

# PROSIDING



## TEKNIK KIMIA UNPAR BANDUNG, 4 MEI 2017



“TEKNOLOGI  
PROSES DAN PRODUK  
BERBASIS  
SUMBER DAYA ALAM  
INDONESIA”



JURUSAN TEKNIK KIMIA  
(PROGRAM S1 DAN S2)  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN  
BANDUNG



# PROSIDING



TEKNIK KIMIA UNPAR  
BANDUNG, 4 MEI 2017



“ TEKNOLOGI  
PROSES DAN PRODUK  
BERBASIS  
SUMBER DAYA ALAM  
INDONESIA ”



JURUSAN TEKNIK KIMIA  
(PROGRAM S1 DAN S2)  
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI  
UNIVERSITAS KATOLIK PARAHYANGAN  
BANDUNG





**PROSIDING  
SEMINAR NASIONAL  
TEKNIK KIMIA UNPAR 2017**

**Teknologi Proses dan Produk  
Berbasis Sumber Daya Alam Indonesia  
Bandung, 4 Mei 2017**

Hak Cipta ada pada Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknologi Industri Universitas Katolik Parahyangan  
Jl. Ciumbuleuit No.94, Bandung, Jawa Barat, Indonesia (40141)

Dilarang mengutip sebagian atau seluruh buku ini atau diperbanyak dengan tujuan Komersial dalam bentuk apapun tanpa seijin Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Universitas Katolik Parahyangan, kecuali untuk keperluan penulisan artikel atau karangan ilmiah dengan menyebutkan buku ini sebagai sumber.

Cetakan 1 : Mei 2017

ISSN 2477-1694



Jurusen Teknik Kimia,  
Fakultas Teknologi Industri  
Universitas Katolik Parahyangan



## PRAKATA

Puji syukur kami panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala rahmat dan anugerahNya sehingga Seminar Nasional Teknik Kimia Universitas Katolik Parahyangan (SNTKU) 2017 ini dapat terselenggara dengan baik. Seminar ini merupakan seminar nasional yang ke-13 kalinya yang diselenggarakan oleh Jurusan Teknik Kimia UNPAR sejak tahun 2003. Seminar ini dimaksudkan sebagai ajang tukar pendapat dan informasi, presentasi hasil-hasil penelitian, serta wahana komunikasi yang melibatkan berbagai institusi pendidikan, lembaga penelitian, industri, dan pemerintah untuk bersama-sama membangun jejaring dan sinergi untuk meningkatkan kemampuan riset dan teknologi serta ekonomi nasional.

Seminar nasional ini mengambil tema utama “Teknologi Proses dan Produk Berbasis Sumber Daya Alam Indonesia”. Pengambilan tema ini dilatarbelakangi oleh sangat diperlukannya inovasi dalam pengembangan teknologi proses dan produk untuk meningkatkan daya saing bangsa di tataran internasional. Sebagai negara yang kaya dengan sumber daya alam, Indonesia perlu secara sadar dan terus-menerus berinovasi dan mengembangkan riset di bidang teknologi proses dan produk sehingga kekayaan alam yang melimpah tersebut dapat diolah, ditingkatkan nilai tambahnya, dan dimanfaatkan semaksimal mungkin untuk kesejahteraan masyarakatnya.

Kami mengucapkan terima kasih kepada semua pihak atas dukungannya dalam pelaksanaan seminar ini. Secara khusus, kami ingin menyampaikan apresiasi yang setinggi-tingginya kepada para pembicara utama, pembicara undangan, maupun pemakalah sesi paralel, yang dalam kesibukannya yang tinggi, masih dapat meluangkan waktunya untuk berpartisipasi secara aktif dalam seminar ini.

Kami juga memohon maaf jika dalam pelaksanaan seminar ini masih terdapat kekurangan atau hal-hal yang kurang berkenan. Kritik dan saran yang membangun dari Bapak/Ibu/Saudara/i sangat kami harapkan agar penyelenggaraan seminar kami pada tahun-tahun mendatang dapat lebih baik lagi.

Akhir kata, kami mengucapkan, “Selamat mengikuti seminar. Semoga seminar ini dapat memberikan manfaat bagi kita semua. Tuhan memberkati.”

Bandung, 4 Mei 2017

Panitia





---

<b>Editor</b>	: Dr. Ir. Judy Retti Witono, M.App.Sc. Putri Ramadhany, S.T., M.Sc., PDeng. Kevin Cleary Wanta, S.T., M.Eng.
<b>Reviewer</b>	: Prof. Dr. Ir. Ign. Suharto, A.P.U. Dr. Ir. Judy Retti Witono, M.App.Sc. Dr. Arenst Andreas, S.T.,S.Si.,M.Sc. Dr. Herry Santoso, S.T., M.T.M. Dr. Tedi Hudaya, S.T., M.Eng.Sc. Ratna Frida Susanti, Ph.D Dr. Asaf Kleopas Sugih, Ir.





