menimbulkan masalah bagi lingkungan. Beberapa perusahaan membuangnya didalam tanah. Adanya *recycling & reuse* katalis nikel terpakai dapat mengurangi dampak pencemarannya terhadap lingkungan. Ekstraksi katalis nikel dengan pelarut polar seperti isopropanol dan metal keton dapat dimanfaatkan untuk mengubah nikel menjadi produk garam lainnya yang masih bisa dimanfaatkan. Hasibuan (2009) menyebutkan beberapa metode yang dapat digunakan untuk mengekstraksi garam nikel sebagai berikut:

1. Evaporasi

Proses evaporasi dapat me-rekoveri lebih dari 90% garam nikel. Metode ini sangat sederhana dioperasikan dan harganya relative lebih murah.

2. Osmosis

Proses ini menggunakan membrane semipermeabel.

3. Elektrodialisis.

4. Penukar ion

Metode ini menghasilkan rendemen ekstraksi garam nikel sebsar 97%.

5. Elektrolitik

Reklamasi katalis nikel dapat dilakukan dengan pembakaran. Adanya proses pembakaran dapat menguraikan bahan-bahan organik dan residu karbon teroksidasi. Abu dari hasil pembakaran mengandung nikel oksida dan silika. Energi yang digunakan dalam proses pembakaran disesuaikan dengan kandungan katalis nikel terpakai. Katalis nikel terpakai yang dihasilkan sangat terbatas kegunaannya. Pemanfaatan komposisi katalis nikel terpakai termasuk fraksi organik di masa mendatang, diharapkan akan memberikan teknologi baru yang dapat menghasilkan produk dengan nilai tambah yang lebih tinggi (Hui dalam Hasibuan, 2009).

2.2.4 Natrium Hidroksida (NaOH)

Natrium hidroksida (NaOH) atau soda api merupakan basa dari logam kaustik yang membentuk larutan alkalin kuat dalam air. Reaksi NaOH dalam air menghasilkan larutan yang bersifat eksotermis. Penggunaan NaOH dalam industri biasanya digunakan sebagai basa seperti dalam industri kertas, tekstil dan deterjen. Basa NaOH ditambahkan untuk mengubah cairan menjadi padatan sabun. Pada pembuatan asam 12-hidroksistearat, NaOH digunakan dalam proses saponifikasi untuk mengubah minyak menjadi sabun sehingga dapat dinetralisasi untuk mendapatkan produk asam 12-hidroksistearat.

Tabel 2.8 Sifat fisik dan kimia NaOH

Rumus Molekul	NaOH
Massa Molar	39,9971 g/mol
Physical State	Padatan Putih
Densitas	2,1 gr/cm ³
Titik Leleh	318°C
Titik Didih	1390°C

2.2.5 Asam Klorida (HCl)

Asam klorida adalah larutan gas hidrogen klorida didalam air. Asam klorida (HCl) ditemukan oleh Jabbar bin Hayyan (Gedber) sekitar tahun 800 sebelum masehi. HCl ini diperolehnya dari pencampuran natrium dan asam sulfat. Pada perkembangannya berbagai teknologi dikembangkan untuk memperoleh HCl murni seperti yang dilakukan beberapa ilmuwan dari Eropa pada abad pertengahan (masa revolusi idustri). HCl dapat digunakan dalam berbagai kegiatan industri seperti industri PVC, cairan pembersih, aditif makanan, produksi gelatin dan *poliurethane*.

HCl merupakan cairan yang bersifat korosif dan memiliki bau yang menyengat sedangkan untuk sifat fisika seperti titik leleh, titik didih dan massa jenis tergantung konsentrasinya. Pada tubuh manusia HCl diproduksi untuk menghancurkan makanan yang masuk ke usus. Tekanan uap HCl yang tinggi menyulitkan proses penyimpanan sehingga penggunaan HCl dibatasi pada konsentrasi tertentu. Produksi HCl biasanya dibatasi pada konsentrasi 38% dan penyalurannya ke *suplier* dilakukan pada konsentrasi maksimum 34%. Asam klorida merupakan asam monoprotik yang berarti asam klorida dapat berdisosiasi melepas satu H⁺, selanjutnya H⁺ bergabung dengan molekul air membentuk ion hidronium dan Cl⁻. Adanya Cl⁻ membuat asam klorida dapat membentuk garam. Pada proses hidrolisis, asam klorida digunakan pada netralisasi sabun untuk memisahkan produk dengan garam.

2.3 Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat

Pembuatan asam 12-hidroksistearat diawali dengan hidrogenasi *castor oil* menjadi HCO (*Hydrogenated Castor Oil*) dilanjutkan dengan hidrolisis HCO menjadi asam 12-hidroksistearat. Tahapan proses pembuatan asam 12-hidroksistearat seperti penjelasan berikut ini.

2.3.1 Hidrogenasi Minyak Jarak

Hidrogenasi adalah proses penambahan hidrogen pada ikatan rangkap dari rantai atom karbon minyak atau asam lemak sehingga mengurangi tingkat ketidakjenuhan minyak atau asam lemak tersebut. Tujuan dilakukannya hidrogenasi untuk memperbaiki sifat dari asam lemak seperti titik lebur, stabilitas oksidasi, warna dan mengubah lemak cair menjadi padatan plastis. Ada dua reaksi yang terjadi dalam hidrogenasi, yaitu adisi hidrogen pada ikatan rangkap antara dua atom karbon dan pemisahan atom karbon dengan molekulnya yang disebut hidrogenolisis.

Hidrogenasi minyak jarak menghasilkan *Hydrogenated Castor Oil* (HCO) yang mengandung gliserida asam 12-hidroksistearat dan asam stearat. Asam stearat dapat terbentuk karena adanya reaksi dehidrasi dan reduksi gugus hidroksil dalam proses hidrogenasi. Perbandingan antara gliserida asam 12-hidroksistearat yang terbentuk, tergantung pada komposisi minyak dan kondisi proses (Maskaev et al., 2004). Hidrogenasi untuk memperoleh *Hydrogenated Castor Oil* dilakukan pada tekanan dan temperatur sedang agar tidak merusak gugus hidroksil pada minyak dimana gugus fungsi ini berperan penting dalam pembuatan *thickener* gemuk lumas. O'Brien (1998) menyebutkan beberapa variabel penting yang mempengaruhi terjadinya hidrogenasi adalah sebagai berikut:

- **Temperatur**

Seperti reaksi kimia lainnya, kenaikan temperatur hidrogenasi akan mempercepat laju reaksi. Peningkatan temperatur mengurangi kelarutan gas hidrogen dalam asam, sementara laju reaksi meningkat. Hal ini menyebabkan jumlah

hidrogen yang diserap oleh katalis meningkat. Meningkatnya jumlah hidrogen yang diserap katalis ini akan meningkatkan selektivitas pembentukan isomer. Penurunan satu nilai iodin mampu meningkatkan temperatur reaksi hingga batas optimum $1.6\text{--}1.7^{\circ}\text{C}$ ($2.9\text{--}30^{\circ}\text{C}$). Kenaikan temperatur akan menaikkan laju reaksi hingga batas optimum tertentu. Pada titik ini, pendinginan diperlukan agar proses hidrogenasi dapat terus berlangsung. Suhu optimum hidrogenasi bervariasi untuk setiap produk, untuk minyak dan asam lemak suhu maksimum berkisar antara $230\text{--}260^{\circ}\text{C}$ ($450\text{--}500^{\circ}\text{F}$).

- **Tekanan**

Kebanyakan lemak (*edible fat*) dan minyak terbentuk pada tekanan hidrogenasi dengan range $0.8\text{--}4$ atm. Pada tekanan yang rendah, gas hidrogen yang terlarut dalam minyak tidak menutupi permukaan katalis, hidrogen yang diserap katalis sedikit sedangkan pada tekanan yang lebih tinggi gas hidrogen yang diserap lebih banyak sehingga laju reaksi meningkat.

- **Pengadukan**

Fungsi utama dari pengadukan adalah untuk mensuplai hidrogen terlarut ke permukaan katalis. Pendistribusian masa reaksi dilakukan dengan pengadukan supaya distribusi pemanasan dan pendinginan suhu dapat dikontrol. Sehingga suspensi katalis kedalam lemak dan minyak menjadi seragam. Agitasi memberikan dampak yang signifikan terhadap selektivitas dan isomerisasi. Suplai katalis dan hidrogen selama pengadukan akan menurunkan selektivitas dan isomerisasi sehingga laju reaksi meningkat.

- **Jumlah Katalis**

Laju hidrogenasi akan meningkat seiring meningkatnya konsentrasi katalis hingga titik tertentu, disebabkan kenaikan aktifitas permukaan katalis. Permukaan katalis menyerap cepat hidrogen, hingga batas tertentu. Baik selektivitas dan pembentukan isomer trans meningkat dengan kenaikan tingkat katalis.

- **Pemilihan Katalis**

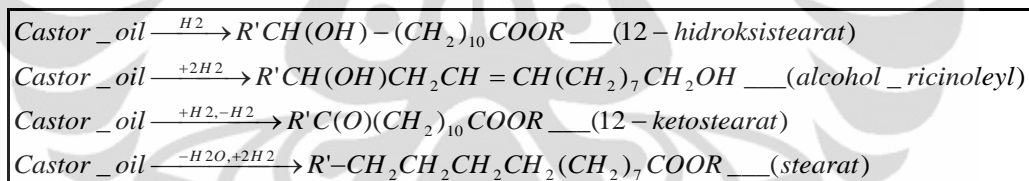
Pemilihan katalis yang tepat membantu proses hidrogenasi dan berpengaruh kuat pada laju reaksi, selektivitas dan geometrik isomer lemak dan minyak. Katalis

terdiri dari katalis homogen dan heterogen. Katalis homogen biasanya berupa cairan dan digunakan untuk enzim. Sedangkan katalis heterogen berbentuk logam bubuk yang diabsorpsikan pada suatu inert yang digunakan sebagai katalis hidrogenasi. Logam yang dipilih tergantung pada senyawa yang akan direduksi.

