

Penelitian/Research

Pengaruh Katalis, Suhu dan Lama Proses Dalam Pembuatan Metil Risinoleat dari Minyak Jarak

The Effect of Catalyst, Temperature and Process Duration on the Production of Methyl Ricinoleate from Castor Oil

Hitler Guring Pohan^{*)}, Eko Susanto^{*)} dan Gasik Darma^{*)}

^{*)}Balai Pengembangan Khemurgi dan Aneka Industri,
Balai Besar Litbang Industri Hasil Pertanian (BBIHP),
Jl. Ir. H. Juanda No. 11, Bogor 16122

Abstract - Methyl ricinoleate was produced by methanolysis process from castor oil using KOH and NaOH as catalysts. The esterification process was carried out at the temperature of 30° and 70°C for 1, 2, and 3 hrs respectively. The product was analysed using GC for the esterification process. The iod value, saponification value, and acid number were also analysed. Potassium hydroxide gave higher result in comparison to sodium hydroxide as catalyst for the process duration of 3 hrs. The specific gravity of the product ranged from 0.8903 to 0.9608 and the refractive index was between 1.3810 and 1.4500.

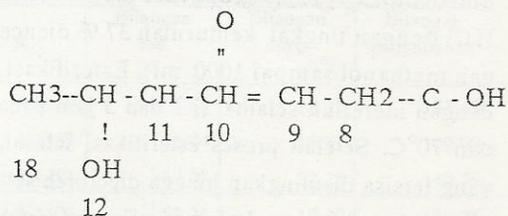
PENDAHULUAN

Minyak jarak yang diperoleh dari biji jarak (*Ricinus communis*) merupakan bahan baku industri yang sudah lama dikenal.

Penggunaan minyak jarak dalam industri antara lain sebagai pelumas, pelapis, plastisiser dan juga sebagai bahan baku dalam pembuatan cat. Untuk dapat digunakan dalam industri, ada beberapa langkah proses yang harus dilakukan agar dapat memenuhi persyaratan. Proses tersebut tergantung dari fungsi minyak jarak di dalam industri. Minyak jarak digunakan dalam industri karena sifat viskositasnya yang stabil pada suhu rendah maupun suhu tinggi.

Selama ini dalam pengembangan produk derivat minyak jarak yang siap digunakan dalam industri masih banyak kelemahan yang harus diatasi. Masalah tersebut antara lain sifat korosif dan titik didihnya yang sangat tinggi. Salah satu alternatif untuk mengatasi kelemahan tersebut adalah pembuatan produk dalam bentuk metil atau etil ester melalui proses alkoholisasi. Metil ester ini mempunyai sifat stabil terhadap panas, tidak korosif dan titik didihnya relatif rendah.

Komponen utama lemak dari minyak jarak yaitu risinoleat sebesar 87,4 - 90,4 %, sedangkan komponen lainnya adalah palmitat, stearat, oleat, linolenat, arak-hidat dan dihidroksi stearat (LAKSMINARAYANA et al, 1984). Menurut BROWN dan GREEN (1940) dikatakan bahwa asam risinoleat merupakan asam lemak hidroksi yang mempunyai rantai karbon sebanyak 18 dengan gugus hidroksi pada atom pada karbon 12 dan mempunyai sebuah ikatan rangkap *cis* diantara atom karbon ke 9 dan 10.



Gambar 1. Struktur kimia asam risinoleat

Metil risinoleat merupakan produk antara yang dapat diproses lebih lanjut untuk berbagai kegunaan dalam industri. Untuk mendapatkan metil risinoleat tersebut perlu dilakukan esterifikasi lemak/minyak. Esterifikasi dapat dilakukan dengan cara mereaksikan

trigliserida atau asam lemak dengan alkohol (alkoholisasi) dengan bantuan katalis asam atau basa (ECKEY, 1956; HARTMAN, 1956; BROWN dan GREEN, 1940).