## Daftar Isi

Editor & Reviewer	iii
Daftar Makalah	iv

### MAKALAH PEMBICARA UTAMA

<b>Pemanfaatan Sumber Daya Hayati Laut Nonkonvensional</b>	I-1
--	-----

Agus Heri Purnomo

<b>Sinergi antara Teknologi Proses dan Produk</b>	II-1
---	------

Christianto Wibowo

### MAKALAH BIDANG KAJIAN

#### A – KERAMIK DAN MINERAL

<b>A1 Pembuatan <math>\alpha</math>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari Bijih Besi Lampung dengan Proses Leaching Asam Klorida dan Roasting</b>	
--	--

Agus Budi Prasetyo, Puguh Prasetyo, Eni Febriana, dan Wulan Cahyani

<b>A2 Uji Karakterisasi Hasil Percobaan Optimasi Proses Peleburan Alkali terhadap Hasil Samping Peleburan Bijih Timah</b>	
---	--

Eko Sulistiyono, F.Firdiyono, dan Yosephin Dewayani

<b>A3 Pengaruh Suhu dan Ukuran Partikel Bijih Laterit terhadap Perolehan Aluminium dalam Proses Ekstraksi Menggunakan Asam Sitrat</b>	
---	--

Kevin Cleary Wanta, Himawan Tri Bayu Murti Petrus, Indra Perdana, dan Widi Astuti

<b>A4 Peran Ferri Oksalat Dihidrat dalam Multi-Stage Bioprocess Treatments Guna Desulfurisasi Sulfur Organik dalam Batubara Tondongkura Sulawesi Selatan</b>	
--	--

Yustin Paisal dan Siti Khodijah Chaerun

<b>A5 Pengaruh Kecepatan Putar Ball Mill terhadap Distribusi Partikel Padatan pada Kominusi Ore Emas Sumbawa</b>	
--	--

Himawan T.B.M. Petrus, Achmad Dhaefi Ferdana, Hadhiansyah Ilhami, Arini Muthiah Rosmaya Putri, dan Agus Prasetya

<b>A6 Karakterisasi Hasil Reduksi Selektif Bijih Nikel Limonit yang Diikuti Pemisahan Magnetik Menggunakan XRD dan SEM-EDS</b>	
--	--

Wahyu Mayangsari dan Agus Budi Prasetyo

<b>A7 Percobaan Pembuatan Sodium Stannat Menggunakan Mineral Kasiterit (p.a) dengan Sodium Karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)</b>	
--	--

Lia Andriyah, Latifa Hanum Lalasari, dan Mitha Fitria Kurniawati

<b>A8 Kinetika Reaksi Pelarutan Mangan dari Bijih Mangan Kadar Rendah</b>	
---	--

Ahmad Royani dan Rudi Subagja

#### B – POLIMER DAN SUMBER DAYA ALAM

<b>B1 Pembuatan Asam Laktat dari Tandan Kosong Kelapa Sawit Menggunakan Katalis Basa</b>	
--	--

Apsari Puspita Aini, Johnner Sitompul, dan Carolus Borromeus Rasrendra





- B2 Sekam Padi sebagai Adsorben: Evaluasi Adsorpsi untuk Pewarna Tunggal dan Campuran**  
Lieke Riadi, Tuani Lidiawati, Tiara Hartono, dan Masruroh Deby Anggraini
- B3 Preparasi Biosorben dari Ampas Tebu untuk Sorpsi ion Cu<sup>2+</sup>**  
I Made Bendiyasa, Sofiyah, dan Nursepma Rismawati
- B4 Peranan Proses Elisitasi dan Perkecambahan untuk Meningkatkan Aktivitas Antioksidan dan Kandungan Senyawa Bioaktif Beras Coklat**  
Jaya Mahar Maligan, Fajar Ari Nugroho, dan Olivia Anggraeny
- B5 Pengeringan Rimpang Jahe (*Zingiber officinale*) dan Model Matematis Pengeringannya**  
Lie Hwa, Lanny Sapei, dan Elieser Tarigan
- B6 Pengujian Kualitas Air pada Pencelupan Kain Batik Katun dengan Ekstrak Daun Jati**  
Dwi Suherianto
- B7 Ekstraksi Gula Reduksi dari Alga *Ulva Lactuca* melalui Proses *Pre-treatment* secara *Liquid Hot Water* dan Proses Hidrolisis Menggunakan Enzim**  
Tri Poespowati, Ardi Riyanto, Hazlan, Rini Kartika Dewi, dan Ali Mahmudi
- B8 Pengaruh Suhu dan Waktu Penggorengan terhadap Kadar Vitamin C Keripik Papaya yang Diolah dengan *Vacuum Frying***  
Nia Hesti Aprilya, Ratna Frida Susanti, dan Andy Chandra

### C – ENERGI TERBARUKAN DAN TEKNIK REAKSI

- C1 Hidrolisis Tapioka Menggunakan Amilase Terimobilisasi pada Silika *Mesostructured Cellular Foam (MCF 9.2T-3D)***  
Bima Firmandana, Pirda Hiline N, Dian Anggitasari, Sherlyana, Lilis Hermida, dan Joni Agustian
- C2 Pembuatan Merkapto Etilester Asam Lemak dari Minyak Dedak Padi**  
I Dewa Gede Arsa Putrawan, Dinda Kirana Bestari, dan Cahya Adi Wicaksana
- C3 Pengembangan Pembangkit Listrik Biogas di Pabrik Kelapa Sawit Terantam, PTPN V, Riau**  
Irhan Febijanto
- C4 Dekarboksilasi Sabun Basa Mg/Zn/Cu/Al dari Lemak Biji Kayu Manis**  
Khairil Amri, Godlief Fredrik Neonufa, Tirto Prakoso, dan Tatang Hernas Soerawidjaja
- C5 Pengaruh Kombinasi Logam pada Reaksi Dekarboksilasi Sabun Basa terhadap Produk Biohidrokarbon Cairnya**  
Godlief Fredrik Neonufa, Khairil Amri, Tirto Prakoso, dan Tatang H. Soerawidjaja
- C6 Produksi Eksopolisakarida oleh *Azotobacter* pada Berbagai Konsentrasi Kadmium Klorida**  
Reginawanti Hindersah dan Pujawati Suryatmana
- C7 Studi Awal Produksi Dodecanedioic Acid melalui Proses Fermentasi Menggunakan *Candida tropicalis***  
Rifkah Akmalina, Johnner Sitompul, Ronny Purwadi, Listiani Artha, dan Vita Wonoputri
- C8 Formulasi Nanoemulsi Ekstrak Pegagan (*Centella asiatica (L) Urb*) dan Jahe (*Zingiber officinale Roscoe*) dengan Metoda Ultrasonik**  
Dewi Sondari