- **Racun katalis**

Racun katalis memberikan pengaruh yang signifikan terhadap produk. Racun yang terbawa bersama umpan secara efektif mengurangi konsentrasi katalis, dapat menurunkan selektivitas, laju reaksi dan isomerisasi.

Proses hidrogenasi minyak jarak dapat menghasilkan empat macam senyawa turunan, salah satunya adalah asam 12-hidroksistearat. Hidrogenasi juga dapat menghasilkan alkohol berlemak bila hidrogenasi dilakukan pada tekanan yang tinggi atau disertai dengan reduksi sodium (Tim Studi LPPM-ITB.,2003). Produk minyak jarak yang dapat dihasilkan dari proses hidrogenasi, seperti diperlihatkan pada gambar 2.5 dibawah ini.



Sumber:Tim Studi LPPM-ITB (2003)

Gambar 2.5 Reaksi hidrogenasi minyak jarak dan produknya

Proses hidrogenasi asam lemak biasanya dilakukan dalam reaktor *batch*. Reaktor *batch* yang biasanya digunakan berupa bejana tekan atau disebut juga *autoclave*. Sistem *batch* sangat fleksibel untuk digunakan pada berbagai jenis umpan asam lemak. Pengoperasiannya yang hanya berlangsung pada waktu tertentu memudahkan untuk mengontrol mutu produk yang dihasilkan, sehingga kegagalan yang terjadi dalam proses lebih mudah diatasi. Reaktor *batch* biasanya berupa sebuah konverter yang dilengkapi dengan pengaduk, heater, kumparan pendingin, jalan masuk hidrogen, pipa dan pompa untuk sirkulasi umpan masuk dan keluaran produk

hidrogenasi yaitu *hydrogenated castor oil*. *Hydrogenated Castor Oil* yang dihasilkan selanjutnya dihidrolisis untuk mendapatkan produk asam 12-hidroksistearat.

2.3.2 Hidrolisis *Hydrogenated Castor Oil*

Minyak jarak terhidrogenasi (*Hydrogenated Castor Oil/HCO*) adalah minyak jarak yang telah mengalami proses pengerasan (*hardening*) secara kimia (Tim Studi LPPM-ITB, 2003). Proses *hardening* ini dilakukan melalui hidrolisis *hydrogenated castor oil*. Proses hidrolisis *hydrogenated castor oil* menjadi asam 12-hidroksistearat terdiri atas dua tahapan yaitu proses saponifikasi dan netralisasi.

2.3.2.1 Saponifikasi

Hydrogenated castor oil yang dihasilkan dari proses hidrogenasi kemudian disabunkan dengan larutan basa NaOH atau KOH. NaOH sering dijadikan pilihan karena memiliki daya larut yang baik. Tujuan dilakukannya saponifikasi ini adalah untuk memutuskan ikatan gliserida asam sehingga akan dihasilkan sabun dari asam dan produk samping berupa gliserol. Saponifikasi dilakukan melalui pemanasan pada tekanan atmosferik dan temperatur tertentu. Menurut Ramadhan (2010), beberapa faktor yang mempengaruhi reaksi hidrolisis minyak dalam larutan basa adalah:

1. Konsentrasi larutan basa yang digunakan

Konsentrasi larutan yang digunakan dihitung berdasarkan stoikiometri reaksi, dimana larutan basa yang ditambahkan harus sedikit berlebih agar proses saponifikasi berjalan sempurna. Penggunaan larutan basa yang terlalu pekat akan menyebabkan terpecahnya emulsi pada larutan sehingga fase yang terjadi tidak homogen. Penggunaan larutan basa yang terlalu encer akan menyebabkan reaksi berlangsung dalam waktu yang lebih lama.

2. Temperatur

Persamaan Arrhenius, kenaikan suhu akan meningkatkan kecepatan reaksi (persamaan 2.1)

$$k = Ae^{-E/R} \quad (2.1)$$

dengan: k = konstanta laju reaksi

A_e = faktor frekuensi dari reaksi

E = energi aktivasi

R = konstanta universal gas

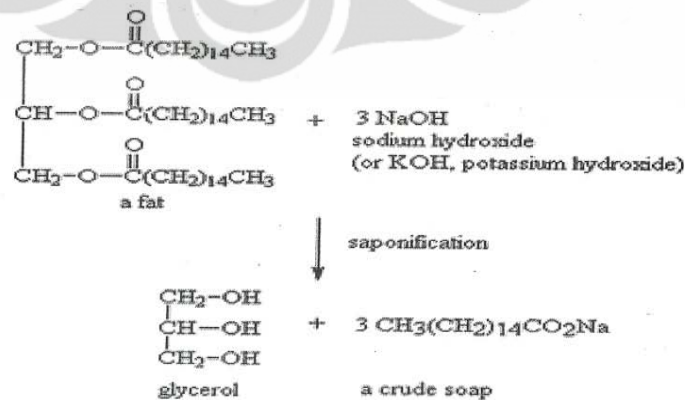
Akan tetapi, temperatur yang terlalu tinggi dapat mengakibatkan minyak teroksidasi. Jadi pada kisaran temperatur tertentu, kenaikan temperatur akan mempercepat reaksi sehingga konversi meningkat pada waktu yang lebih cepat. Jika kenaikan temperatur melebihi temperatur optimum, konversi akan mengalami penurunan.

3. Pengadukan

Pengadukan dilakukan untuk memperbesar probabilitas tumbukan molekul-molekul reaktan yang bereaksi. Semakin besar tumbukan yang terjadi antar molekul reaktan, kemungkinan reaksi yang terjadipun semakin besar. Hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius dimana konstanta kecepatan reaksi k akan semakin besar dengan semakin seringnya tumbukan terjadi (faktor frekuensi reaksi/ A_e).

4. Waktu

Semakin lama waktu reaksi, semakin banyak minyak yang dapat terhidrolisis. Akan tetapi, jika reaksi telah mencapai kondisi setimbangnya, maka penambahan waktu tidak akan meningkatkan jumlah minyak yang tersabuni.



Gambar 2.6 Mekanisme reaksi saponifikasi

2.3.2.2 Netralisasi

Sabun yang diperoleh dari proses saponifikasi sebagian besar berupa Na-12-Hidroksistearat (Tim Studi LPPM-ITB, 2003). Sabun ini kemudian dinetralisasi dengan HCl untuk mendapatkan asam 12-hidroksistearat. Larutan garam yang terbentuk pada proses netralisasi dipisahkan dengan *decanter*. Reaksi netralisasi dilakukan pada tekanan atmosferik dan temperatur yang sama dengan saponifikasi.

2.4 *State Of The Art*

Kurangnya literatur terkini tentang proses pembuatan asam 12-hidroksistearat dengan hidrogenasi pada tekanan atmosferik dan temperatur rendah, tidak menghalangi untuk melakukan penelitian ini. Beberapa penelitian telah dilakukan dengan berbagai tujuan. Beberapa literatur dari penelitian yang pernah dilakukan seperti dijelaskan dibawah ini.

2.4.1 Hidrogenasi Minyak Jarak Pada Tekanan Atmosferik Dengan Variasi Temperatur (Studies on Castor Oil II. Hydrogenation of Castor Oil)

Penelitian yang dilakukan oleh B.Sreenivasan et al (1956) adalah hidrogenasi asam risinoleat menjadi asam 12- hidroksistearat pada tekanan atmosferik dengan variasi temperatur, persen katalis *raney nikel*, *dry reduced nikel*, katalis nikel 1% dan variasi waktu 4-8 jam dengan perbedaan rentang waktu selama 2 jam. Variasi temperatur dilakukan pada temperatur 80-220⁰C dengan rentang temperatur sebesar 20⁰C. Uji karakteristik yang dilakukan meliputi uji bilangan iod, hidroksil dan titik lebur.

Tabel 2.9 Hidrogenasi minyak jarak pada tekanan atmosferik dengan variasi temperatur

Expt No.	Temp. °C	Time Hours	Iodine Value	Hydroxyl Value	Melting Point °C
			Wijs 30-33 °C		
1	160	4	72.6	155.6	46.5
		6	67.6	155.6	55.6
		8	62.5	155.6	63
2	180	4	69.4	151.1	51.5
		6	64.2	142.8	55.5
		8	57.9	137.5	63.5
3	200	4	67.2	146.7	52
		6	58.2	136.6	58.5
		8	50.4	131.2	68
4	220	4	58	127.6	52
		6	48.5	111.9	59.5
		8	38.8	104	62
Catalyst—Raney Nickel 1.0%					
5	80	8	68	162.7	-
6	100	8	67.3	154.5	-
7	140	4	55.7	142.7	61.5
		6	41.3	130.4	71
8	160	8	27.2	126	78
		4	38.3	127.6	74
		6	20.8	117.1	78
9	180	8	13.3	117.2	78.5
		2	52.5	122.5	58
		4	24.7	106.5	75.5
10	200	6	12	101.2	70.5
		8	8.5	97.1	68.5
		2	50.4	103.1	56.5
11	220	4	18.2	78.2	67.5
		6	10	68.3	67
		8	7	65.2	65
12	240	2	44.6	77.8	58
		4	14	55.1	55.7
		6	12.4	40.3	52
13	140	8	10.6	36.2	52
		4	65.3	89.5	37
		6	56.6	58.6	39.5
14	180	8	50.3	32.5	40.5
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
15	220	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
16	240	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
17	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
18	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
19	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
20	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
21	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
22	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
23	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
24	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
25	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
26	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
27	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
28	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
29	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
30	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
31	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
32	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
33	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
34	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
35	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
36	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
37	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
38	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
39	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
40	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
41	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
42	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
43	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
44	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
45	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
46	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
47	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56
48	180	8	33.7	97.2	66
		4	17.9	64.1	64.5
		6	5.7	62	65
49	220	8	4.8	59.8	65
		4	65.6	69	57
		6	39.3	44.5	65
50	260	8	22.5	34.6	67
		4	60.7	130.7	61
		6	49.7	109.4	56

Sumber: Sreenivasan et al., 1956

Hasil penelitian pada penggunaan 0,1 % katalis *raney* nikel menunjukkan kondisi optimum hidrogenasi berada pada 160-220⁰C. Uji karakteristik, bilangan iod menunjukkan pemutusan ikatan yang signifikan dengan penurunan bilangan iod terhadap penambahan waktu. Uji bilangan hidroksil pada temperatur 160⁰C tidak terjadi pengurangan bilangan hidroksil. Pada uji titik lebur menunjukkan penambahan temperatur tidak memberikan kenaikan titik lebur pada lama waktu 8 jam. Reaksi hidrogenasi pada temperatur 160⁰C berjalan lambat karena jumlah katalis yang ditambahkan kecil.

