

PROSIDING

Extended Abstract

ISSN 1411 - 4216



*Seminar Nasional
Rekayasa Kimia & Proses
2010* 4 - 5 Agustus 2010



JURUSAN TEKNIK KIMIA
UNIVERSITAS DIPONEGORO



Optimasi Waktu dan Jumlah Pelarut n Butanol pada Proses Gliserolisis Mimyak Sawit dengan Katalis MgO

Faleh Setia Budi^{*}, Luqman Buchori^{} dan Agus Suprihanto^{***}**

^{*}Departemen Ilmu dan Teknologi Pangan, Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor
Kampus IPB Darmaga, Po Box 220 Bogor, Telp/Fax: (0251) 8626725 dan email:faleh_sb01@yahoo.com

^{**}Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Diponegoro

Jln. Prof. Soedharto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058

^{***}Jurusan Teknik Mesin, Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.

Jln. Prof. Soedharto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460059

Abstrak

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil CPO terbesar di dunia. Produk turunan CPO seperti Mono-Di Acyl Gliserol (MAG-DAG) mempunyai nilai ekonomi yang tinggi dan selama ini Indonesia masih mengimpornya. MAG- DAG dibuat dari senyawa gliserida yang banyak terdapat dalam bahan CPO dengan gliserol. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variabel-variabel proses, penyusunan model empiris dan mencari kondisi operasi yang optimum. Variabel berubah yang digunakan adalah suhu (75, 90 dan 105 °C), jumlah pelarut/10 gr CPO (15, 20 dan 25), dan waktu (3, 4 dan 5 jam). Sedangkan variabel tetapnya adalah rasio gliserol/ CPO 4, kecepatan pengadukan 400 rpm, dan jumlah katalis 3%. Percobaan dirancang dengan metode central composite design sehingga percobaan berjumlah 16 run. Parameter yang diamati adalah konversi trigliserida menjadi mono dan digliserida. Data percobaan diolah dengan Response Surface Methode (RSM) sehingga diperoleh kondisi operasi optimum pada suhu 80-100 °C, jumlah pelarut 12-20/10 gr CPO dan waktu 2,5-4,5 jam dengan konversi yang diperoleh sekitar 70-75%. Variabel proses yang paling berpengaruh adalah suhu. Penambahan pelarut n-Butanol dapat menurunkan suhu reaksi dari 200-250 °C menjadi 80-100 °C.

Kata kunci : MAG-DAG, CPO, MgO, n-butanol

1. Pendahuluan

Selama ini, Indonesia masih mengimpor seluruh Mono dan di-acyl gliserol (MAG-DAG) yang dibutuhkan oleh industri. MAG dan DAG banyak digunakan sebagai zat pengemulsi, zat pembasah, pelumas dan sebagainya di industri makanan, kosmetik, farmasi, dan lain-lain.

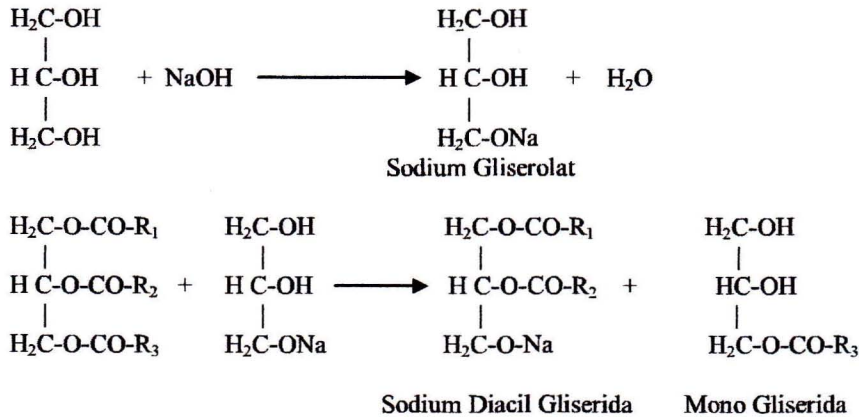
Indonesia merupakan salah satu negara penghasil minyak sawit terbesar di dunia. Produksi minyak sawit mentah (CPO) Indonesia menunjukkan kenaikan yang sangat signifikan selama 5 tahun terakhir. Pada tahun 2002 Indonesia memproduksi minyak sawit sebanyak 9 juta ton dan mencapai 15,9 juta ton pada tahun 2006. (Jakarta Future Exchange, 2006). Lebih dari setengah produksi minyak sawit Indonesia digunakan untuk memenuhi kebutuhan dalam negeri khususnya industri minyak goreng dan sisanya diekspor. Pemanfaatan minyak sawit yang kurang efektif ini dikarenakan kurang berkembangnya industri hilir minyak sawit.