- C9 Pengaruh Suhu terhadap Sineresis pada Pembuatan Set Yogurt dengan Metode Analisa Tingkat Keasaman (pH), Nilai Viskositas, dan Kadar Protein**  
Elvi Kustiyah, Reni Masrida, dan Teguh Eko Prasetya

**D – ADVANCED MATERIAL DAN SISTEM PROSES**

- D1 Desain dan Optimasi Distilasi Ekstraktif Aseton-Metanol Menggunakan Air sebagai Pelarut**  
Sandy Wijaya, Andrew Mardone, Herry Santoso, dan Yansen Hartanto
- D2 Seleksi Inhibitor dan Aplikasinya untuk Larutan Pembersih Kerak *Falling Film Plate Evaporator* di Pabrik Gula Sulfitasi**  
Risvan Kuswurjanto dan Linda Mustikaningrum
- D3 Pengaruh Tekanan pada Ekstraksi Fluida Superkritik terhadap Komponen Kimia dalam *Zingiber officinale Rosc.***  
Dewi Sondari dan Eka Dian Pusfitasari
- D4 Simulasi *Unsteady State* Distilasi Reaktif Menggunakan Aspen Dynamics untuk Sintesis MTBE**  
David Delavo Setiadi, Tedi Hudaya, dan I Gede Pandega Wiratama
- D5 Simulasi Distilasi Vakum dan *Thin-Film Evaporator* untuk Memisahkan *Lube Oil* dari Fraksi Berat Minyak Pelumas Bekas**  
Renanto Handogo, Juwari Purwo Sutikno, Riszi Bagus Prasetyo, dan Hermansyah Citra
- D6 Model Laju Desorpsi Pupuk Urea Lepas Lambat yang Disintesis melalui Interkalasi Urea ke dalam Bentonit Alam Asal Lampung**  
Lilis Hermida, Joni Agustian, Ajeng Ayu Puspasari, Fitriani Wulandari, dan Lamando Aquan Raja
- D7 Rancangan Konseptual Pengolahan Nikel Kadar Rendah Skala *Pilot Plant***  
Yustin Paisal, Andi Ilham Samanlangi, Andi Amrullah, dan Moh. Khadir Noor
- D8 Combined Absorption Ion Exchange pada Gas Karbodioksida Menggunakan Resin Basah Penukar Anion untuk Pemurnian Biogas**  
N.F. Palestine, Wiratni, dan A. Mindaryani





## Pembuatan Merkapto Etilester Asam Lemak dari Minyak Dedak Padi

I Dewa Gede Arsa Putrawan<sup>1\*</sup>, Dinda Kirana Bestari<sup>2</sup>, dan Cahya Adi Wicaksana<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Kelompok Keahlian Perancangan & Pengembangan Produk Teknik Kimia

<sup>2</sup> Program Studi Sarjana Teknik Kimia

Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Bandung,

Jalan Ganesha 10 Bandung 4132

\* Email: idewa@che.itb.ac.id

### Abstrak

Merkapto etilester asam lemak (MEAL) merupakan bahan baku stabilizer termal PVC. MEAL saat ini diproduksi dari asam lemak minyak pinus (*tall oil fatty acid*) dan merkapto etanol. Asam lemak minyak pinus, yang merupakan hasil samping dalam proses pengolahan kayu pinus menjadi kertas, belakangan ini semakin terbatas. Minyak dedak padi dipandang sebagai salah satu alternatif untuk menggantikan asam lemak minyak pinus. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pembuatan MEAL dari minyak dedak padi. Serangkaian percobaan dilakukan untuk mengetahui pengaruh jumlah katalis dan kelebihan merkaptoetanol terhadap perolehan dan kemurnian MEAL dimana kemurnian diukur sebagai kadar merkapton. Percobaan dilakukan pada temperatur 70°C dan dengan asam kuat sebagai katalis. Tempuhan percobaan divariasikan mengikuti rancangan faktorial penuh 2<sup>k</sup>. Dalam batas-batas kondisi yang dikaji, perolehan MEAL berada pada rentang 68% s/d 87% (rata-rata 80%) sedangkan kadar merkapton berada pada rentang 7,2% s/d 8,5% (rata-rata 8,1%). Semakin banyak katalis atau semakin besar kelebihan merkaptoetanol, semakin besar perolehan dan kemurnian MEAL yang dihasilkan.

**Kata Kunci:** merkapto etilester, asam lemak, minyak dedak padi.

### Abstract

Mercapto ethylester of fatty acid (MEFA) is raw material for PVC thermal stabilizer. Presently, MEFA is produced from mercapto ethanol and tall oil fatty acid. Recently, tall oil fatty acid which is a byproduct in producing paper from pine woods, is getting limited. Rice bran oil is considered as an alternative for tall oil fatty acid. This research is aimed to study the synthesis of MEFA from rice bran oil. A series of experiments were conducted to find the effects of the amount of catalyst and the excess of mercaptoethanol on the yield and purity of MEFA where purity was measured as mercaptan content. The experiments were carried at a temperature of 70 °C and with a strong acid as catalyst. The experimental runs were varied according to a 2<sup>k</sup> full factorial design. Under the range of the studied conditions, the yield was in the range of 68% to 87% (80% by average), while the mercaptan content of the products was in the range of 7.2% to 8.5% (8.1% by average). The larger the amount of catalyst or excess of mercapto ethanol, the higher the yield and purity of MEFA obtained.