Hasil penelitian pada penggunaan 0,1 % katalis *raney* nikel menunjukkan kondisi optimum hidrogenasi berada pada 200⁰C. Uji karakteristik, bilangan iod

menunjukkan pemutusan ikatan yang signifikan dengan penurunan bilangan iod terhadap penambahan waktu. Uji bilangan hidroksil pada temperatur 160°C tidak terjadi pengurangan bilangan hidroksil. Pengujian titik lebur menunjukkan penambahan temperatur tidak memberikan kenaikan titik lebur pada lama waktu 8 jam. Reaksi hidrogenasi pada jumlah katalis 0,1% berjalan lambat karena jumlah katalis yang ditambahkan kecil.

Pada penambahan 1% katalis nikel menunjukkan bahwa hidrogenasi dapat terjadi pada temperatur $140\text{-}220^{\circ}\text{C}$. Untuk temperatur 80°C dan 100°C hidrogenasi baru terjadi pada lama waktu hidrogenasi 8 jam dan tanpa ada perubahan titik lebur atau titik leburnya sama seperti titik lebur minyak jarak. Ini berarti pada temperatur 80°C dan 100°C hidrogenasi berlangsung lambat. Pada temperatur 240°C menunjukkan bahwa bilangan iod mengalami kenaikan dan titik lebur mengalami penurunan. Hal ini menunjukkan bahwa temperatur tinggi (diatas temperatur maksimum) dan tekanan rendah, asam lemak yang terbentuk adalah asam non-hidroksi.

Penggunaan 1% katalis nikel tereduksi hanya dapat digunakan untuk hidrogenasi pada temperatur 140°C , 160°C dan 180°C . Temperatur optimum hidrogenasi berada pada temperatur 160°C sedangkan pada temperatur 140°C dan 180°C yang terjadi adalah dehidrasi sehingga pembentukan asam non-hidroksi lebih dominan. Dari ketiga kondisi diatas dapat disimpulkan hasil yang diperoleh adalah:

1. Penggunaan katalis terbaik untuk hidrogenasi adalah pada penambahan 1% katalis *raney* nikel diperoleh kondisi optimum hidrogenasi pada temperatur 220°C .
2. Pada temperatur rendah (80°C dan 100°C) hidrogenasi berjalan lambat sehingga membutuhkan waktu yang panjang (8 jam) untuk mencapai kesetimbangan. Lambatnya proses hidrogenasi yang terjadi mengakibatkan titik lebur produk sama dengan titik lebur reaktan (tidak terjadi kenaikan titik lebur).
3. Pada temperatur diatas suhu maksimum (240°C) produk yang terbentuk adalah asam nonhidroksi.

4. Pembentukan asam non-hidroksi ditandai dengan nilai bilangan iod dan hidroksil yang tinggi dan penurunan titik lebur.

2.4.2 Hidrogenasi Minyak Jarak Pada Tekanan Rendah (Low Pressure Hydrogenation of Castor Oil)

Penelitian yang dilakukan oleh Trivedi et al (1988) merupakan hidrogenasi minyak jarak pada tekanan rendah dan temperatur rendah menggunakan katalis nikel. Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan produk *wax* (lilin) jenuh pada asam hidroksistearat dengan uji karakteristik bilangan iod, bilangan hidroksil dan *slip point*. Pada penelitian ini dilakukan juga perbandingan penggunaan *fresh catalyst* (0,5-0,8%) dan *recycle catalyst* dengan variasi waktu hidrogenasi 1-6 jam. Perbandingan konsentrasi antara *fresh catalyst* dan *recycle catalyst* yang digunakan adalah 0.6:0.2; 0.4:0.4 dan 0.2:0.6. Variasi temperatur dilakukan pada 125-200⁰C dan variasi tekanan hidrogen dilakukan pada range 1-5 kg/cm².

Adapun hasil yang diperoleh adalah:

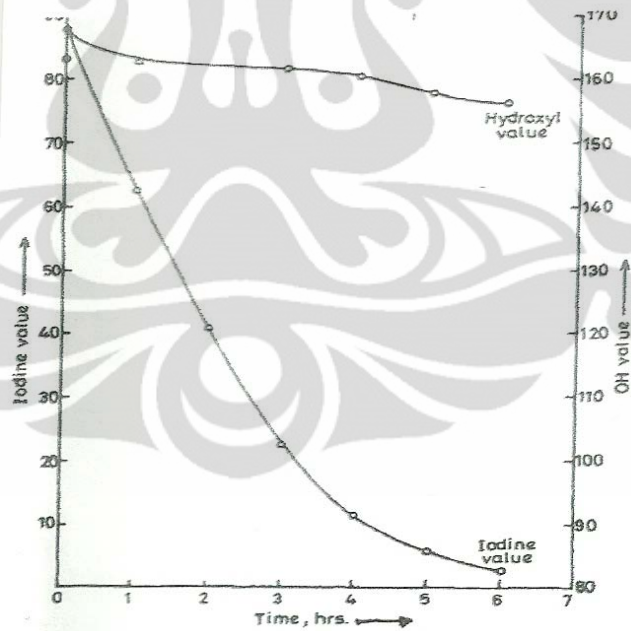
1. Percobaan awal dilakukan pada temperatur 200⁰C dengan variasi tekanan hidrogen dan diperoleh kondisi tekanan optimum berada pada 2 kg/cm². Pada tekanan diatas tekanan optimum proses dehidrasi yang terjadi lebih dominan sedangkan pada tekanan dibawah tekanan optimum hidrogenasi berlangsung lambat.
2. Percobaan dilanjutkan untuk mendapatkan temperatur optimum dengan menggunakan *fresh catalyst*. Pada temperatur 160⁰C kondisi optimum berada pada waktu 6 jam dan konsentrasi optimum 0,5% *fresh catalyst* dengan penurunan bilangan iod yang signifikan. Pada penambahan katalis yang berlebihan (0,8%) diatas suhu optimum tidak menyebabkan reaksi terjadi.
3. Kondisi optimum hidrogenasi dengan *fresh catalyst* diperoleh pada temperatur 130⁰C dan konsentrasi 0,8% *fresh catalyst* pada lama waktu hidrogenasi 5 jam. Uji karakteristik pada penambahan *fresh catalyst* 0,5% menunjukkan karakteristik produk yang baik hingga waktu 6 jam sedangkan untuk 0,8% *fresh catalyst* pada waktu 6 jam, terjadi proses dehidrasi.

4. Kondisi terbaik hidrogenasi diperoleh pada perbandingan antara *fresh catalyst* dan *recycled catalyst* sebesar 0.2:0.6.

Tabel 2.10 Hidrogenasi minyak jarak pada temperatur 130⁰C dan tekanan 2 kg/cm² menggunakan *Recycled Catalyst*

Run No	Catalyst concentration (% Ni fresh/used)	Reaction time (hr)	Iodine value	Hydroxyl value	Slip point (°C)
12	0.6/0.2	1	60.1	162.2	50-51
		2	35.8	159.7	72-73
		3	18.1	158.6	79-80
		4	7.4	157.2	82-83
		5	2.9	156.6	84-85
		5.5	2.2	156.6	85-86
13	0.4/0.4	1	62.1	163	49-50
		2	38.2	162.2	71-72
		3	19.8	160	78-79
		4	10.3	157.8	81-82
		5	4.7	156.2	83-84
		5.5	3.1	155.4	84
14	0.2/0.6	1	62.6	162.8	49-50
		2	40.7	-	70-71
		3	22.3	161.8	76-77
		4	11.2	160.2	81-82
		5	5.6	157.4	83-84
		6	2.8	156	84-85

Sumber: Trivedi et al., 1988



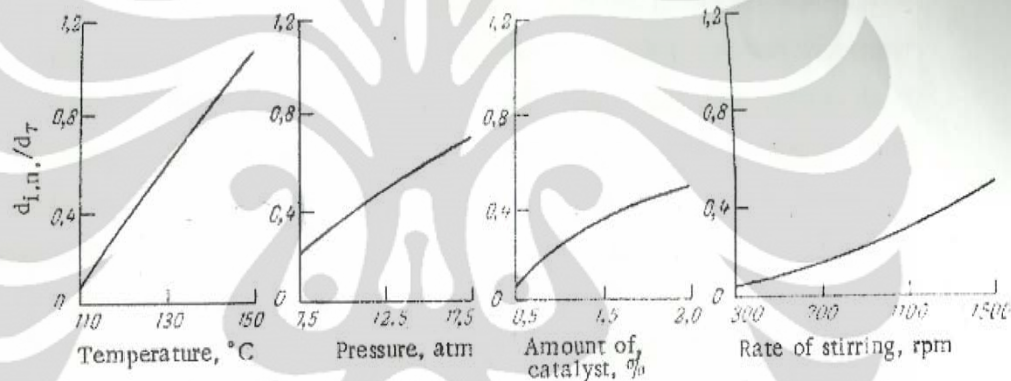
Sumber: Trivedi et al., 1988

Gambar 2.7 Kondisi optimum hidrogenasi minyak jarak

2.4.3 Hidrogenasi Minyak Jarak Pada Tekanan Tinggi dan Temperatur Rendah (Preparation of 12 Hydroxystearic Acid, The Raw Material For Plastic Grease).