MAG- DAG dibuat dari senyawa gliserida yang banyak terdapat dibahan minyak atau lemak dengan gliserol. Pada penelitian ini, bahan baku yang digunakan adalah minyak sawit mentah dan gliserol serta dengan menggunakan pelarut n-butanol dan katalis MgO.

Gliserolisis adalah reaksi penting antara gliserol dengan minyak/lemak untuk memproduksi Mono dan DiAcyl Gliserol. Reaksi gliserolisis akan berjalan lambat jika dilakukan tanpa menggunakan katalis. Untuk mendapatkan konversi yang tinggi dengan waktu yang relative singkat perlu adanya bantuan katalis. Reaksi dapat dijalankan dengan adanya katalis asam maupun katalis basa. Reaksi dengan katalis basa biasanya lebih cepat. (Kimmel, 2004). Katalis yang biasa digunakan dalam gliserolisis ini adalah NaOH. Persamaan reaksinya bisa dilihat di gambar 1.

Kelemahan reaksi gliserolisis dengan menggunakan katalis logam alkali adalah suhu reaksi cukup tinggi yaitu 220 – 250 °C. Temperatur yang tinggi ini menyebabkan produk yang dihasilkan berwarna gelap dan terbentuk bau yang tidak diinginkan (Noureddini H et. al, 2004). Selain menggunakan katalis sodium gliserolat, reaksi gliserolisis bisa juga dilakukan dengan menggunakan katalis enzim. Enzim yang sering dipakai adalah enzim lipase. Temperatur yang digunakan reaksi gliserolisis dengan katalis enzim sekitar 30 °C. Hal ini

disebabkan katalis enzim tidak bisa bekerja atau akan mati pada suhu yang tinggi. Oleh karena temperatur yang digunakan rendah, reaksi gliserolisis dengan katalis enzim membutuhkan energi yang rendah. Kelemahan dari penggunaan enzim sebagai katalis adalah mahalnya harga enzim (Kaewthong W. et al, 2005). Katalis lain yang bisa dipakai adalah senyawa MgO. Dalam laporannya Corma A. mengatakan (Corma A. et al, 1997) bahwa katalis MgO bisa memberikan konversi reaksi sampai 97 %. Kelebihan yang dimiliki katalis MgO adalah katalis MgO mudah dipisahkan dari produk hasil reaksi karena berbentuk padat. Tetapi proses reaksi gliserolisis dengan katalis MgO ini masih dilakukan pada suhu yang tinggi untuk meningkatkan kelarutan minyak dalam gliserol.



Gambar 1. Persamaan reaksi gliserolisis

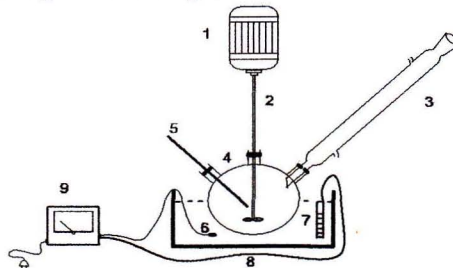
Pada penelitian ini digunakan pelarut yang diperkirakan dapat meningkatkan kelarutan minyak dalam gliserol supaya reaksi gliserolisis bisa dilakukan pada suhu yang lebih rendah untuk menghindari terbentuknya warna coklat dan bau tidak sedap akibat terbakarnya bahan dan produk. Pelarut yang dapat meningkatkan kelarutan minyak dalam alkohol adalah senyawa alkohol alifatik. Senyawa alkohol alifatik yang dipilih adalah senyawa alkohol alifatik rantai panjang yang memiliki titik didih cukup tinggi (di atas 100 °C). Pada penelitian ini pelarut yang digunakan adalah n-butanol. N-Butanol merupakan alkohol primer dengan 4 atom karbon dan mempunyai titik didih 117,73 °C.