**Keywords:** mercapto ethylester, fatty acid, rice bran oil.

### PENDAHULUAN

Merkapto etilester asam lemak (MEAL) merupakan bahan baku pembuatan stabilizer termal polivinilklorida (PVC). Stabilizer termal ditambahkan ke dalam PVC untuk mencegah kerusakan akibat penggerjaan panas (Wallenwein, 2006). Pada temperatur melebihi 180°C, cacat struktur pada PVC mengakibatkan pelepasan HCl (Starnes, 2012). Pelepasan HCl tersebut merupakan proses autokatalitik sehingga semakin lama semakin banyak bagian PVC yang mengalami degradasi. Penambahan stabilizer termal mencegah pelepasan HCl dan/atau mengikat HCl yang terbentuk. Degradasi termal menyebabkan perubahan warna dan penurunan kekuatan PVC. Senyawa-senyawa dari kelompok alkiltinmerkaptona merupakan stabilizer termal yang

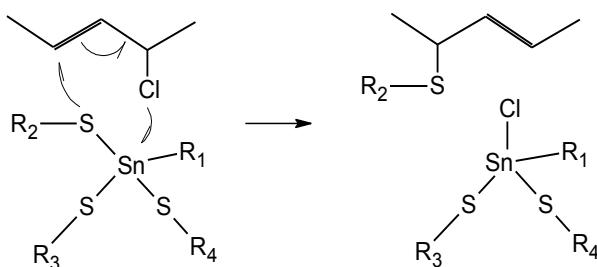
banyak digunakan untuk PVC kaku, sebagai contoh, pipa PVC. **Gambar 1** menyajikan mekanisme stabilisasi dari alkiltinmerkaptona (Schiller, 2015). Stabilizer termal PVC berbasis timah seperti kelompok alkiltinmerkaptona telah menggeser penggunaan stabilizer berbasis timbal. Salah satu pasar yang didominasi adalah Amerika Serikat (Hope dan Sewell, 2014).

MEAL saat ini diproduksi dari asam lemak minyak pinus (*tall oil fatty acid*), yang dikenal sebagai TOFA, melalui esterifikasi menggunakan merkaptoetanol. TOFA diproduksi sebagai hasil samping pabrik kertas berbahan baku kayu pinus (Shahidi, 2005). Keterbatasan kayu pinus, peraturan lingkungan yang semakin ketat dan diversifikasi aplikasi TOFA mengakibatkan pasokan TOFA menjadi semakin terbatas. Untuk mengatasi



kelangkaan TOFA, perlu dicari alternatif bahan baku pembuatan MEAL.

Minyak dedak padi (MDP) diproduksi dari dedak padi, hasil samping penggilingan padi. Penggilingan padi membagi gabah kering giling menjadi tiga bagian, yakni beras putih, sekam dan dedak, masing-masing menyumbang berat kira-kira sebesar 70%, 20% dan 10%. Dedak padi mengandung  $\pm 10\%$  minyak, kaya akan antioksidan dan vitamin sehingga sehat untuk dikonsumsi sebagai minyak pangan (Ghosh, 2007). Akan tetapi, aktivitas enzim lipase dan ukuran partikel dedak yang kecil menyebabkan minyak dalam dedak padi mudah terhidrolisis menjadi asam lemak bebas (da Silva dkk, 2006, Putrawan dan Shobih, 2007). Jika disimpan lebih dari tiga hari tanpa pengolahan, dedak padi menjadi tidak ekonomis untuk digunakan sebagai sumber minyak pangan (Gupta, 1989). Saat ini, alternatif pemanfaatan MDP kualitas non pangan adalah sebagai bahan sabun, antifoam (Zanati dan Zaher, 1990) atau biodiesel (Boulifi dkk, 2013). Alternatif pemanfaatan lain yang menarik untuk dikaji adalah sebagai bahan baku MEAL yang sekaligus juga bertujuan untuk menggantikan TOFA yang belakangan sudah semakin langka.



**Gambar 1. Mekanisme stabilisasi alkiltinmerkaptida**

Tabel 1 menampilkan komposisi asam lemak dari TOFA dan MDP (Logan, 1979, Shahidi, 2005). Kedua minyak memiliki komposisi serupa, masing-masing didominasi oleh asam lemak tak jenuh, yakni asam oleat dan asam linoleat. MDP mengandung asam lemak jenuh lebih besar, 22%, dibandingkan dengan TOFA yang hanya 2%. Kedekatan komposisi asam lemak diharapkan menghasilkan kinerja stabilisasi termal PVC yang sama. Tambahan pula, mengingat MDP juga merupakan turunan produk samping, penggunaan MDP diharapkan memiliki keekonomian yang sama baik.

Sintesis MEAL dari asam lemak telah lama disinggung oleh Leistner dan Hecker (1959) dan Kegule (1959). Akan tetapi, kajian detil tentang sintesis MEAL sangat sulit ditemukan. Wang dkk (2012) mengkaji pembuatan MEAL dari asam oleat murni, dan menemukan bahwa temperatur optimum terjadi pada rentang 70-80 °C. Penggunaan bahan murni tentu sulit

dipraktikkan karena bahan baku menjadi mahal. Kajian detil dengan menggunakan minyak nabati sebagai sumber asam lemak belum ditemukan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji sintesis MEAL menggunakan asam lemak dari minyak nabati. Penelitian dilakukan dengan menggunakan MDP sebagai model minyak nabati. Penelitian diawali dengan percobaan sintesis pada kondisi standar dan mengevaluasi MEAL yang dihasilkan. Evaluasi meliputi keberadaan gugus-gugus fungsional penciri MEAL. Percobaan kemudian dilanjutkan untuk mengkaji pengaruh kondisi terhadap hasil sintesis. Hasil penelitian diharapkan dapat membuka peluang untuk memperoleh alternatif pengganti TOFA dalam pembuatan MEAL sebagai bahan baku stabilisator termal PVC.