Penelitian yang dilakukan oleh Maskaev et al (2004) ini dilakukan untuk melihat pengaruh tekanan, temperatur, konsentrasi katalis dan laju pengadukan pada hidrogenasi serta pengaruh lama waktu hidrogenasi terhadap produk yang dihasilkan. Adapun hasil yang diperoleh adalah:

1. Pengaruh tekanan, temperatur, konsentrasi katalis dan laju pengadukan pada hidrogenasi

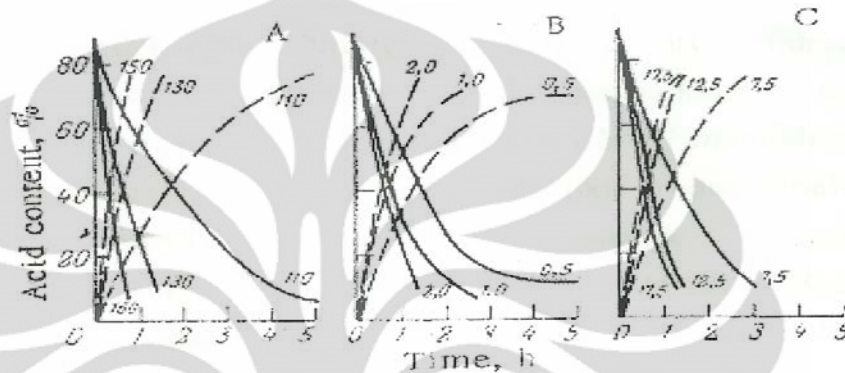


Sumber: Maskaev et al., 2004

Gambar 2.8 Pengaruh temperatur, tekanan, konsentrasi katalis dan laju pengadukan pada laju reaksi hidrogenasi

- Laju reaksi minyak jarak dilihat berdasarkan penurunan bilangan iod per-unit waktu. Dengan variabel yang tetap/konstan pada temperatur 130°C dengan jumlah katalis 2%, tekanan hidrogen sebesar 12,5 atm dan laju pengadukan 1500 rpm menghasilkan produk 8-12 mg $\text{I}_2/100$ gram.
- Kenaikan temperatur sebesar 40°C ($110-150^{\circ}\text{C}$) akan meningkatkan laju reaksi hingga 10 kali (bilangan iod terbaik adalah 10) per unit waktu ($d_{I_2.n}/d\tau$) tergantung pada parameter yang ditunjukkan oleh gambar 2.8.
- Temperatur optimum terjadi pada temperatur 130°C dimana terjadi peningkatan laju reaksi meningkat 2 kali dari tekanan 7,5 menjadi 12,5 atm.

- Peningkatan jumlah katalis dari 0,5-2% menaikkan laju reaksi hidrogenasi dengan lama waktu konstan pada empat jam.
2. Pengaruh temperatur (A), konsentrasi katalis(B) dan tekanan terhadap perubahan asam risinoleat dan kandungan asam 12-hidroksistearat.



Keterangan:

Garis tebal: asam risinoleat

Garis putus-putus: asam 12-hidroksistearat

Sumber: Maskaev et al.,2004

Gambar 2.9 Pengaruh temperatur(A), konsentrasi katalis(B), tekanan(C) terhadap perubahan asam risinoleat dan kandungan asam 12-hidroksistearat pada *Hydrogenated Castor Oil* dengan bilangan iod 10

- Komposisi asam lemak pada produk hidrogenasi menunjukkan bahwa laju perubahan asam risinoleat menjadi asam 12-hidroksistearat mengikuti kaidah yang sama dengan laju penurunan bilangan iod. Konsumsi asam risinoleat dan akumulasi produk asam 12-hidroksistearat meningkat dengan kenaikan temperatur, konsentrasi katalis dan tekanan hidrogen.
- Pada temperatur 110⁰C dan konsentrasi katalis 0,5% proses perubahan asam risinoleat menjadi asam 12-hidroksistearat berlangsung lambat. Proses yang lambat mendorong terbentuknya reaksi samping. Sebagai akibatnya, jumlah kandungan asam hidroksi berkurang dari 85,5% menjadi 79,6%, konversi turun menjadi 92%. Pengurangan asam hidroksi yang terbentuk, meningkatkan jumlah

asam non-hidroksi dari 14,5%-20,4%. Sehingga 6% asam 12-hidroksistearat hilang karena terbentuknya asam stearat.

- Kenaikan temperatur menjadi 150°C dan tekanan pada tekanan 17,5 atm tidak hanya mempercepat reaksi tetapi juga reaksi samping. Produk asam 12-hidroksistearat yang terbentuk adalah 94-96% dan sisanya produk samping sebesar 4-6%.

Tabel 2.11 Hasil Hidrogenasi Minyak jarak

Hydrogenation conditions				Iodine number, g of I ₂ /100 g	Hydroxy-acid content, %			Degree of trans-formation of ricinoleic acid used into 12-hydroxy-stearic acid, %	Content of acids not containing the hydroxy group, %				
temp., °C	amount of catalyst, %	pressure, atm	time, min		total	ricinoleic	12-hydroxy-stearic		total	oleic	linoleic	stearic	palmitic and arachic
Initial castor oil.													
—	—	—	—	84,3	85,5	85,5	0	—	14,5	4,7	5,8*	2,1	2,0
Castor oil hydrogenation products													
110	2,0	12,5	300	8,1	82,1	6,0	76,1	95,2	17,9	3,2	0,2	12,4	2,1
130	2,0	12,5	85	10,0	84,4	9,0	75,4	98,5	15,6	3,9	0,0	9,2	2,0
150	2,0	12,5	40	11,4	81,1	7,8	73,3	94,3	18,9	5,3	0,3	11,3	2,0
130	0,5	12,5	300	13,9	79,6	10,7	68,9	92,0	20,4	5,5	0,3	12,5	2,1
130	1,0	12,5	160	9,5	81,4	6,8	74,6	94,7	18,6	4,5	0,1	11,7	2,3
130	2,0	12,5	85	10,0	84,4	9,0	75,4	98,5	15,6	3,9	0,0	9,2	2,0
130	2,0	7,5	180	10,5	83,4	8,7	74,7	97,3	16,6	3,8	0,1	10,7	2,0
130	2,0	12,5	85	10,0	84,4	9,0	75,4	98,5	15,6	3,9	0,0	9,2	2,0
130	2,0	17,5	80	8,5	82,5	9,1	73,2	95,8	17,5	2,2	0,0	13,2	2,1
130	2,0	12,5	60	22,3	84,3	21,0	63,3	98,2	15,7	5,0	0,5	8,3	1,9
130	2,0	12,5	120	5,8	83,1	5,5	77,6	97,0	16,9	1,5	0,0	13,4	2,0
130	2,0	12,5	180	2,2	79,0	1,8	77,3	92,3	21,0	1,4	0,3	17,1	2,1

Sumber: Maskaeve et al.,2004

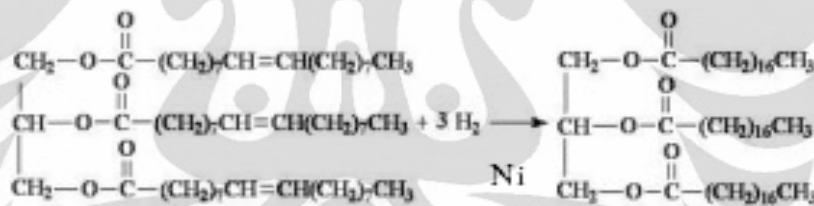
2.5 Ringkasan State of The Art

Penelitian yang dilakukan oleh Sreenivasan et al (1957) membuktikan bahwa hidrogenasi minyak jarak dapat dilakukan pada kondisi tekanan atmosferik dengan konsentrasi 1% katalis nikel. Penggunaan katalis dibawah konsentrasi 1% membuat proses hidrogenasi berlangsung lambat begitu juga yang terjadi pada temperatur 80-100°C. Pada temperatur 80-100°C terjadi penurunan bilangan iod dan hidroksil namun tidak terjadi kenaikan titik lebur produk. Temperatur optimum pada penelitian ini berada pada temperatur 140-220°C untuk dapat terjadinya hidrogenasi.

Pada penelitian Trivedi et al(1988) menyebutkan bahwa hidrogenasi dapat dilakukan dengan tekanan ($2\text{kg/cm}^2=2,03325\text{ atm}$) dan temperatur rendah (130°C)

dengan penambahan katalis sebesar 0,8%. Temperatur rendah (130°C) ternyata juga dapat digunakan pada hidrogenasi dengan tekanan tinggi (7-12,5atm) seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Maskaev et al (2004). Atas dasar ketiga hal diatas maka, pada penelitian ini kondisi operasi yang dipilih untuk hidrogenasi adalah pada tekanan atmosfer dan temperatur 130°C dengan konsentrasi katalis 1%.

Pemilihan kondisi untuk tekanan hidrogenasi digunakan tekanan atmosferik didasarkan atas berbahayanya proses yang melibatkan gas hidrogen disebabkan hidrogen bersifat labil dan sangat mudah terbakar oleh oksidator/sumber api. Pemilihan konsentrasi katalis didasarkan pada penelitian Sreenivasan et al yang menyebutkan bahwa konsentrasi 1% sebagai konsentrasi terbaik untuk hidrogenasi pada tekanan rendah. Untuk pemilihan temperatur digunakan temperatur 130°C dikarenakan pada penelitian Trivedi et al dan Maskaev et al temperatur ini merupakan temperatur terbaik untuk proses hidrogenasi pada temperatur rendah.



