

OPTIMASI SUHU WAKTU DAN JUMLAH DEHIDRATOR P₂O₅ UNTUK MEDEHIDRASI RISINOLEAT CASTOR OIL MENJADI ASAM LINOLEAT TERKONJUGASI

Marham Sitorus¹ dan Ani Sutiani²

¹²Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Medan, Jl. Willem Iskandar Psr V Medan Estate, E-mail: marham.sitorus@gmail.com

Diterima 7 September 2013, disetujui untuk publikasi 22 September 2013

Abstract Telah dilakukan optimasi suhu, waktu dan jumlah dehidrator P₂O₅ optimal untuk mendehidrasi *castor oil* menjadi Asam Linoleat Terkonjugasi. Reaksi dilakukan dengan cara refluks dengan memvariasi salah satu faktor dengan dua faktor yang lain tetap. Analisis hasil dilakukan dengan kombinasi alat GC dan GC-MS yang dibandingkan dengan standar maka kondisi optimal adalah: suhu 200°C, waktu 4 jam dan 3%(b/b) P₂O₅. Konversi (yield) yang diperoleh pada suhu optimal adalah 97,94%...

Kata kunci:
optimasi,
dehidrasi, risinoleat,
castor oil dan asam
linoleat terkonjugasi

Pendahuluan

Dehidrasi adalah eliminasi air dari suatu molekul dengan suatu agen penarik air (dehidrator) atau suatu katalis. Beberapa dehidrasi alkohol telah dilakukan antara lain dengan katalis analsim [1], dengan zeolit yang telah didealuminasi [2], dengan alunina aktif [3] dengan karbon aktif yang diiterkalasi dengan tembaga [4] dengan asam sulfat [5]. Secara termodinamik juga reaksi dehidrasi juga sudah banyak dikaji antara lain kajian terhadap dehidrasi n-butanol [3,6]. Dehidrator untuk mendehidrasi risinoleat pada *castor oil* harus kemoselektif agar tidak bereaksi dengan gugus fungsi lain [7,8].

Telah diperoleh bahwa P₂O₅ adalah salah satu dehidrator yang kemoselektif dan sekaligus juga bersifat sebagai katalisator sehingga dapat mempercepat laju dehidrasi [11]. Dalam kajian ini dilakukan studi penentuan kondisi optimal dehidrator P₂O₅ yaitu waktu, suhu dan jumlah (%b/b) pada dehidrasi risinoleat *castor oil* menjadi asam linoleat terkonjugasi. Ketiga faktor tersebut adalah merupakan faktor eksternal dan merupakan faktor yang berperan dalam laju suatu reaksi [9]. Gugus hidroksil (-OH) pada risinoleat mempunyai 2 hidrogen alfa terhadap alkena, maka akan diperoleh dua hasil yaitu

linoleat dan linoleat terkonjugasi sebagai produk yang lebih dominan [10].

Setiap pengkajian satu para meter, maka dibuat dua parameter lain tetap dengan reaksi dilakukan dalam kondisi Nitrogen untuk mencegah reaksi oksidasi dan menambahkan serbuk seng (Zn) sebagai agen anti polimerisasi. Reaksi dilakukan dengan mereduksi tekanan untuk menarik air pada tabung silikagel untuk menggeser kesetimbangan ke arah produk sehingga akan memaksimalkan hasil yang diperoleh. Hasil reaksi dipandu dengan analisis hasil dehidrasi tiap faktor yang diujikan untuk mendapatkan data tentang laju reaksi. Kondisi optimal adalah data kromatogram dengan laju pertambahan produk atau laju pengurangan risinoleat paling besar. Identifikasi adalah berdasarkan data GC-MS, spektra FTIR dan UV [11,12].

Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah berbagai alat gelas, satu set alat refluks yang dihubungkan dengan pompa, alat GC Shimadzu dan GC-MS Shimadzu QP2010S. Sedangkan bahan kimia habis pakai adalah logam Na, metanol, P₂O₅, castor oil, akuades dan pH universal.