Tujuan dari penelitian ini adalah Studi eksperimen produksi MAG-DAG dari minyak sawit pada suhu rendah (< 200 °C) dalam reaktor batch skala laboratorium. Mengetahui pengaruh variabel-variabel proses terhadap proses gliserolisis minyak sawit menjadi MAG-DAG, dan pembuatan model empiris dari proses produksi MAG-DAG dari minyak sawit.

2. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak kelapa sawit yang diperoleh dari perkebunan kelapa sawit, gliserol teknis yang diperoleh dari Toko bahan kimia "Multi Kimia Raya", n-Butanol p.a yang diperoleh dari Toko bahan kimia "CV. Jurus Maju", serta katalis MgO p.a yang diperoleh dari Toko bahan kimia "CV. Jurus Maju". Semua toko bahan kimia tersebut berada di Semarang.

Peralatan penelitian yang digunakan antara lain motor pengaduk, pengaduk, pendingin balik, labu leher tiga, termometer, termokopel, pemanas, termokontrol, statif dan klem serta bejana minyak pemanas. Semua alat tersebut tersaji dalam gambar rangkaian alat di gambar 2.



Gambar 2. Rangkaian alat penelitian: (1) Motor pengaduk; (2) Pengaduk; (3) Pendingin balik; (4) Labu leher tiga; (5) Termometer; (6) Termokopel; (7) Pemanas; (8) Bejana minyak pemanas; (9) Kontrol suhu.

Pada penelitian ini, variabel yang dipilih sebagai variabel tetap adalah kecepatan pengadukan 400 rpm, jumlah katalis 3%, serta rasio gliserol/CPO 4. Sedangkan variabel yang dipilih sebagai variabel bebas adalah suhu reaksi (level bawah : 75 °C, level tengah : 90 °C, dan level atas : 105 °C), jumlah pelarut/10 gr CPO (level bawah=15 gram, level tengah=20, dan level atas=25), dan waktu (level bawah=3, level tengah=4, dan level atas=5). Percobaan dirancang dengan metode Central Composite Design sehingga jumlah run percobaan yang harus dilakukan sebanyak 16. Respon atau parameter yang diamati selama percobaan adalah konversi trigliserida menjadi mono dan digliserida. Data yang diperoleh diolah dengan Response Surface Methode (RSM) untuk mencari kondisi optimumnya.

Karakteristik minyak sawit yang dianalisa meliputi kadar asam lemak bebas, kandungan monogliserida, digliserida, trigliserida awal serta bilangan Iod. Analisa dilakukan dengan menggunakan metode analisa Kromatografi Kolom di laboratorium Semarang Growth Center, Bendan Duwur, Semarang

3. Hasil dan Pembahasan

Hasil karakterisasi bahan baku CPO/minyak sawit adalah kandungan Asam Lemak Bebas (ALB) 3,12%, kandungan mono gliserida awal sebesar 10,22%, kadar digliserida awal sebesar 22,60%, serta kandungan trigliserida awal sebesar 62,88%. Sampel hasil proses gliserolisis minyak sawit dengan menggunakan pelarut n-butanol menurut rancangan eksperimen dianalisa kadar mono dan digliserida serta trigliserida dan asam lemak bebasnya dengan menggunakan metode analisa Kolom Kromatografi di Laboratorium Semarang Growth Center, Bendan, Semarang. Hasil disajikan dalam kolom 5 dari tabel 1 .

Tabel 1. Hasil percobaan dan hasil prediksi dengan persamaan model matematis.

Run	X ₁	X ₂	X ₃	Y _o	Y _p	(Y _o -Y _p)
1	75.0	3.00	15.00	72.26	76.13	-3,87
2	75.0	3.00	25.00	70.07	67.68	2,39
3	75.0	5.00	15.00	71.04	66.45	4,59
4	75.0	5.00	25.00	64.49	66.95	-2,46
5	105.0	3.00	15.00	74.89	72.94	1,95
6	105.0	3.00	25.00	54.59	59.69	-5,1
7	105.0	5.00	15.00	68.49	71.39	-2,9
8	105.0	5.00	25.00	66.48	67.11	-0,63
9	64.8	4.00	20.00	62.63	65.64	-3,01
10	115.2	4.00	20.00	66.84	63.09	3,15
11	90.0	2.32	20.00	73.25	73.12	0,13
12	90.0	5.68	20.00	71.82	71.21	0,61
13	90.0	4.00	11.59	73.52	76.01	-2,49
14	90.0	4.00	28.41	68.51	65.29	3,22
15	90.0	4.00	20.00	77.10	77.61	-0,51
16	90.0	4.00	20.00	77.99	77.61	0,38