Gambar 2.10 Mekanisme Hidrogenasi

Berdasarkan kondisi yang sudah dipilih, dapat dihitung entalpi reaksi hidrogenasi dengan persamaan 2.1

$$\Delta H = C_p \cdot \Delta T \quad (2.2)$$

Dengan:

$$C_p \text{ minyak jarak} = 1,8 \text{ kJ/kg.K}$$

$$\Delta T = 130^{\circ}\text{C} \text{ (403 K)}$$

$$P = \text{konstan}$$

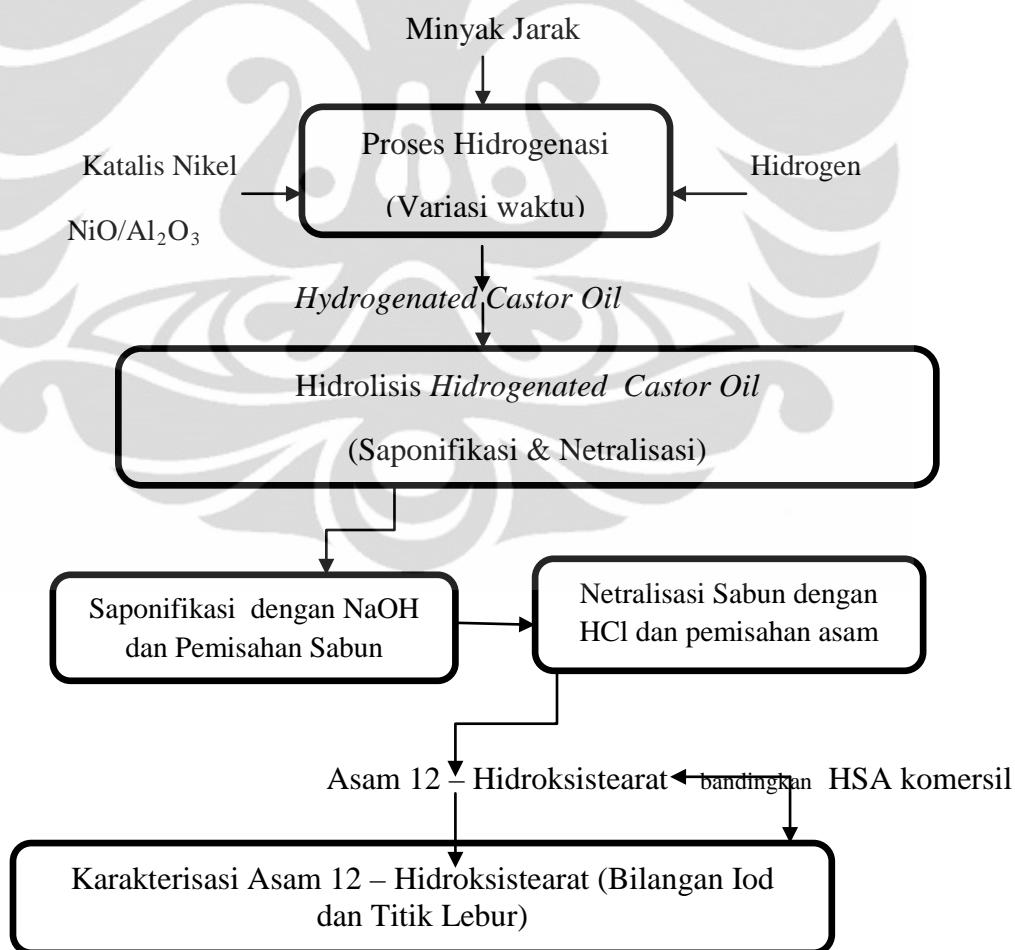
Sehingga :

$$\Delta H \text{ reaksi} = 725,4 \text{ kJ (reaksi endoterm)}$$

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Dasar Proses dan Operasi, dan Laboratorium Dasar Proses Kimia Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia. Pada penelitian ini, pembuatan asam 12-hidroksistearat meliputi dua tahap yaitu hidrogenasi *castor oil* yang menghasilkan *Hydrogenated Castor Oil* (HCO) dan hidrolisis HCO menjadi asam 12-hidroksistearat. Adapun diagram alir penelitian seperti disajikan pada gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

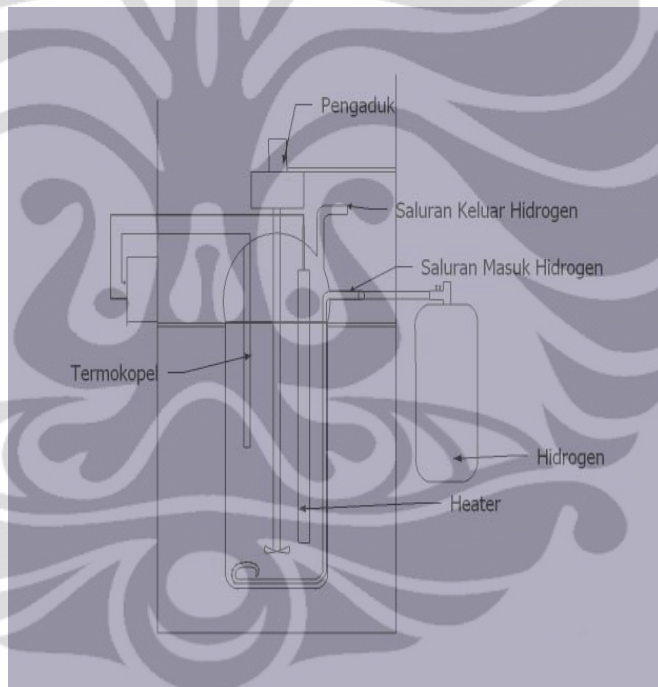
3.2 Peralatan dan Bahan

3.2.1 Peralatan

Pada penelitian ini, peralatan yang digunakan adalah sebagai berikut:

1. Peralatan yang digunakan untuk hidrogenasi

Skema peralatan yang digunakan untuk hidrogenasi minyak jarak dapat dilihat pada gambar 3.2. Peralatan yang digunakan terdiri dari reaktor kaca dari bahan pirex yang dilengkapi dengan batang pengaduk, *heater*, termokopel, saluran masuk hidrogen dan saluran keluar hidrogen.



Gambar 3.2 Reaktor hidrogenasi

2. Peralatan yang digunakan untuk hidrolisis (saponifikasi dan netralisasi)

Proses hidrolisis terdiri atas dua tahap yaitu saponifikasi dan netralisasi. Adapun peralatan yang digunakan pada kedua tahap tersebut adalah sebagai berikut:

- a. Hot Plate
- b. Magnetic Stirrer
- c. Beaker Glass 500 ml

3. Peralatan yang digunakan untuk analisis

Analisis yang dilakukan terdiri dari analisis bilangan iod dan titik lebur.

Adapun peralatan yang digunakan untuk kedua analisis tersebut seperti dibawah ini.

a. Peralatan analisis bilangan iod:

- Erlenmeyer 250 ml
- Buret

b. Peralatan yang digunakan untuk analisis titik lebur adalah Elektrothermal 9200, seperti yang ditunjukkan gambar 3.3



Gambar 3.3. Instrument analisis titik lebur

4. Peralatan lainnya seperti spatula besi, kaca arloji, botol sampel, gelas ukur 10 ml dan *beaker glass* 250 ml.

3.2.2 Bahan–bahan

Pada penelitian ini bahan – bahan yang digunakan adalah sebagai berikut:

1. Bahan – bahan yang digunakan untuk hidrogenasi adalah:

- a. Castor Oil
- b. Gas hidrogen
- c. Katalis nikel (BASF G – 1 -25/NiO/Al₂O₃)

2. Bahan–bahan yang digunakan untuk hidrolisis (saponifikasi dan netralisasi) adalah:

- a. Untuk saponifikasi bahan – bahan yang digunakan adalah *Hydrogenated Castor Oil* (HCO), NaOH teknis dan aquadest

- b. Untuk netralisasi bahan – bahan yang digunakan adalah sabun yang terbentuk dari proses saponifikasi dan HCl.
3. Bahan–bahan yang digunakan untuk analisis adalah sebagai berikut
 - a. Untuk analisis bilangan iod, bahan – bahan yang digunakan adalah:
 - Produk Asam 12-Hidroksistearat
 - Kloroform
 - Reagen Wijs
 - Larutan Kalium Iodida
 - Aquadest
 - Larutan Natrium Tiosulfat
 - Larutan Kanji
 - b. Untuk analisis titik lebur, bahan yang digunakan adalah produk asam 12–hidroksistearat.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Hidrogenasi Minyak Jarak

Proses hidrogenasi dilakukan pada temperatur 130⁰C dengan tekanan atmosfer. Waktu hidrogenasi divariasikan dari 1–5 jam. Adapun prosedur kerjanya sebagai berikut:

1. Minyak jarak sebanyak 150 ml dimasukkan ke dalam reaktor
2. Katalis dimasukkan ke dalam reaktor yang berisi minyak jarak sebanyak 1% dari berat minyak jarak.
3. Hidrogen diumpankan ke dalam reaktor selama 3 menit dan diaduk.
4. Setelah waktu hidrogenasi tercapai, HCO (*Hydrogenated Castor Oil*) yang di peroleh di hidrolisis menggunakan larutan NaOH

3.3.2 Hidrolisis *Hydrogenated Castor Oil* (Saponifikasi dan Netralisasi)

Hidrolisis terbagi ke dalam dua tahap yaitu saponifikasi *Hydrogenated Castor Oil* (HCO) dan netralisasi sabun yang terbentuk dari proses saponifikasi. Basa yang digunakan untuk saponifikasi adalah larutan NaOH 6,515 M yang di buat dengan

perbandingan 3:1 antara larutan NaOH dengan *castor oil*. Sedangkan untuk proses netralisasi digunakan HCl. Adapun prosedur hidrolisis seperti dijelaskan dibawah ini.

3.3.2.1 Saponifikasi *Hydrogenated Castor Oil*

1. Masukkan *Hydrogenated Castor Oil* (HCO) ke dalam *beaker glass* 500 ml
2. Larutan NaOH ditambahkan ke dalam *beaker glass*.
3. Dipanaskan di atas *hot plate* pada temperatur 70°C
4. Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama setengah jam hingga sabun terbentuk.
5. Dipisahkan sabun yang terbentuk dengan gliserol dan air menggunakan spatula besi.