Pelaksanaan Penelitian

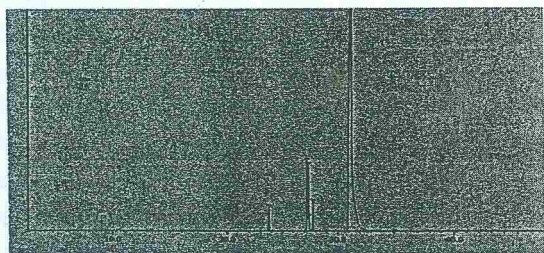
Setiap pengkajian faktor dalam berbagai variabel, maka dibuat dua faktor yang lain tetap. Reaksi dehidrasi dilakukan pada kondisi alir gas Nitrogen dengan tekanan 50-70 mmHg, kecepatan pengadukan 800 – 1000 rpm dan menggunakan 0,1g serbuk Zn sebagai antipolimerisasi dengan tahapan sebagai berikut.

- Kajian waktu: 1,2,3,4 jam dengan dehidrator P₂O₅ 2 % b/b dan suhu 175°C.
- Kajian suhu: 100, 125, 150, 175, 200, 225°C dengan P₂O₅ 2 %b/b dan waktu 1,5 Jam.
- Kajian jumlah P₂O₅ : 1, 2, 3, 4, 5 % b/b dengan suhu 200°C dan waktu 1,5 Jam.

Setiap faktor yang dikaji dianalisis dengan GC untuk mendapatkan laji pengurangan risinoleat atau laju pertambahan asam linoleat terkonjugasi. Identifikasi dilengkapi dengan analisis dengan GC-MS.

Hasil Dan Pembahasan

Minyak jarak (Castor oil) yang digunakan adalah yang digunakan dalam pada penelitian ini adalah yang diperdagangkan (komersil) dengan kadar risinoleat 85,26 % dengan waktu retensi 31,26 menit kromatogram sebagai berikut.



Gambar 1. Kromatogram minyak jarak (castor oil) bahan dasar

Studi Waktu Dehidrasi

Pengkajian faktor waktu reaksi sangat penting untuk memperkirakan laju suatu reaksi senyawa organik yang pada umumnya berlangsung dengan laju yang relatif lambat. Salah satu faktor yang mempengaruhi laju reaksi adalah halangan ruang (efek sterik) yaitu kesesakan ruang suatu molekul. Risinoleat adalah suatu molekul besar namun diperkirakan halangan ruang tidak berpengaruh signifikan karena dehidrator berukuran kecil dan struktur risinoleat pada

kenyataannya adalah dalam bentuk garpu tala. Mekanisme reaksi dehidrasi risinoleat adalah melalui mekanisme E₁ (orde 1) karena posisi – OH adalah pada atom karbon sekunder sehingga ion karboniumnya sebagai intermediet distabilkan oleh resonansi.

Secara kinetika untuk mengkaji tiga faktor eksternal yaitu waktu reaksi, suhu dan jumlah dehidrator dilakukan secara parsial yaitu untuk mengkaji pengaruh salah satu faktor maka dua faktor lain dibuat konstan sebagai kontrol. Untuk kajian waktu dehidrasi dilakukan pada kondisi : suhu 175°C dengan jumlah dehidrator 2% (w/w), pengurangan tekanan 50 – 70 mmHg dan kecepatan pengadukan 800 – 1000 rpm serta pemberian 0,1 g serbuk Zn sebagai agen antipolimerisasi. Berdasarkan penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar asam linoleat terkonjugasi (ALT) pada tabel 1, maka diasumsikan bahwa reaksi telah sempurna pada waktu 4 jam yang merupakan waktu optimal.