**Tabel 1. Komposisi MDP dan TOFA**

Asam Lemak	TOFA	MDP
C16:0	1	22
C18:0	1	2
C18:1	51	39
C18:2	41	35
C18:3	6	1

## METODE

### Bahan

Merkaptoetanol (Merck, >99%) dan pTSA (Fluka, >98%) digunakan langsung tanpa pemurnian. MDP diperoleh dari pasar. Bahan-bahan untuk analisis meliputi kalium hidroksida, iodin, larutan Wijs, dan kalium iodida.

### Alat

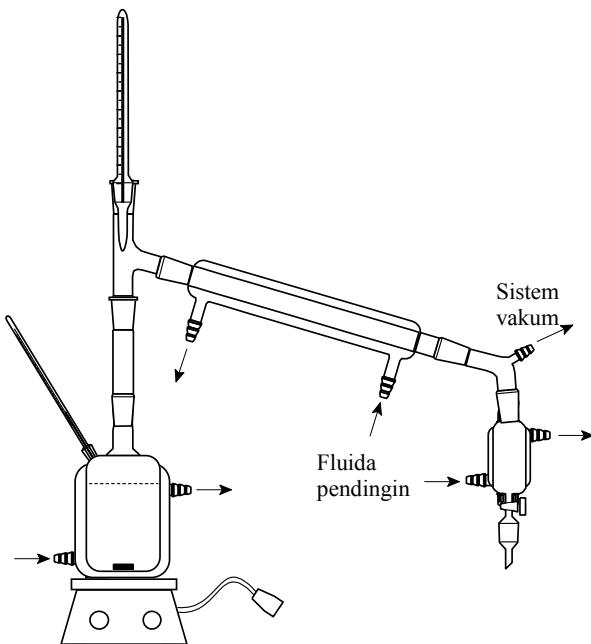
Gambar 2 menyajikan skema alat percobaan. Komponen utama terdiri dari reaktor berjaket dengan volume 60 mL, kondensor dan penampung kondensat. Pengadukan campuran reaksi dibantu sebuah pengaduk magnetik. Alat dilengkapi pemasok fluida pemanas dan fluida pendingin yang dilengkapi dengan pengendali temperatur. Alat dihubungkan ke sebuah sistem vakum yang dilengkapi dengan pengendali tekanan.

### Prosedur

Percobaan diawali dengan memasukkan campuran reaksi (asam lemak dan merkapto etanol) ke dalam reaktor. Setelah campuran mencapai temperatur yang diinginkan, katalis ditambahkan ke dalam reaktor. Sistem vakum kemudian dijalankan. Selama reaksi, tekanan diturunkan secara bertahap hingga mencapai 10 mmHg. Penurunan tekanan menyebabkan air sebagai produk samping menguap dan selanjutnya dikondensasi oleh kondensor untuk ditampung sebagai kondensat dalam pengumpul kondensat. Di akhir reaksi, temperatur dinaikkan hingga 90 °C untuk menyingkirkan sisa merkapto etanol dan air. Hasil reaksi selanjutnya

ditimbang dan dianalisis. Setiap tempuhan menggunakan asam lemak sebanyak 40 gram. Temperatur dijaga tetap pada 70 °C.

Tempuhan divariasi mengikuti rancangan faktorial penuh  $2^k$ . **Tabel 2** menyajikan faktor dan nilai faktor baik untuk tingkat rendah maupun tingkat tinggi. Kadar merkaptan dalam produk dan perolehan produk diukur sebagai respon.



**Gambar 2. Skema alat**

**Tabel 2. Faktor dan tingkat faktor**

#	Faktor	-	+
1	Prosentase katalis (%-mol*)	0,8	3,2
2	Ekses merkapto etanol (%-mol*)	5	25

### Analisis

Kadar merkaptan diukur melalui titrasi iodin (Jeffery dkk, 1989). Angka asam, angka penyabunan, angka iodin, dan titik titer masing-masing diukur mengikuti prosedur AOAC nomor 940.28, 920.160, 920.159, 942.18. Spektra IR diukur menggunakan Prestige 21 Shimadzu. Spektra NMR-13C diukur pada frekwensi 125 MHz dengan pelarut CDCl<sub>3</sub> menggunakan spektrometer Bruker DPX-400.

Komposisi asam lemak dalam bentuk metil ester dianalisis menggunakan GC MS Shimadzu 2010-GCMS-QP2010 Ultra dengan sebuah kolom kapiler RTX®-5MS (30 m length, 0.25 mm ID, and 0.25µm ketebalan). Temperatur diprogram pada 4 °C/menit dari 50 hingga 250 °C. Temperatur injektor dan detektor ditetapkan pada

280 °C, dengan helium sebagai gas pembawa. Spektra massa dibandingkan dengan basis data dari Wiley Library 7 dan NIST 8 Library.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Karakteristik Bahan Baku

MDP yang digunakan memiliki angka penyabunan dan angka iodin masing-masing sebesar 196 mg KOH/g dan 97 g I<sub>2</sub>/100 g. Asam lemak hasil hidrolisis memiliki angka asam sebesar 198 mg KOH/g, angka iodine sebesar 103 dan angka titer 29°C. Peningkatan angka iodin pada asam lemak terjadi karena penurunan berat molekul yang menyertai hidrolisis trigliserida. **Tabel 3** menyajikan hasil analisis asam lemak, menampilkan komponen-komponen dengan kadar minimum 1%. Komposisi yang diperoleh tidak jauh berbeda dengan informasi dari literatur (Shahidi, 2005).