3.3.2.2 Netralisasi Sabun

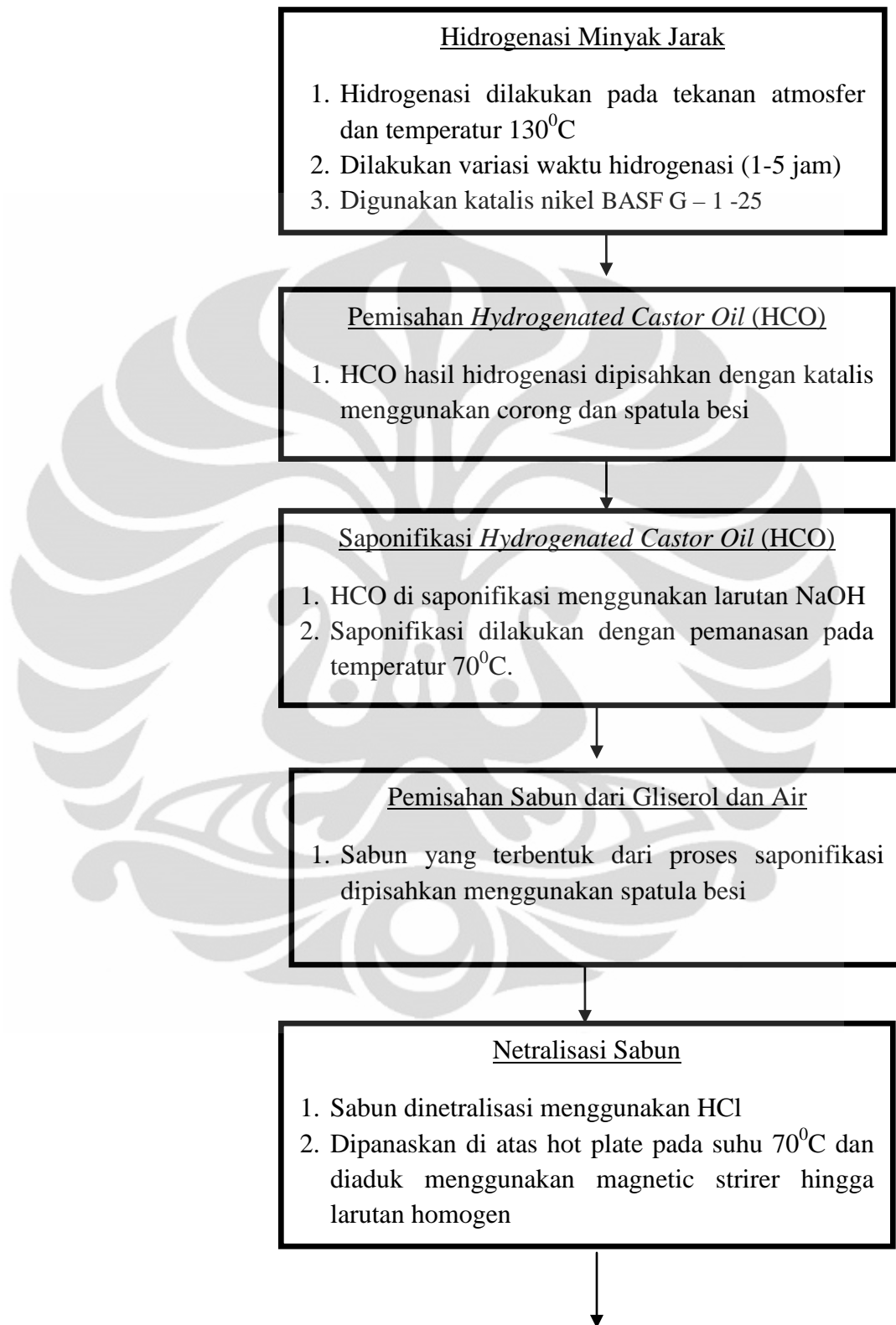
1. Dimasukkan sabun hasil saponifikasi ke dalam *beaker glass* 500 ml
2. HCl ditambahkan ke dalam *beaker glass*
3. Dipanaskan menggunakan *hot plate* pada temperatur 70°C
4. Digunakan *magnetic stirrer* untuk mengaduk campuran hingga homogen selama satu jam.
5. Setelah homogen, larutan didiamkan selama sehari hingga terbentuk padatan.

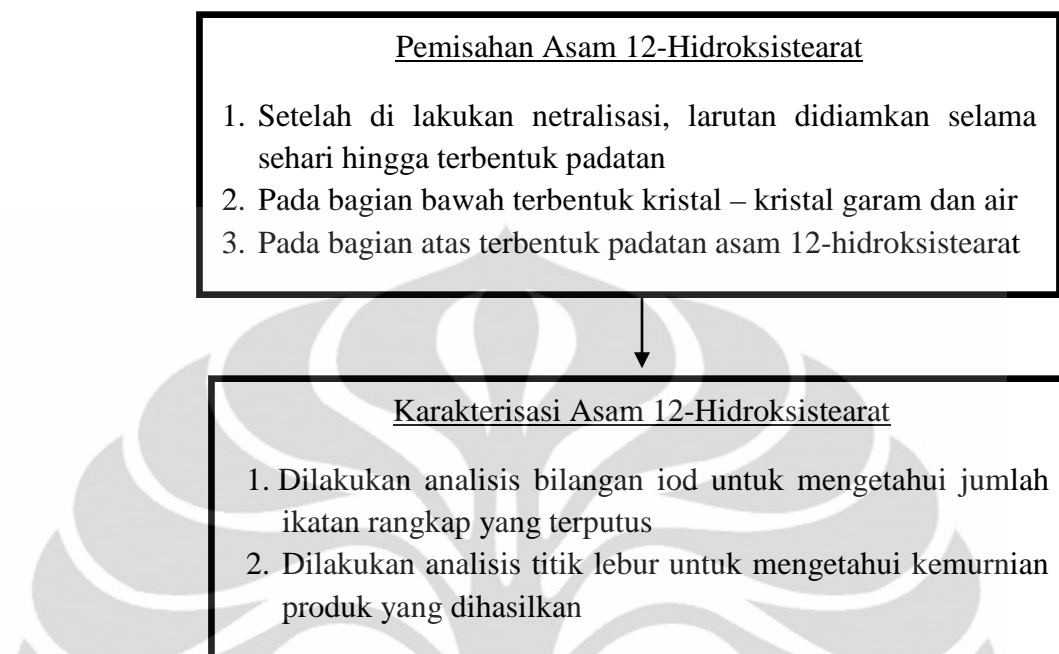
3.3.3 Rancangan Percobaan

Pada rancangan percobaan ini yang menjadi variabel bebas, terikat dan terkontrol adalah:

- Variabel bebas : variasi waktu hidrogenasi (1-5 jam)
- Variabel terikat : temperatur hidrogenasi (130°C) dan hidrolisis (70°)
tekanan operasi : atmosferik
tekanan regulator hidrogen: 15 psi
- Variabel kontrol : temperatur hidrogenasi dan hidrolisis

Adapun skema rancangan percobaan pada penelitian ini seperti ditunjukkan pada gambar 3.4 berikut.





Gambar 3.4 Skema Rancangan Percobaan

3.4. Karakterisasi Asam 12–Hidroksistearat

Karakterisasi asam 12-hidroksistearat dilakukan untuk mengetahui benar atau tidak produk yang dihasilkan adalah asam 12-hidroksistearat. Pada penelitian ini, karakterisasi dibatasi pada analisis bilangan iod dan titik lebur produk. Kemudian dibandingkan karakterisasinya dengan asam 12-hidroksistearat komersil.

3.4.1 Analisis Bilangan Iodin

1. Masukkan 0,8 g asam 12-hidroksistearat ke dalam gelas Erlenmeyer 250 ml
2. Ditambahkan 10 ml kloroform ke dalamnya, dan dikocok hingga larut
3. Ditambahkan 15 ml reagen Wijs
4. Didiamkan di tempat yang gelap selama 120 menit
5. Setelah 120 menit ditambahkan Kalium Iodida (KI) dan kocok hingga larut
6. Ditambahkan 100 ml aquadest
7. Dititrasi dengan larutan Natrium Tiosulfat
8. Saat hampir mencapai titik akhir titrasi ditambahkan indikator kanji

9. Dititrasi kembali dengan Natrium Tiosulfat hingga larutan tak berwarna dan sambil dikocok untuk menghilangkan sisa – sisa reagen yang tidak larut.
10. Buret dibaca hingga dua decimal di belakang koma
11. Dihitung bilangan iodin dengan persamaan berikut 3.1, yaitu:

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{(B-A) \times N \times 12,69}{W} \quad (3.1)$$

dengan :

12,69 = tetapan iod

N = normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,1N

B = volume larutan standar natrium tiosulfat (ml) untuk blanko

A = volume larutan standar natrium tiosulfat (ml) untuk sampel

W = berat sampel (gr)

3.4.2 Analisis Titik Lebur

Analisis titik lebur dilakukan menggunakan alat instrument Elektrotermal 9200. Adapun prosedur analisis titik lebur seperti di bawah ini :

1. Tekan tombol on pada portable konektor yang telah tersambung ke instrument Elektrotermal 9200
2. Pada layar Elektrotermal 9200 akan muncul angka 9999–0000
3. Setelah angka 0000 muncul, set point temperatur yang diinginkan dengan menekan tombol enter dan clear lalu masukkan set poin.
4. Setelah set point dimasukkan tekan tombol enter
5. Sampel dimasukkan ke dalam tube kapiler dari *pirex* yang berada di tempat pengujian di belakang layar monitor instrument. Sampel yang dimasukkan tidak lebih dari 3 mm. Tube kapiler yang dimasukkan harus tetap berjumlah tiga walaupun sampel yang digunakan hanya satu.
6. Tekan tombol “Goto”, maka tiga lampu akan menyala. Lalu tekan tombol recall, set point akan muncul di layar dan tombol “Goto” akan menyala, analisis dapat mulai dilakukan
7. Amati dan catat, waktu sampel mulai meleleh.

3.5 Pengolahan Data

Data yang diambil pada penelitian ini meliputi analisis bilangan iod dan titik lebur dari produk asam 12-hidroksistearat yang dihasilkan terhadap lama waktu hidrogenasi, seperti ditunjukkan pada tabel 3.1.