Tabel 1. Perobahan kadar risinoleat dan ALT pada dehidrasi risinoleat pada kondisi 2 % w/w P₂O₅ dan 175°C dengan variasi waktu

Waktu(Jam)	Perobahan kadar (%) ^a	
	Risonoleat	ALT
m. jarak	86,40	4,74
1	61,67	12,78
2	31,77	34,62
3	17,48	44,24
4 ^b	3,36	53,56

a. relatif terhadap luas puncak

b. waktu optimal

Studi Suhu Dehidrasi

Suhu adalah faktor eksternal yang paling berperan dalam penentu laju dan kesempurnaan suatu reaksi. Kajian suhu dilakukan dengan variasi suhu 100 – 225°C dengan interval 25°C dimana dua kondisi lain konstan sebagai kontrol yaitu yaitu waktu 1,5 jam dengan jumlah dehidrator 2 % (w/w) P₂O₅. Reaksi dijalankan pada kondisi pengurangan tekanan 50 – 70 mmHg dan kecepatan pengadukan 800 – 1000 rpm dan pemberian 0,1 g serbuk Zn sebagai agen antipolimerisasi. Penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar ALT dinalisis dengan GC dengan suhu optimal adalah 200°C seperti pada tabel 2

Tabel 2. Perubahan kadar risinoleat dan ALT pada dehidrasi risinoleat dengan 2 % w/w P_2O_5 dengan waktu reaksi 1,5 jam dengan variasi suhu.

Suhu (°C)	Perubahan kadar (%) ^a	
	Risinoleat	ALT
m. jarak	86,40	4,74
100	85,67	6,14
125	81,66	7,37
150	76,77	5,65
175	72,60	7,60
200 ^b	59,08	17,50
225	10,87	13,19

a. relatif terhadap puncak

b. suhu optimal

Studi Jumlah Dehidrator Pada Dehidrasi

Dehidrator P_2O_5 adalah katalis heterogen sehingga jumlah dehidrator digunakan adalah berdasarkan perbandingan berat per berat (b/b) terhadap minyak jarak. Dalam penelitian ini dilakukan kajian jumlah dehidrator pada kondisi : suhu 200°C, waktu 1,5 jam dan penambahan serbuk Zn sebagai agen antipolimerisasi. Penurunan kadar risinoleat dan kenaikan kadar ALT diikuti dengan GC diperoleh jumlah optimal adalah 3% (b/b) seperti pada tabel 3.

Tabel 3. Perubahan kadar risinoleat dan kadar ALT pada dehidrasi risinoleat dengan P_2O_5 pada suhu 200°C dengan waktu 1,5 jam dengan variasi jumlah dehidrator

Jumlah Dehidrator (% w/w)	Perubahan kadar (%) ^a	
	Risinoleat	ALT
M. Jarak	86,40	4,74
1	75,34	9,55
2	59,08	17,49
3 ^b	48,51	23,95
4	0,16	20,66
5	0,0	4,00

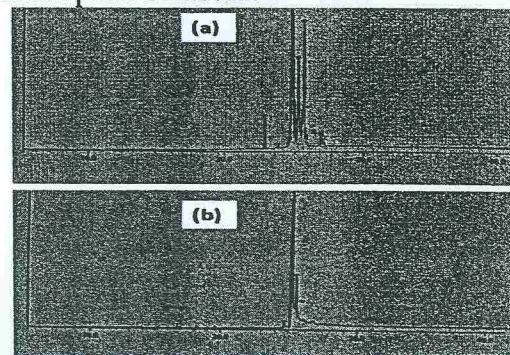
a. relatif terhadap luas puncak

b. jumlah dehidrator optimal

Dehidrasi Risinoleat Castor Oil Dengan P_2O_5 Pada Kondisi Optimal

Hasil studi kondisi reaksi dehidrasi menunjukkan bahwa kondisi paling optimal untuk dehidrasi risinoleat dalam minyak jarak adalah : waktu reaksi 4 jam, suhu 200°C dan jumlah dehidrator P_2O_5 3 % (w/w) terhadap

minyak jarak. Selanjutnya dilakukan dehidrasi pada kondisi tersebut (3% w/w P_2O_5 dan suhu 200°C) dengan konversi (Yield) adalah 97,94 % berdasarkan data GC yan dibandingkan dengan standar pada Gambar2.