Keterangan :

X₁ : Variabel Suhu (°C) X₂ : Variabel Rasio Gliserol/CPO X₃ : Variabel Katalis (%)
Y_o : konversi yang diperoleh dari hasil percobaan Y_p : konversi yang diperoleh dari hasil regresi

Tabel 2. Estimasi efek dan harga koefisien persamaan model

	Efek	Koefisien reg
Rata-rata/Intercept.	70.60757	77.60757
(1)Suhu (°C)(L)	-1.51421	-0.75710
Suhu (°C)(Q)	-9.36015	-4.648008
(2)Waktu (Jam)(L)	-1.13129	-0.56565
Waktu (Jam)(Q)	-3.84472	-1.92236
(3)Jml pelarut/10gr CPO(L)	-6.36835	-3.18417
Jml pelarut/10gr CPO(Q)	-4.91952	-2.45976

1L by 2L	4.07000	2.03500
1L by 3L	-2.39500	-1.19750
2L by 3L	4.48000	2.24000

Persamaan model matematika yang diperoleh adalah sebagai berikut :

$$Y = 77.60757 - 0.7571 x_1 - 0.56565 x_2 - 3.18417 x_3 + 2.035 x_1 x_2 - 1.1975 x_1 x_3 + 2.24 x_2 x_3 - 4.68008 x_1^2 - 1.92236 x_2^2 - 2.45976 x_3^2$$

$$x_1 = (T-90)/15 \quad x_2 = t - 4 \quad x_3 = (z - 20)/5$$

Keterangan : T = suhu (°C) t = waktu (jam) Z = Jumlah pelarut/10 gram CPO

Uji signifikansi persamaan model regresi/ matematika dilakukan dengan menggunakan hipotesa H_0 dan H_1 serta tabel analisa varian (tabel 9).

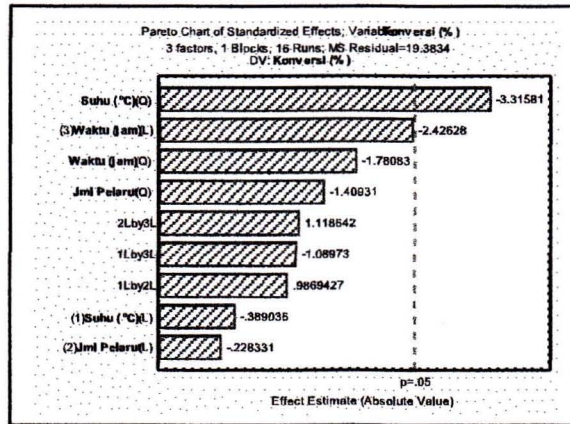
H_0 : semua parameter/ koefisien regresi mempunyai harga 0 (kecuali B_0).

H_1 : paling sedikit 1 parameter/ koefisien regresi tidak mempunyai harga 0.

Harga F perhitungan adalah 3,55. Sedangkan harga $F_{9,6}$ ($F_{T-1, N-T}$) pada tabel distribusi F dengan tingkat kepercayaan $\alpha = 10\%$ adalah 2,96. H_0 dinyatakan ditolak jika $F < F_{9,6}$ yang berarti bahwa semua parameter/ koefisien regresi tidak berharga 0. Kemudian, untuk melihat harga yang teramati dengan harga prediksi bisa dilihat dalam Gambar 3.