**Tabel 3. Komposisi asam lemak**

Asam lemak	C <sub>16,0</sub>	C <sub>18,0</sub>	C <sub>18,1</sub>	C <sub>18,2</sub>	C <sub>18,3</sub>
Kadar (%)	21,7	3,4	40,4	33,8	1

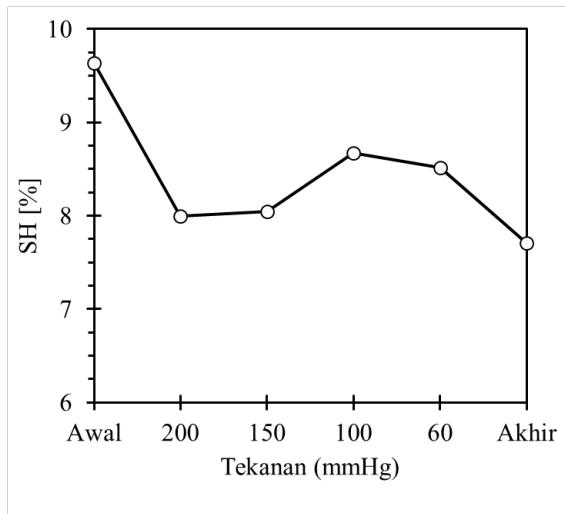
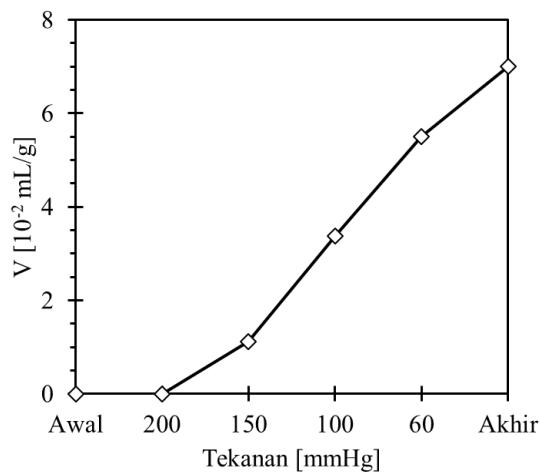
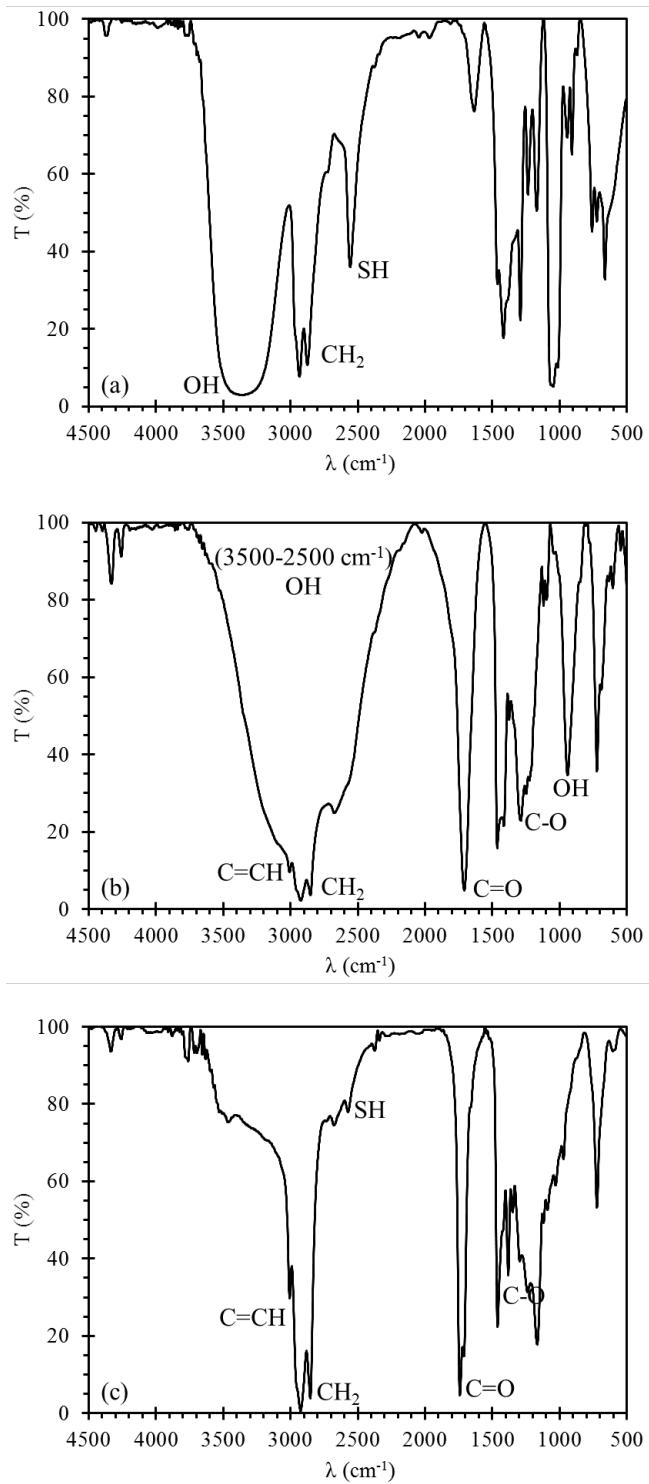
### Karakteristik Produk