Gambar2. Kromatogram GC - MS [a]. hasil dehidrasi risinoleat minyak jarak pada kondisi optimal 4 jam, 3 % w/w , P_2O_5 , 200°C dan [b]. standar ALT

Kesimpulan

Dehidrasi risinoleat castor oil optimal pada kondisi: 2 jam, 200°C dan jumlah P_2O_5 3% (b/b) terhadap castor oil dengan konversi (Yield) adalah sebesar 97,94 %.

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih disampaikan pada DP2M DIKTI yang mendanai penelitian ini melalui Skim Hibah Bersaing. Terima kasih juga disampaikan kepada Prof. Dr. Hari Agusnar, M. Sc Kepala Laboratorium Kimia USU atas pembuatan kromatogram.

Daftar Pustaka

- [1]. Linawati M, 1999, Kajian Awal Dehidrasi n-butanol Menjadi Senyawa Butena Dengan Katalis Analsim, *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia* (Surabaya 24-25 November) p 127 – 135.
- [2]. Nasikin M, 1999, Dealuminasi Untuk Meningkatkan Stabilitas Thermal Zeolit Alam Sebagai Katalis Reaksi Dehidrasi Etanol Menjadi Etilen, *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia* (Surabaya 24-25 November) p 136 – 144.
- [3]. Nurhayati M dan Subagio, 1999, Kinetika Dehidrasi n-Butanol Pada Katalis Alumina Aktif, *Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia* (Surabaya 24-25 November) p 145 – 152.

- [4]. Rusman, I. Izulfallah dan R.H.A. Sahirul Alim, 2000, The Intercalation Copper Into Active Carbon and Its Application as a Catalyst for n-Amil alcohol Dehydration, Indonesian Journal of Chemistry, Vol 4, p 23-29
- [5]. Sitorus. M; S. Ibrahim; H. Nurdin dan D. Darwis; 2010; Studi Kinetika Dehidrasi Risinoleat Minyak Jarak, Jurnal Riset Kimia, Vol 3 (2) p 139-144.
- [6]. Ginting. K; M. Ginting dan H. Sihotang; 2003; Dehidrasi Risinoleat Yang Terdapat Dalam Minyak Jarak (*Ricinus Communis L*) Menggunakan Molekuler Sieve Secara Refluks Dalam Beberapa Pelarut Organik (Tidak dipublikasi); *Lembaga Penelitian Lemlit USU Medan*.
- [7]. David.W. L; A. A. Wierzbicki and C. J. Field; 1999; Preparation of Conjugated Linoleic Acid from Safflower Oil *JAACS* Vol 76 (6), p 729 - 730.
- [8]. Bhowimic. D. N and A. N .Sarma; 1987; Dehydration of Castor Oil; *Ind. Eng. Chem. Prod*; Department of Oil and Paint Technology Kampur India
- [9]. Clark J; 2002; The Effect of Temperature on Reaction Rate; <http://www.chemguide.co.uk/physical/basicrate/temperature.html> (Accessed on September 10th 2013)
- [10]. Priest.W. G and J. D. Von Mikusch; 1997; Composition and Analysis of Dehydrated Castor Oil; *Woburn Degreasing Company of New Jersey* New York.
- [11]. Cristie .W. W ; 1998; Gas Chromatography - Mass Spectrometry Methods for Structural Analysis of Fatty Acid; *Lipids*, Vol 33 p 343 - 353.
- [12] Cristie .W. W; G. Dopson and R. O. Adlof; 2007; A Practical Guide to The Isolation, Analysis and Identification of Conjugated Linoleic Acid; *Lipids*, Vol 42 p 1073 - 1025.