Tabel 3.1 Data Pengamatan

Sampel	Bilangan Iod (gr I ₂ /gr sampel)	Titik Lebur (°C)
Jam ke - 0		
Jam ke - 1		
Jam ke - 2		
Jam ke - 3		
Jam ke - 4		
Jam ke - 5		
Produk Komersil		

Produk yang dihasilkan dari penelitian, dibandingkan dengan produk komersil untuk melihat kemurnian produk yang dihasilkan dari penelitian. Kemurnian produk ini dapat dihitung menggunakan persamaan 3.2.

$$\% \text{kemurnian produk} = \frac{\text{pembanding-produk}}{\text{pembanding-reaktan}} \quad (3.2)$$

Untuk grafik yang dapat di plotkan adalah:

- Sampel dengan analisis karakterisasinya
- Produk dengan persen kemurnian produk

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Asam 12-Hidroksistearat

Selama ini kebanyakan hidrogenasi dilakukan didalam bejana tertutup dari *stainless steel*, tanpa diketahui seperti apa proses kelarutan hidrogen ke dalam reaktan. Untuk itu pada penelitian ini proses hidrogenasi dilakukan didalam reaktor kaca dengan tujuan untuk mengetahui seperti apa proses hidrogenasi tersebut berlangsung. Pada proses hidrogenasi, hidrogen masuk melalui saluran masuknya dan dilarutkan ke dalam minyak dengan batang pengaduk agar hidrogen bereaksi dengan katalis. Gelembung – gelembung hidrogen bertabrakan dengan katalis dan menempel pada katalis. Manihuruk (2009) menyebutkan bahwa katalis meng-adsorpsi reaktan yang menempel diatasnya, menyerap dan kemudian mendifusikannya ke dalam cairan (dalam hal ini adalah minyak jarak).

Tampilan fisik minyak jarak yang sudah terhidrogenasi menunjukkan warna yang lebih gelap dibandingkan minyak jarak yang belum dihidrogenasi, seperti diperlihatkan oleh gambar. Hal ini menunjukkan telah terjadi pemutusan ikatan rangkap pada minyak jarak yang terlihat melalui perubahan warna dan sifat fisik minyak yang terlihat lebih kental. Selanjutnya untuk mendapatkan produk asam 12-hidroksistearat yang diinginkan dilakukan proses hidrolisis. Hidrolisis ini terdiri atas dua tahap yaitu saponifikasi dan netralisasi.



Gambar 4.1 Tampilan fisik minyak jarak sebelum (kiri) dan setelah hidrogenasi (kanan)

Proses hidrolisis tentunya dilakukan untuk mendapatkan produk asam 12-hidroksistearat. Melalui reaksi saponifikasi dilakukan proses pembentukan sabun dimana akan terbentuk pula gliserol. Proses netralisasi dilakukan untuk mengambil kembali NaOH yang dipakai untuk hardening produk asam 12-hidroksistearat pada proses saponifikasi dan memisahkannya dari produk untuk mendapatkan produk dengan kemurnian yang diinginkan. Proses hidrolisis dilakukan pada temperatur 70°C , mengingat titik lebur asam 12-hidroksistearat terkecil adalah 72°C untuk menghindari produk akan teroksidasi oleh panas.

Ramadhan(2010) menyebutkan bahwa sabun yang dihasilkan dari reaksi hidrolisis pada temperatur 70°C memiliki bentuk padat dan kekerasan yang baik, dibawah temperatur tersebut sabun yang dihasilkan seperti lilin. Pada temperatur diatas 70°C , sabun yang dihasilkan memiliki kekerasan yg sama dengan sabun pada temperatur 70°C , namun jumlah produk yang dihasilkan menurun karena terjadinya proses oksidasi. Reaksi hidrolisis merupakan reaksi eksotermis yang melepaskan panas. Sehingga perlu dilakukan pengadukan agar pemanasan terdispersi dengan sempurna.

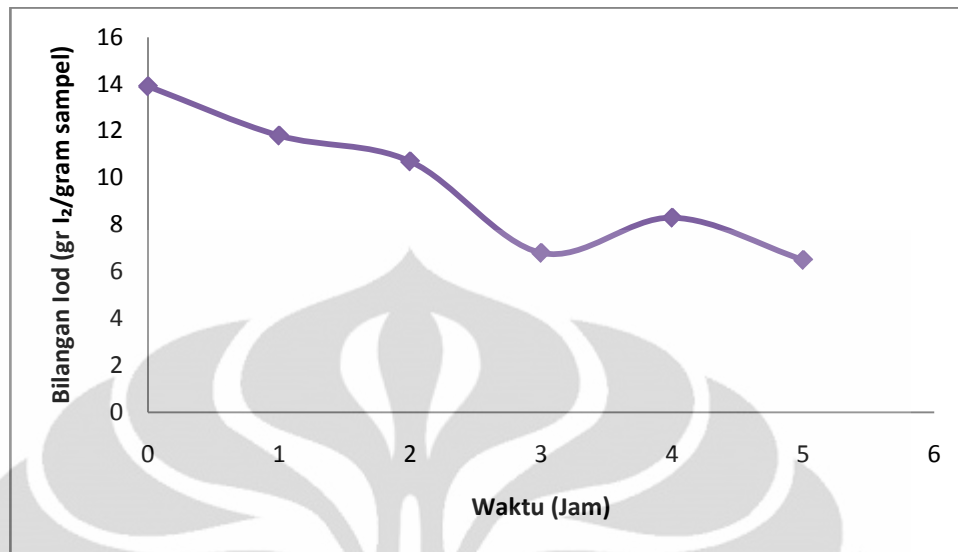
Produk yang diperoleh dalam penelitian ini seperti ditunjukkan pada gambar 4.2. Pada gambar ditunjukkan, produk asam 12-hidroksistearat yang diperoleh dari variasi waktu 1-5 jam. Gambar 4.2 menunjukkan tampilan fisik produk pada jam ke 1-3 warna fisik yang hampir mirip, ketiga variasi memiliki warna putih yang tidak sejernih pada variasi waktu 4 dan 5. Tekstur produk pada jam 1-3, saat dipegang juga agak lengket dan susah dipisahkan dibandingkan produk 4 dan 5. Hal ini mengindikasikan bahwa penambahan waktu hidrogenasi dapat memberikan sifat fisik yang lebih baik pada produk yang dihasilkan.



Gambar 4.2 Tampilan fisik asam 12-hidroksistearat dengan variasi waktu 1-5 jam (dari kiri ke kanan)

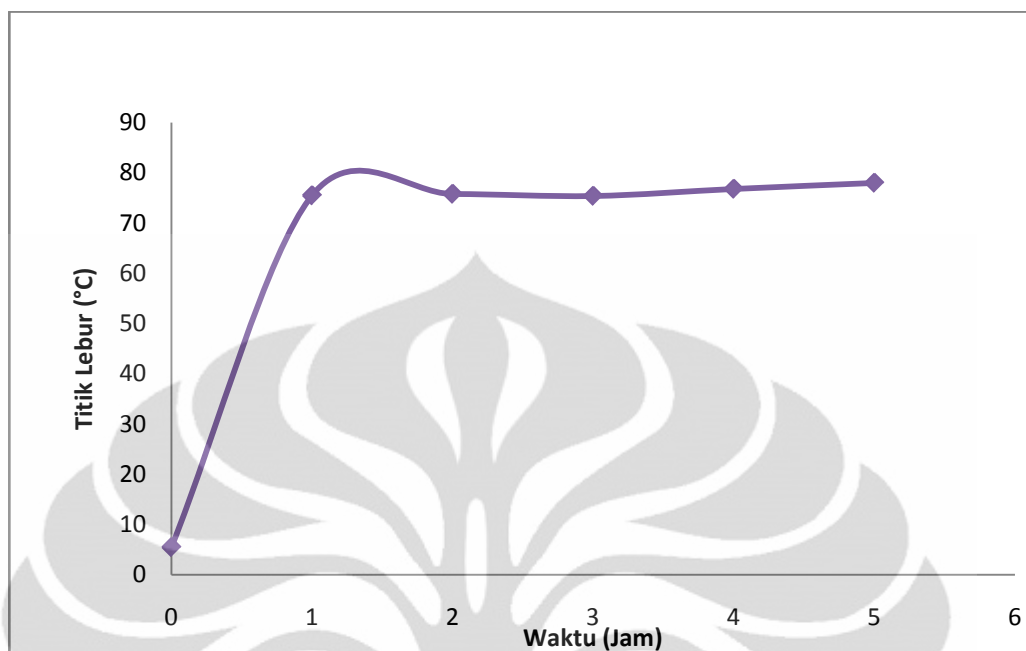
4.2 Uji Karakterisasi Produk

Untuk mengetahui kemurnian produk yang dihasilkan, dilakukan uji karakterisasi produk dengan analisis bilangan iod dan titik lebur. Sebenarnya masih banyak uji analisis yang bisa dilakukan untuk melihat kemurnian produk yang dihasilkan, seperti analisis bilangan asam, penyabunan dan hidroksil. Namun keterbatasan bahan dan biaya, membatasi pengujian karakteristik pada analisis bilangan iod dan titik lebur. Pengujian karakteristik dengan bilangan iod dilakukan untuk mengetahui tingkat kejenuhan produk asam 12-hidroksistearat dilihat dari penurunan bilangan iod produk. Pengujian titik lebur dilakukan untuk mengetahui stabilitas kestabilan produk terhadap panas.



Gambar 4.3 Analisis bilangan iod terhadap waktu

Gambar 4.3 menunjukkan dari hasil karakterisasi bilangan iod asam 12-hidroksistearat dari jam ke-0 (karakterisasi reaktan/minyak jarak) terlihat adanya pembentukan produk asam 12-hidroksistearat seiring bertambahnya waktu. Pada jam ke-0 bilangan iod minyak jarak adalah 13,9 dan seiring bertambahnya waktu terjadi penurunan bilangan iod menjadi 6,5 pada jam ke-5. Hal ini menunjukkan bahwa terjadi pembentukan produk asam 12-hidroksistearat. Grafik juga menunjukkan adanya kenaikan bilangan iod antara jam ke-3 dan ke-4. Kenaikan ini terjadi dikarenakan adanya dehidrasi selama proses hidrogenasi sehingga terbentuk asam non hidroksi.