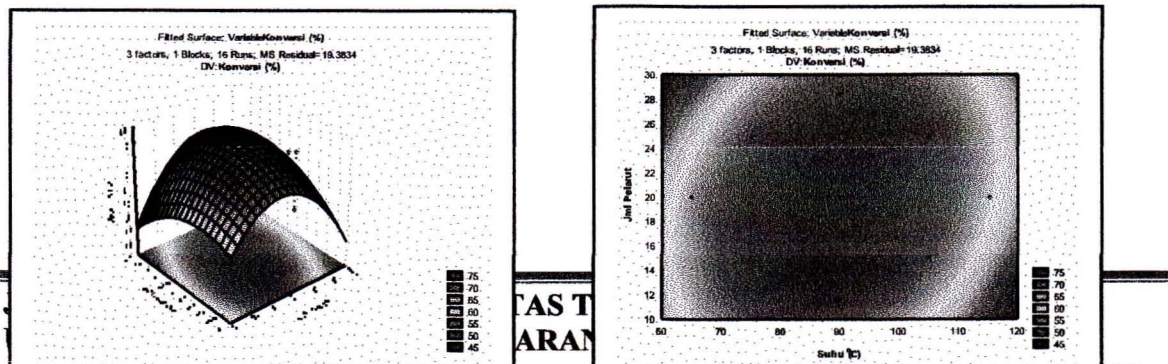
Tabel 3. Analisa Varian (ANOVA)

Sumber	dk	Sum Square (SS)	Mean Square (MS)	F hitung	F tabel p=0,01
Model Regresi	9	654,37	72,71	3,55	2,96
Error/Residual	6	122,77	20,46		
Total	15	772,7			



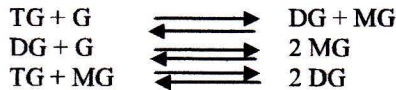
Gambar 3. Grafik pareto efek terstandarisasi dari konversi

Dari gambar 3 (grafik pareto) terlihat bahwa harga efek variabel suhu (Q) dan jumlah pelarut/10 gr CPO (L) melebihi garis $p=0,05$ sedangkan harga efek dari variabel lain tidak melewati garis $p=0,05$. Ini berarti bahwa variabel suhu (Q) dan jml pelarut/10 gr CPO (L) merupakan variabel yang paling berpengaruh terhadap konversi proses reaksi gliserolisis dengan CPO menjadi mono dan diasil gliserol, sedangkan pengaruh variabel yang lain terhadap hasil kurang signifikan. Kondisi operasi optimum dicari dengan melihat grafik optimasi 3 dimensi dan grafik kontur permukaan dari variabel suhu dan jml pelarut/10 gr CPO yang terdapat pada gambar 4.

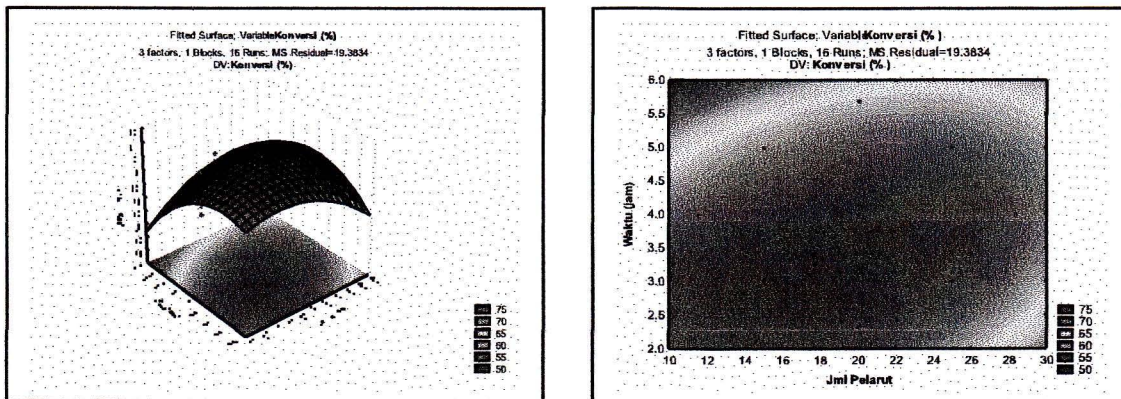


Gambar 4. Grafik optimasi 3 dimensi dan kontur permukaan untuk variabel suhu ($^{\circ}\text{C}$) dan jumlah pelarut/10gr CPO

Dari grafik optimasi 3 dimensi dan kontur permukaan diperoleh bahwa konversi optimum dapat dicapai jika jumlah pelarut/10 gr CPO antara 12 - 20. Reaksi gliserolisis ini merupakan reaksi *reversible*, dengan tahapan reaksi :