ECKEY (1956) mengatakan bahwa esterifikasi asam lemak dengan alkohol monohidrat menghasilkan metil ester yang dapat digunakan sebagai plastisiser sedangkan dengan alkohol polihidrat dapat digunakan untuk emulsifier, minyak mengering (drying oil) dan alkid resin.

Penelitian ini dilakukan dengan maksud untuk mengetahui pengaruh katalis, suhu dan lama proses pada pembuatan metil risinoleat serta sifat fisiko-kimia produk yang dihasilkan.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan adalah minyak jarak yang diperoleh dari PT. Kimia Farma Bogor.

Metode

Metil risinoleat dibuat berdasarkan metode GREENIVASAN et al (1956) dengan beberapa modifikasi yaitu sebagai berikut :

Sebanyak 50 gram minyak jarak disabunkan dengan cara merefluk selama 1, 2 dan 3 jam dengan masing-masing 20 gram KOH dan 20 gram NaOH (sebagai katalis) dalam 200 methanol pada suhu 30°C dan 70°C yang selanjutnya didinginkan pada suhu ruangan. Larutan sabun tersebut kemudian diasamkan dengan penambahan 120 ml "methanolic hydrochloric" (122,9 gram/liter methanol atau 332 ml HCl dengan tingkat kemurnian 37 % diencerkan dengan methanol sampai 1000 ml). Esterifikasi dilakukan dengan merefluk selama 1, 2 dan 3 jam pada suhu 30° dan 70°C. Setelah proses esterifikasi selesai, methanol yang tersisa disulingkan hingga diperoleh sebanyak 200 ml methanol. Sisa dari penyulingan tersebut adalah cairan metil risinoleat (crude ester) dan cairan gliserol yang kemudian dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah.

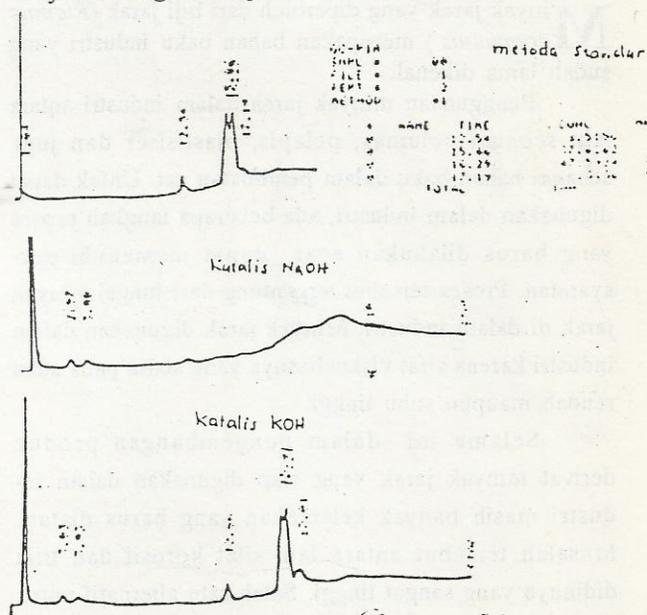
Untuk menentukan kesempurnaan proses esterifikasi maka metil risinoleat (crude ester) yang diperoleh dibandingkan dengan metil risinoleat metode standar Gas Chromatographic Analysis of Fatty Acid yang dilakukan menurut HAMMARSTRAND (1966).