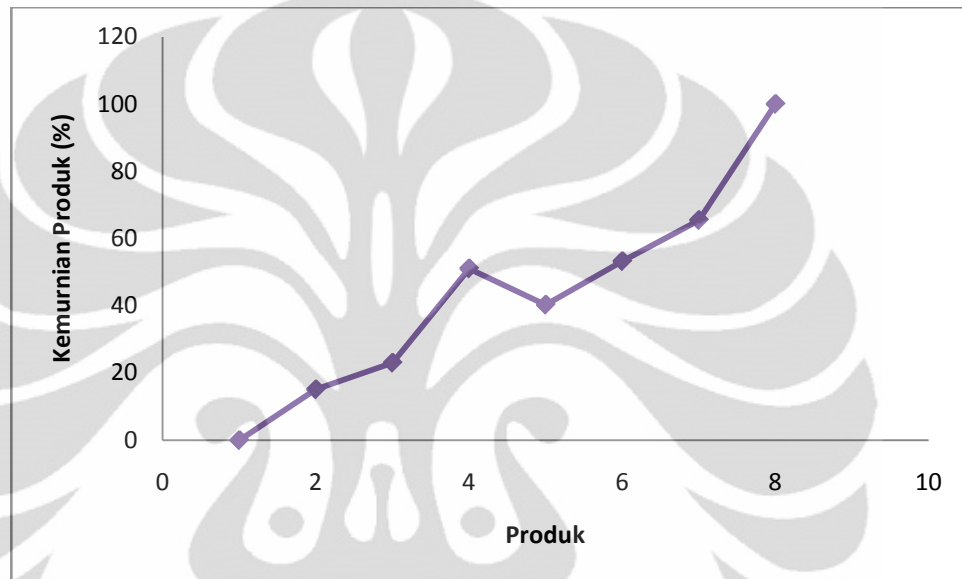
Gambar 4.4 Analisis titik lebur terhadap waktu

Pada gambar 4.4 diperlihatkan pembentukan produk, dengan kenaikan titik lebur dari jam ke-0 (masih minyak jarak) hingga ke-1. Pada jam ke-1 hingga jam ke-3, kenaikan titik lebur tidak terlalu signifikan berkisar antara (75,5-75,4⁰C). Tidak signifikannya kenaikan titik lebur ini disebabkan laju hidrogenasi yang lambat. Titik lebur terbaik baru dicapai pada waktu hidrogenasi 5 jam (78⁰C). Pada grafik juga diperlihatkan perbandingan antara produk yang dihasilkan dengan produk asam 12-hidroksistearat komersil, dimana produk komersil memiliki kemurnian yang lebih baik.

Berdasarkan penjelasan dan gambar (4.3 dan 4.4) diatas, diketahui bahwa pengujian yang layak pada penelitian ini adalah analisis bilangan iod sedangkan untuk uji titik lebur belum menunjukkan kenaikan yang signifikan. Beberapa hal yang dapat diidentifikasi dari kenaikan titik lebur yang belum signifikan adalah:

- Laju hidrogenasi berlangsung lambat
- Kurang sempurnanya pemisahan produk dengan produk samping.

Gambar 4.5, menunjukkan persen kemurnian produk dilihat berdasarkan bilangan iod mencapai 65,5% pada jam ke-5. Hal ini menunjukkan bahwa tekanan atmosferik termasuk tekanan optimum untuk hidrogenasi, dimana menurut O'Brien (1998) tekanan optimum hidrogenasi pada asam lemak berlangsung pada tekanan 0,8-4 atm.



Gambar 4.5 Analisis kemurnian produk berdasarkan analisis bilangan iod

4.3 Perbandingan Karakterisasi Produk Asam 12-Hidroksistearat dengan Asam 12 -Hidroksistearat Komersil

Pada penelitian ini juga dilakukan karakterisasi asam 12-hidroksistearat komersil, untuk melihat dan membandingkan sejauh mana keberhasilan produk asam 12 - hidroksistearat yang di peroleh dari penelitian. Produk asam 12-hidroksistearat komersil yang digunakan sebagai pembandingan adalah produk dari perusahaan T.K Wax Co. LTD dari Thailand. Pada tabel 4.1 di bawah ini ditunjukkan perbandingan asam 12-hidroksistearat terbaik yang diperoleh dari penelitian dengan produk komersil.

Tabel 4.1 Perbandingan produk asam 12-hidroksistearat

Produk	Bilangan Iod	Titik Lebur ($^{\circ}\text{C}$)	Tampilan Fisik
5 jam	6.508	78	Padatan putih
Komersil	4.79	78.8	Padatan putih

Tabel 4.1 diatas menunjukkan bahwa produk asam 12-hidroksistearat memiliki bilangan iod dan titik lebur yang lebih baik daripada produk hasil penelitian. Namun berdasarkan literatur yang ada, maka bilangan iod dan titik lebur produk hasil penelitian masih berada pada range yang diharapkan. Sreenivasan (1956) menyebutkan, range titik lebur asam adalah $72.5 - 84^{\circ}\text{C}$ dan bilangan iod maksimal 4.

BAB V

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah diuraikan, dapat diambil kesimpulan bahwa:

1. Kondisi operasi yang digunakan merupakan kondisi optimum untuk pembuatan asam 12-hidroksistearat, dengan kemurnian produk terbaik diperoleh pada waktu hidrogenasi selama 5 jam dengan penurunan bilangan iod sebesar 6,5 dan kenaikan titik lebur sebesar 78°C .
2. Perbandingan produk terbaik hasil penelitian dengan produk komersil menunjukkan bahwa produk komersil dengan bilangan iod sebesar 4,8 dan titik lebur sebesar $78,8^{\circ}\text{C}$ masih sedikit lebih unggul dibandingkan produk hasil penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- D.dayton. Desember 2002. *A Review of the literature on Catalytic Biomass Tar Destruction*. Colorado: National Renedoable Energy Laboratory.
- Fessenden R.J & Fessenden A.J. 1986. *Dasar-Dasar Kimia Organik*. Erlangga. Jakarta.
- Firdaus, Ihwan Ulul. 2005. *Analisis Investasi Jarak (Kaliki)*. PT Nawapanca Adhi Cipta. Email: firdaus@nawapanca.com
- Gustone, D.Frank. 2004. *The Chemistry os Oil & Fats (Sources, Composition, Properties and Use)*. Blackwel Publishing – CRC Press. Canada.
- Kurniasih, D. K. 1979. *Pengaruh Waktu KONTAK dan Pengulangan Uji Aktivitas Katalis pada Hidrogenasi Katalisttik Metil Palmitat Manjadi Cethyl Alkohol Menggunakan Katalis Ni/Zeolit*. Jurnal Inovasi Vol.3 No.2 Juli 2009, Program Studi Kimia, Fakultas sain dan Teknologi, Unsoed, Purwokerto.
- Manihuruk, M. 2009. *Aminasi asam Aselat Via Reduksi Dengan Hidrogen Memakai Katalis Nikel*. Medan: Sekolah Pascasarjana USU program Studi Teknik Kimia.
- Marlina, N. M, Surdia, C. L. et al., 2004. *Pengaruh Konsentrasi Oksidator pada Proses Hidroksilasi Minyak Jarak (Castor Oil) Dengan atau Tanpa Proteksi Gugus Hidroksi*. PROC. ITB Sains & Tek. Vol. 36 A, No. 1, 2004, 33-43.
- Maskaev, A.K, Man'kovskaya, N.K, et al., 2004. *Preparation of 12 Hydroxystearic Acid The Raw Material For Plastic Greases*. UDC 547. 295. 94:665.4.
- Nasikin. M & Susanto.H.B. 2010. *Katalisis Heterogen*. Penerbit Universitas Indonesia. Depok.
- O'Brien D, Richard. 1998. *Fat & Oil - Formulating & Processing for Application*. Technomic Publishing Co, Inc., Texas.

- Purnami. 2009. *Perancangan Pabrik Butiraldehid dari Propilem, Hidrogen dan Karbon Monoksida Menggunakan Katalis Nax -Zeolit Kapasitas 180.00 Ton Per Tahun*. Surakarta: Jurusan Teknik Kimia-Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Ramadhan, Ibrahim Fikri. 2010. *Pembuatan Asam Risinoleat Melalui Hidrolisis Minyak Jarak Dalam Larutan Basa*. FTUI – Departemen Teknik Kimia. Depok.
- Ramadhan, Ibrahim Fikri. 2010. *Pembuatan Asam – 12 Hidroksi Stearat Sebagai Bahan Baku Pelumas Melalui Hidrogenasi dan Hidrolisis Castor Oil* . FTUI – Departemen Teknik Kimia. Depok.
- Sreenivasan, B., Kamath, N.R, and Kane, J.G. 1956. *Studies on Castor Oil. II. Hydrogenation of Castor Oil*. American Oil Chemists Society., Vol.34, 302-307.
- Tim Studi LPPM-ITB. 2003. *Pengembangan Teknologi Pembuatan Castor Oil sebagai Bahan Baku Industri Pelumas*. Institut Teknologi Bandung.
- TCO Group. TK Wax Products (Specifications).3 Juni 2011 <<http://www.thaicastoroil.com/TK-Wax-Specifications.html>>.
- Trivedi, R.K & Vasishtha, A.K., 1988. *Low Pressure Hydrogenation of Castor Oil*. Harcourt Buttlar Technological Institute, Kanpur 208 002, India.

LAMPIRAN

1. HASIL KARAKTERISASI

Tabel A.1 Hasil karakterisasi

Sampel	Bilangan Iod (gr I ₂ /gr sampel)	Titik Lebur (°C)
Jam ke-0	13.9	5.5
Jam ke-1	11.8	75.5
Jam ke-2	10.7	75.8
Jam ke-3	6.8	75.4
Jam ke-4	8.3	76.8
Jam ke-5	6.5	78
Produk Komersial	4.8	78.8
Pembanding Murni	0	84

2. PERHITUNGAN

Pada penelitian ini, persentase kemurnian produk yang dihasilkan dapat dilihat dari pemutusan ikatan rangkap melalui analisis penurunan bilangan iod yang terjadi pada produk. Adapun cara perhitungannya adalah sebagai berikut:

$$\% \text{kemurnian produk} = \frac{\text{produk} - \text{reaktan}}{\text{pembanding murni} - \text{reaktan}}$$

dimana:

pembanding murni : bilangan iod murni asam 12-hidroksistearat

produk : bilangan iod produk

reaktan : bilangan iod minyak jarak

Berdasarkan rumus diatas, maka diperoleh kemurnian produk, seperti pada tabel dibawah ini:

Tabel A.2 Kemurnian produk berdasarkan bilangan iod

Produk	Kemurnian Produk (%)
Jam 1	15,1
Jam 2	23
Jam 3	51
Jam 4	40,3
Jam 5	65,5