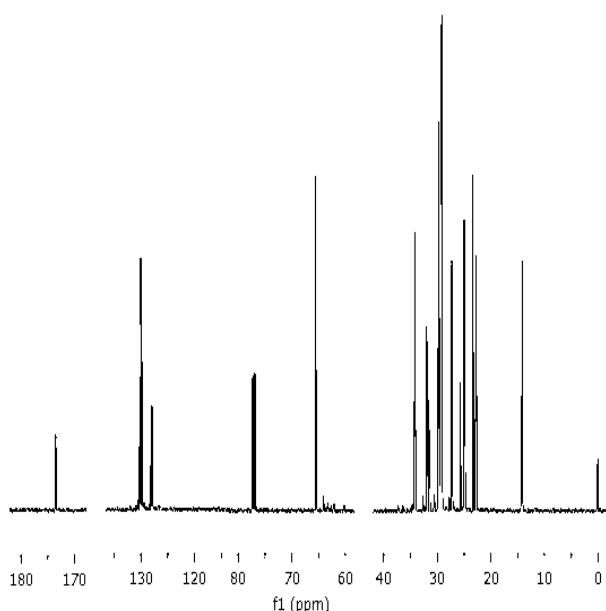
Produk yang diperoleh berupa minyak, berwujud cair pada kondisi ruangan, dengan berat jenis sebesar 0,922 g/cm<sup>3</sup>. **Gambar 5** menampilkan spektra FTIR dari reaktan dan produk. Puncak-puncak serapan pada MEAL antara lain terjadi pada panjang gelombang 2990 cm<sup>-1</sup>, 2925 & 2853 cm<sup>-1</sup>, 2572 cm<sup>-1</sup>, 1740 cm<sup>-1</sup> dan 1239 cm<sup>-1</sup> yang secara berturut-turut mencirikan gugus C=CH, CH<sub>2</sub>, SH, C=O, dan CO. Dibandingkan dengan spektra merkapto etanol, terjadi penyingkiran puncak OH. Di lain pihak, dibandingkan dengan spektra asam lemak, terjadi pembentukan puncak baru pada panjang gelombang 2560 cm<sup>-1</sup> yang menandakan gugus SH. **Gambar 6** menampilkan spektra NMR dari produk. Beberapa puncak yang mencirikan posisi karbon yang khas adalah -COO- (173 ppm), -C=C- (128 s/d 130 ppm), -O[C]CSH (65 ppm) dan -S[C]COH (31 ppm).

### Profil Kemajuan Reaksi

Gambar 3 dan 4 masing-masing menyajikan profil kadar merkaptan campuran dan volume kondensat selama reaksi yang dapat dijadikan acuan dalam mengikuti kemajuan reaksi. Kondensat mulai terkumpul dalam penampung kondensat pada tekanan 150-200 mmHg. Jumlah kondensat semakin banyak seiring dengan penurunan tekanan yang menunjukkan semakin banyak MEAL yang terbentuk. Kadar merkaptan mengalami penurunan pada awal reaksi yang menunjukkan pembentukan S-ester. Pembentukan S-ester merupakan reaksi samping yang menyebabkan pengurangan jumlah mol merkaptan. Pembentukan S-ester sebagai produk samping tidak dapat dihindari karena merkaptoetanol mengandung dua gugus aktif yakni SH dan OH (Sonnet

dan Moore, 1989). Kadar merkaptan kemudian kembali meningkat akibat dominasi reaksi utama disamping juga karena pengurangan material akibat penguapan air. Di akhir reaksi, yakni tekanan rendah, kadar merkaptan kembali turun karena kelebihan merkapto etanol ikut menguap.


**Gambar 3. Profil kadar merkaptan**

**Gambar 4. Profil volume kondensat**

**Gambar 5. Spektra FTIR: a. ME, b. ALMDP, c. MEAL**



Gambar 6. Spektra NMR

#### Analisis Rancangan Faktorial

**Tabel 4** dan **Tabel 5** menampilkan pengaruh faktor utama dan faktor interaksi terhadap kadar merkaptan dan perolehan MEAL. Secara umum, hubungan respon dan faktor dinyatakan sebagai:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 \quad (1)$$

dimana rentang keyakinan dari koefisien-koefisien dalam persamaan di atas dinyatakan sebagai:

$$CI_{(\beta_i)} = \beta_i \pm t_{a,n-1} \cdot s/\sqrt{n} \quad (2)$$

Berdasarkan data yang diperoleh, simpangan baku untuk kadar merkaptan dan perolehan, masing-masing adalah 0,059 dan 1,845, dengan 4 derajat kebebasan. Dengan tingkat keyakinan sebesar 95%, diketahui bahwa rentang keyakinan koefisien untuk kadar merkaptan dan perolehan adalah:

Kadar merkaptan:

$$CI_{(\beta_1)} = \beta_1 \pm 0,07 \quad (3)$$

Perolehan MEAL:

$$CI_{(\beta_2)} = \beta_2 \pm 0,98 \quad (4)$$

Kedua rentang keyakinan di atas menunjukkan bahwa kadar merkaptan dan perolehan dipengaruhi secara berarti oleh ekses merkptoetanol dan jumlah katalis. Memperhatikan pengaruh faktor di kedua tabel, kadar merkaptan dan perolehan MEAL dapat dinyatakan sebagai:

$$SH = 7,81 + 0,32M + 0,29C \quad (5)$$

$$Y = 75,23 + 1,25M + 6,08C + 2,25MC \quad (6)$$

Semakin besar jumlah katalis atau ekses merkptoetanol, semakin besar kadar merkaptan dalam produk dan semakin besar perolehan MEAL. Hal ini menunjukkan

bahwa peningkatan ekses merkptoetanol dan jumlah katalis menyebabkan reaksi mengarah ke pembentukan MEAL. Peningkatan jumlah merkptoetanol meningkatkan jumlah gugus merkaptan yang akan menambah peluang pembentukan MEAL.