PENGAMATAN

Pengamatan dilakukan terhadap khromatogram metil risinoleat yang ditentukan dengan menggunakan alat khromatografi gas GC-R14 yang dilengkapi dengan detektor FID, kolom kemasan 2,6 feet 3 mm berisi 15 % DEGS diatas fasa Chromosorf WAW, suhu operasi 100° - 180°C dengan kenaikan suhu 5°C/menit, kepekakan dan ukuran sampel disesuaikan. Berat jenis ditentukan dengan alat piknometer volume 10 ml, indeks bias dengan alat refraktometer, sedangkan bilangan asam dan bilangan iod ditentukan menurut SII 0150-77.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Metil risinoleat yang dihasilkan dengan cara esterifikasi melalui proses alkoholisis merupakan ester kasar (crude ester). Hasil analisis dapat dilihat pada Gambar 1. Gambar ini menunjukkan bahwa hasil esterifikasi yang menggunakan katalis KOH menghasilkan khromatogram yang serupa dengan standar, tetapi tidak untuk penggunaan NaOH sebagai katalis. Hal ini berarti bahwa proses esterifikasi tidak berjalan dengan sempurna.



Gambar 1. Hasil analisis metil risinoleat dengan GC
a. standar.
b. dengan katalis NaOH, dan
c. dengan katalis KOH

Penggunaan KOH sebagai katalis memberikan hasil "crude ester" yang lebih jernih dan mudah dipisahkan dari gliserolnya, sedangkan pada analisis kimia ter-

hadap hasil esterifikasi dengan katalis KOH menunjukkan bilangan asam yang lebih rendah bila dibandingkan dengan perlakuan katalis NaOH. Sedangkan bilangan penyabunan pada perlakuan dengan KOH jauh lebih tinggi bila dibandingkan dengan katalis NaOH sehingga pada proses dengan katalis KOH mempunyai bilangan ester tinggi.

Pengaruh penggunaan katalis KOH dan NaOH juga dapat dilihat dari hasil uji dengan cara analisis kimia terhadap hasil crude ester. Sebagai kriteria hasil ester adalah dengan menghitung bilangan asam, bilangan penyabunan dan bilangan iod. Hasil secara lengkap dari analisis kimia dapat dilihat dalam tabel 1.

Bilangan ester

Analisis kimia terhadap hasil esterifikasi dengan menggunakan katalis KOH menghasilkan bilangan asam yang rendah dan bilangan penyabunan tinggi. Dari hasil tersebut dapat dihitung bahwa bilangan ester pada perlakuan ini cukup tinggi bila dibandingkan dengan perlakuan katalis NaOH. Menurut KETAREN (1980), bilangan ester dapat dihitung dari pengurangan bilangan penyabunan dengan bilangan asam. Di samping itu hasil uji bilangan iod juga tinggi dengan katalis KOH. Dengan makin tingginya bilangan iod berarti dalam hasil esterifikasi terjadi penambahan ikatan rangkap, seperti terlihat dalam Gambar 4 bahwa makin lama proses esterifikasi berlangsung semakin tinggi bilangan iod. Hal ini menunjukkan bahwa selama esterifikasi terjadi penggabungan asam-asam lemak tak jenuh dalam bentuk ester.

Bilangan penyabunan

Bilangan penyabunan pada perlakuan dengan menggunakan katalis KOH jauh lebih tinggi bila dibandingkan dengan perlakuan katalis NaOH. Hal ini berarti pada perlakuan dengan katalis KOH telah lebih banyak terbentuk asam lemak bebas dengan berat molekul rendah karena terjadinya proses hidrolisa minyak risinoleat. Menurut Ketaren (1986) dijelaskan bahwa makin besar bilangan penyabunan berarti makin banyak jumlah asam lemak yang mempunyai berat molekul rendah. Makin tinggi berat molekul suatu asam lemak akan makin rendah bilangan penyabunannya. Dengan demikian pernyataan ini mendukung hasil analisa bahwa dengan katalis NaOH masih banyak minyak risinoleat yang belum terhidrolisa sehingga masih banyak senyawaan yang berberat molekul tinggi, akibatnya belum terbentuk ester.