Jumlah gliserol yang berlebih (secara stoikiometri) dapat meningkatkan pembentukan mono dan digliserida. Semakin besar jumlah pelarut/10 gr CPO, konversi trigliserida menjadi mono dan digliserida akan semakin besar, sampai pada batas rasio tertentu. Di bawah angka 12 kenaikan jumlah pelarut/10 gr CPO akan menyebabkan meningkatnya kelarutan CPO dalam gliserol sehingga dapat terjadi kontak dan tumbukan antar molekul. Sedangkan di atas angka 20 terjadi penurunan konversi yang disebabkan oleh meningkatnya jumlah pelarut dan turunnya konsentrasi CPO dan gliserol dalam larutan. Menurunnya konsentrasi CPO dan gliserol mengakibatkan tumbukan antar molekul yang menimbulkan terjadinya reaksi menjadi berkurang sehingga konversi reaksinya juga turun. Pengaruh jumlah pelarut/10 gr CPO yang melebihi batas nilai maksimum tidak akan meningkatkan *yield*. Pengaruh jumlah pelarut/10 gr CPO terhadap konversi reaksi gliserolisis ini dapat dilihat dari gambar 4 dan gambar 5. Dari gambar tersebut terlihat bahwa kurva yang dihasilkan berbentuk parabola sempurna, sehingga memudahkan untuk menentukan kondisi operasi optimumnya. Meskipun demikian, dari gambar kontur permukaan (4 dan 5) dapat diperkirakan secara kasar jumlah pelarut/10 gr CPO yang optimum dimana jumlah pelarut/10 gr CPO optimum ini diperkirakan terjadi pada kisaran 12 - 20 pada kisaran suhu 80 - 100 $^{\circ}\text{C}$.



Gambar 5. Grafik optimasi 3 dimensi dan kontur permukaan untuk variabel jumlah pelarut/10gr CPO dan waktu

Pengaruh waktu terhadap konversi reaksi gliserol ini dapat dilihat dari gambar 5 dan gambar 6, khususnya pada gambar 5 dimana kurva pengaruh waktu terhadap konversi reaksi gliserolisis pada kisaran 2,5 - 4,5 jam. Pada saat waktu dibawah 2,5 jam, lamanya waktu akan menaikkan konversi reaksi. Semakin lama waktu reaksi maka tumbukan antar molekul juga semakin besar. Akan tetapi, apabila suhu di atas 4,5 jam maka lamanya waktu akan menyebabkan turunnya konversi reaksi. Hal ini terjadi karena lamanya waktu sampai di atas 4,5 jam akan menyebabkan pelarut n-butanol yang mempunyai titik didih 117,3 $^{\circ}\text{C}$ lebih banyak pada fase uap sehingga kelarutan CPO dalam gliserol akan menurun. Sebab pada saat waktu di bawah 2,5 jam minyak dalam gliserol

menjadi sangat rendah. Sehingga, dengan waktu di atas 4,5 jam maka kelarutan minyak dalam gliserol akan mudah meningkat.

Kelarutan CPO dalam gliserol dapat berjalan dengan baik pada suhu yang cukup tinggi. Hal ini dikarenakan suhu dapat meningkatkan kelarutan CPO dalam gliserol. Semakin homogen campuran, semakin banyak molekul yang bertumbukan dan terjadi reaksi yang menghasilkan produk. Pada reaksi ini gliserol yang polar harus ditingkatkan kelarutannya pada minyak yang cenderung bersifat non polar, yaitu dengan menaikkan



suhu reaksi. Temperatur yang cukup tinggi diperlukan untuk meningkatkan kelarutan minyak (fase tri gliserid) dalam gliserol. Semakin banyak gliserol yang larut dan bereaksi dengan CPO, makin besar pula konversi yang diperoleh. Pada penelitian ini kondisi optimum bisa dicapai jika harga variabel suhu pada kisaran 80 - 100 °C.