Tabel 4. Pengaruh Faktor terhadap Kadar Merkaptan

Run	M	C	M*C	SH (%)
1	-1	-1	1	7,17
2	1	-1	-1	7,88
3	-1	1	-1	7,81
4	1	1	1	8,38
5	0	0	0	8,33
6	0	0	0	8,41
7	0	0	0	8,43
8	0	0	0	8,48
9	0	0	0	8,36
$\Sigma (-)$	14,98	15,05	15,69	
$\Sigma (+)$	16,26	16,19	15,55	
Efek	0,64	0,57	-0,07	

Tabel 5. Pengaruh Faktor terhadap Perolehan

Run	M	C	M*C	Y (%)
1	-1	-1	1	70
2	1	-1	-1	68
3	-1	1	-1	78
4	1	1	1	85
5	0	0	0	85
6	0	0	0	84
7	0	0	0	86
8	0	0	0	85
9	0	0	0	84
$\Sigma (-)$	148	138	146	
$\Sigma (+)$	153	163	155	
Efek	2,5	12,5	4,5	

#### PENUTUP

Serangkaian percobaan telah dilakukan untuk mengkaji sintesis MEAL dari asam lemak MDP dan merkptoetanol. Hasil percobaan membuktikan bahwa MEAL dapat disintesis dari asam lemak MDP. Kadar merkaptan dalam produk berada pada rentang 7,2% s/d 8,5% sedangkan prolehan MEAL pada rentang 68% s/d



86%. Semakin besar kelebihan merkапто etanol dan jumlah katalis, semakin besar perolehan MEAL dan kadar merkапtan dalam produk.

#### DAFTAR SIMBOL

C	= jumlah katalis (%)
CI	= selang keyakinan (%)
M	= kelebihan merkапtoetanol (%)
n	= jumlah data (-)
SH	= kadar merkапtan (%)
s	= simpangan baku (%)
T	= transmitansi (%)
t	= nilai distribusi t (-)
x	= faktor (%)
y	= respon (%)
Y	= perolehan (%)
$\beta$	= koefisien (-)
$\alpha$	= tingkat keberartian (-)
$\lambda$	= panjang gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )

#### DAFTAR PUSTAKA

- Da Silva, M. A., Sanches, C., Amante, E.R., 2006, Prevention of Hydrolytic Rancidity in Rice Bran, 75, pp. 487-491.
- Boulifi, N.E., Bouaid, A., Martinez, M., Aracil, J., 2013, Optimization and oxidative stability of biodiesel production from rice bran oil, *Renewable Energy*, 53, pp. 141-147.
- Zanati, E.M.E., Zaher, F.A., 1990, Utilization of rice bran oil to produce an antifoamer, *Journal of the American Oil Chemists Society*, 67(1), pp 61–63.
- Ghosh, M., 2007, Review on Recent Trends in Rice Bran Oil Processing, *Journal of American Oil Chemist Society*, 84, pp. 315-324.
- Gupta, H.P., 1989, Rice bran offers India an oil source, *Journal of American Oil Chemist Society*, 66, pp. 620-623.
- Hope, S., Sewell, I., 2014, Global PVC Stabilizer Trends for Pipes: Challenges and Practical Experience, *South African Vinyls Association Conference*, Johannesburg, South Africa.
- Jeffery, GH, Bassett, J, Mendham, J, Denney, RC, 1989, Vogel's Textbook of Quantitative Chemical Analysis. 5th edn, Longman Scientific & Technical, England.
- Kugele, T. G., 1959, Sulfide Containing Tin Stabilizers, *US Paten 4 120 845*.
- Leistner, W.E., Hecker, A.C., 1959, Organic derivatives of tetravalent tin, *US Pat 2870182A*.
- Logan, R.L., 1979, Tall oil fatty acids, *Journal of American Oil Chemist Society*, 56 (11), pp. 777A-779A.
- Putrawan, I.D.G.A, Shobih, 2007, Stabilisasi Dedak Padi dengan Pemanas Ekstrusif", *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 6(3), pp. 681-688.
- Schiller, M., 2015, PVC Additives, Hanser Publisher, Munich, pp. 8-28.
- Shahidi, F. 2005, Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Edible Oil and Fat Products: Chemistry, Properties, and Health Effects, 6th edn, John Wiley & Sons, New Jersey, pp. 465-490.
- Sonnet, P.E. and Moore, G.G., 1989, Thiol esters of 2-mercaptoethanol and 3-mercapto-1,2-propane diol, *Lipids*, 24(8), pp. 743-745.
- Starnes, W.H., 2012, Structural Defects in Poly(vinyl chloride) and the Mechanism of Vinyl Chloride Polymerization, *Procedia Chemistry*, 4, pp. 1-10.
- Wallenwein, G., 2006, PVC stabilizers: a contribution to sustainability, *Plastics Additives & Compounding*, 8(5), pp. 26-38.
- Wang A, Li J, Li J, Zhong X, Long S., 2012, Study on Synthesis Technology of Mercaptoethyl Oleate", Chinese Plastic Additives, 12(1), pp. 34-37.





ISSN : 2477-1694