Bilangan iod

Dari hasil penelitian ternyata makin lama proses esterifikasi ternyata makin tinggi bilangan iod. Bilangan iod pada crude ester dengan katalis KOH lebih tinggi daripada katalis NaOH. Menurut BROWN dan GREEN (1940) dikatakan bahwa pada metil risinoleat murni pada umumnya mempunyai bilangan iod 80,71 - 82,43, sedangkan yang baru dicapai pada penelitian ini baru 60,05 pada perlakuan dengan katalis KOH selama 3 jam proses esterifikasi. Dengan demikian "crude ester" yang diperoleh dari penelitian ini masih perlu ditingkatkan/dilanjutkan untuk mendapat bilangan iod yang

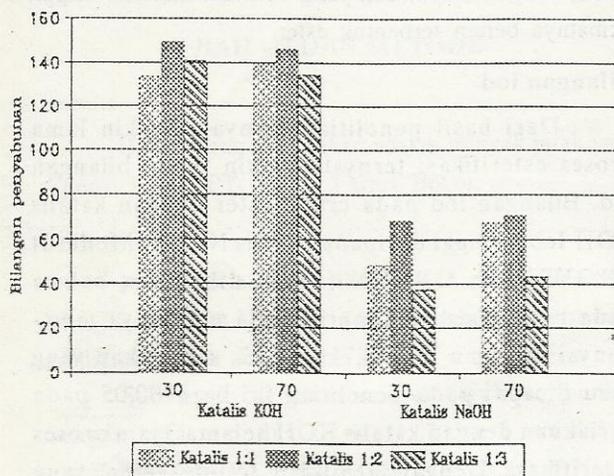
Tabel 1. Nilai berat jenis, indeks bias, bilangan iod, bilangan asam dan bilangan penyabunan crude ester metil risinoleat dari hasil esterifikasi pada suhu dan waktu yang berbeda

	Suhu proses (°C)	Waktu penyabunan (jam)	Waktu esterifikasi (jam)	BJ	N	Bilangan iod	Bilangan asam	Bilangan penyabunan
Katalis KOH	30	1	1	0,8955	1,4380	57,81	16,92	133,43
		2	2	0,9035	1,4539	61,74	15,57	149,00
		3	3	0,8988	1,4484	62,08	12,28	140,75
	70 (refluks)	1	1	0,8992	1,4409	53,96	17,40	139,05
		2	2	0,9022	1,4440	64,68	15,32	145,98
		3	3	0,9038	1,4148	60,07	13,86	134,42
Katalis NaOH	30	1	1	0,9411	1,4188	35,82	41,39	48,67
		2	2	0,9172	1,4280	39,24	53,47	68,49
		3	3	0,9491	1,4154	27,85	26,00	37,59
	70 (refluks)	1	1	0,9491	1,4279	44,96	58,23	67,56
		2	2	0,9244	1,4213	40,05	60,68	70,97
		3	3	0,9334	1,4140	29,48	35,95	43,28

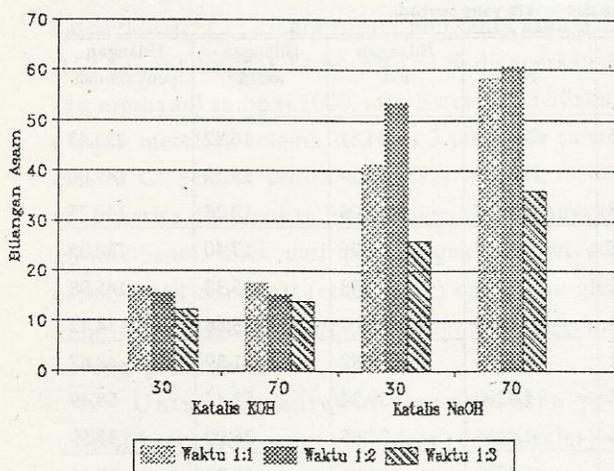
tinggi yakni dengan menambah lamanya proses esterifikasi untuk menghasilkan banyak ikatan rangkap. Hal ini dapat meningkatkan bilangan iod.