Pengaruh suhu terhadap konversi reaksi gliserol ini dapat dilihat dari gambar 4 dan gambar 6, khususnya pada gambar 6 dimana kurva pengaruh suhu terhadap konversi reaksi gliserolisis berbentuk parabola. Kondisi suhu optimum dicapai pada kisaran 80-100 °C. Pada suhu dibawah 80 °C, kenaikan suhu akan meningkatkan konversi reaksi. Dengan meningkatnya suhu, molekul-molekul akan mendapatkan energi dan bebas bergerak sehingga akan menimbulkan terjadinya tumbukan yang menghasilkan reaksi. Tetapi setelah mencapai suhu 100 °C, kenaikan suhu akan menyebabkan turunnya konversi reaksi. Hal ini terjadi karena kenaikan suhu sampai di atas 100 °C akan menyebabkan pelarut n-butanol yang mempunyai titik didih 117,3 °C banyak berada dalam fase uap sehingga kelarutan CPO dalam gliserol akan menurun. Menurunnya kelarutan CPO dalam gliserol, menyebabkan tumbukan antar molekul minyak dengan gliserol akan berkurang sehingga konversi reaksi akan menurun. Seperti yang telah dijelaskan dalam tinjauan pustaka bahwa kelarutan minyak dalam gliserol sangat rendah pada suhu yang rendah. Sehingga untuk meningkatkan kelarutan minyak dalam gliserol dapat dilakukan dengan menaikkan suhu reaksi atau dengan menggunakan pelarut.

4. Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh adalah variabel suhu dan jumlah pelarut/10 gr CPO merupakan variabel yang sangat berpengaruh, semakin besar jumlah pelarut/10 gr CPO, maka konversi trigliserida menjadi mono dan di gliserida akan semakin besar, sampai pada batas nilai rasio tertentu, penggunaan pelarut n-butanol dapat menurunkan suhu reaksi dari 220 - 250 °C menjadi 80 - 100 °C tanpa menurunkan konversi reaksi. Kondisi optimum yang dihasilkan pada variabel suhu adalah antara 80 - 100 °C, variabel waktu adalah antara 2,5 - 4,5 jam, variabel jumlah pelarut/10 gram CPO adalah antara 12 - 20 dan hasil konversi optimumnya adalah antara 70 - 75 %, persamaan model matematika yang diperoleh adalah:

$$Y = 77.60757 - 0.75710x_1 - 0.56565x_2 - 3.18417x_3 + 2.03500x_1x_2 - 1.19750x_1x_3 + 2.24000x_2x_3 - 4.68008x_2^2 - 1.92236x_2x_3 - 2.45976x_3^2$$

Ucapan Terima Kasih

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada

- Direktorat Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional yang telah mendanai penelitian ini.
- Dini Apriaziam Hakim dan Indah Haryani Putri S yang telah membantu pelaksanaan penelitian ini.

Daftar Pustaka

Anonym, (2005), "Blueprint Rencana Pengembangan CPO dan Produk Turunannya", Balitbang-Deptan, Jakarta.

Anonym, (2006), "Laporan Perdagangan CPO dan Olein", Jakarta Future Exchange, Jakarta.

BPS, (2000-2005), "Statistik Perdagangan Luar Negeri Indonesia" vol 2 Jakarta.

Budi, F.S, et al (2001), "Pengembangan Proses Konversi Minyak Sawit (CPO) menjadi Polyurethane", Thesis, Program Pascasarjana ITB, Bandung.

Corma A. et.al (1997), "Catalysts for the Production fine Chemicals-Production of Food Emulsifiers, Monoglycerides, by Glycerolysis ofa fats Solid base Catalysts", Journal of Catalysis vol 173, hal: 315-321

Kimmel T. et al, (2004), "Kinetic Investigation of The Base-Catalyzed Glyserolysis of Fatty Acid Methyl Ester", Genehmigte Dissertation. Technischen Universitat Berlin, Berlin, Germany.

Kaewthong W, et al, (2005), "Continuous Production of Monoacylglycerols by Glycerolysis of Palm Olein with Immobilized Lipase", Journal of Process Biochemistry, Elsevier, vol 40 hal 1525-1530.

Kaewthong W, et al, (2004), "Glycerolysis of Palm Olein by Immobilized Lipase PS in Organic Solvent", Journal Enzim and Microbial Technology, Elsevier, vol 35 hal 218-222.

Noureddini H. et. al, (1997), "Glycerolysis of Fats and Methyl Esters", Journal of Biomaterials, University of Nebraska, Lincoln.



SEMINAR REKAYASA KIMIA DAN PROSES, 4-5 Agustus 2010

ISSN : 1411-4216

Noureddini H. et. al, (1992), "*Physical Properties of Oils and Mixtures of Oils*" Journal American Oil Chemistry Society, vol 69.

Noureddini H. et. al, (2004), "*A Continuous Process For The Glycerolysis of Soybean Oil*", Journal of American Oil Chemistry Society vol 81 no 2 Hal. 203-207