Pengaruh lama esterifikasi

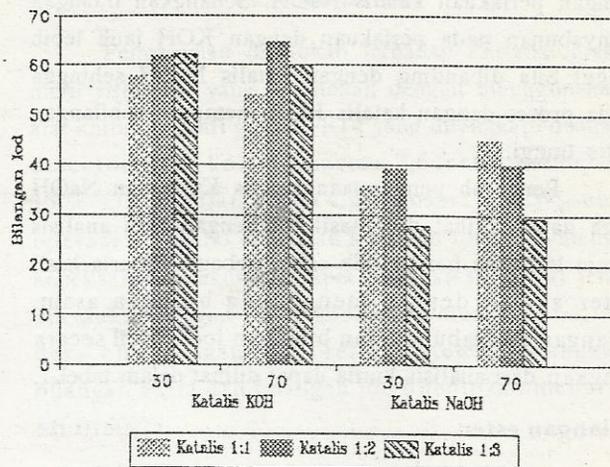
Lamanya proses esterifikasi sangat berpengaruh terhadap jumlah ester yang terbentuk. Hal ini dapat dilihat dalam Gambar 3, 4 dan 5 bahwa makin lama proses esterifikasi makin tinggi bilangan penyabunan dan makin rendah bilangan asamnya sehingga bilangan esternya semakin meningkat. Demikian juga dengan bilangan iod yang semakin tinggi, sehingga membuat sifat produk menjadi mempunyai sifat seperti minyak mengering.



Gambar 2. Pengaruh katalis, suhu dan lama proses terhadap bilangan penyabunan



Gambar 3. Pengaruh katalis, suhu dan lama proses terhadap bilangan asam



Gambar 4. Pengaruh katalis, suhu dan lama proses terhadap bilangan iod

Pengaruh suhu proses

Dari hasil analisis dengan HPLC maupun dengan analisis kimia, perlakuan ini tidak menunjukkan perbedaan hasil yang jelas dengan demikian perlakuan ini tidak mempengaruhi jalannya proses esterifikasi.

KESIMPULAN

KOH dapat digunakan sebagai katalis pada pembuatan ester metil risinoleat dengan cara metanolisis.

Proses esterifikasi pada pembuatan metil risinoleat dipengaruhi oleh lama proses esterifikasi, makin lama proses makin tinggi ester yang terbentuk. Proses esterifikasi yang baik minimal dilakukan 3 jam untuk proses penyabunan dan 3 jam proses esterifikasi.

Proses esterifikasi ini tidak dipengaruhi oleh suhu proses, dari perlakuan suhu 30 dan 70°C tidak menunjukkan perbedaan yang nyata.

DAFTAR PUSTAKA

BROWN, J.B. and GREEN N.D. "Studies on the Chemistry of the Fatty Acids. V :The Preparation of Methyl Ricinoleate and Ricinoleic Acid by Fractional Crystallization Procedures". *JAACS*, 62 (April) 1940: 738 - 740.
 ECKEY, E.V. "Esterification and Interesterification". *JAACS*, 33 (11) 1956 : 575 - 579.

HAMMARSTRAND, K. *Gas Chromatographic Analysis of Fatty Acids*. Varian Aerograph, 1966.

HARTMAN. "Methanolysis of Triglyceride". *JAOCS*, 33 (11) 1956: 129.

KETAREN, S. *Pengantar Teknologi Lemak dan Minyak Makan*. Jakarta, UI Press, 1986.

LAKSHMINA RAYANA, G.; PAULOSE, M.M. and KUMARI, B.N. "Characteristic and Composition of Newer Varieties of Indian Castor Seed and Oil". *JAOCS*, 61 (12) 1984: 1871 - 1872.

SREENIVASAN, B.; KAMATH, N.R. AND KANE, J.G. "Studies on Castor Oil. I : Fatty Acid Composition of Castor Oil". *JAOCS*, 33 (2) 1956 : 61 - 66.