

SINTESIS, KARAKTERISASI PEMBUATAN POLYOL DARI MINYAK KELAPA SAWIT (CRUDE PALM OIL)

**Sri Aprilia, Fauzi, Yanna Syamsuddin
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik,
Universitas Syiah Kuala, Darussalam, Banda Aceh
E-mail: sriaprilia@yahoo.com, fauziendj@yahoo.com**

Abstrak

Mengingat minyak bumi merupakan bahan baku yang tidak dapat diperbaharui dan cadangannya semakin menipis, maka perlu dilakukan usaha meminimasi penggunaan bahan baku yang berbasis minyak bumi. Untuk itu perlu dilakukan usaha pencarian bahan-bahan alternatif yang mendapat perhatian adalah minyak nabati dan hewani (lemak), sehingga penggunaan teknologi hijau (green technologies) untuk mendapatkan proses yang ramah lingkungan dapat diterapkan. Untuk itu penelitian ini menggunakan bahan baku minyak kelapa sawit sebagai bahan pembuat polyol. Polyol ini bila direaksikan dengan polyisocyanate akan menghasilkan polyurethane yang sangat banyak kegunaannya. Studi pembuatan polyol dari minyak kelapa sawit (CPO) telah dilakukan. Proses yang dilibatkan dalam studi ini adalah proses pemurnian terhadap CPO, proses epoksidasi dan proses hidrosilasi. Pada proses epoksidasi dilakukan variasi variabel yang paling berpengaruh terhadap pembentukan polyol. Variabel percobaan adalah; komposisi reaktan (30%, 50%, dan 70% NPO), variasi temperatur (40oC, 50oC 60oC, 70oC dan 80oC). Proses pembuatan polyol ini menggunakan oksidator (H₂O) serta pelarut kalium permanganat (KMnO₄). Hasil penelitian menunjukkan bahwa polyol dengan komposisi reaktan 30% NPO, temperatur 40oC merupakan polyol dengan kandungan gugus hidroksil yang paling besar, yaitu sebesar 258,90 dengan berat 21,19 gram. Berat molekul campuran polyol yang dihasilkan adalah 777,369. Hasil penelitian ini diperoleh dengan cara titrasi dan dianalisis dengan spektra infra merah (FTIR) dan Gas Chromatography mass spectrometer (GCMS).

Kata kunci: Minyak sawit, polyol, epoksidasi, hidrosilasi, polyurethane

1. Pendahuluan

Polyurethane merupakan hasil poliadisi antara campuran polyol dan polyisocyanate, yang banyak digunakan sebagai elastomer, cat pelapis, adhesive dan binder, interior dan eksterior mobil, furniture, sol sepatu, carpet, busa kaku dan fleksibel, bahan membrane serta bahan konstruksi. Polyurethane sudah digunakan secara luas karena mempunyai kestabilan pada saat penyimpanan, tahan terhadap pereaksi kimia, dan awet. Konsumsi polyurethane dunia terus meningkat dari tahun ke tahun dengan kenaikan rata-rata 6% seiring dengan meningkatnya kebutuhan masyarakat akan produknya. Di Indonesia sudah mulai berkembang industri-industri yang menggunakan polyurethane sebagai bahan baku seperti industri sepatu, otomotif, furniture, kasur busa, cat dan lain-lain, di mana industri-industri ini masih memenuhi kebutuhan polyurethanenya dari impor. Untuk itu, perlu suatu pemikiran untuk menciptakan suatu industri yang lebih mandiri dengan menyediakan bahan baku yang merupakan sumber daya dalam negeri (local resources), terutama sekali sumber daya yang dapat diperbaharui untuk kesinambungan proses.

Mengingat minyak bumi merupakan bahan baku yang tidak dapat diperbaharui dan cadangannya semakin menipis, maka perlu dilakukan usaha meminimasi penggunaan bahan baku yang berbasis minyak bumi. Untuk itu perlu dilakukan usaha pencarian bahan-bahan alternatif yang mendapat perhatian adalah minyak nabati dan hewani (lemak), sehingga penggunaan teknologi hijau (green technologies) untuk mendapatkan proses yang ramah lingkungan dapat diterapkan.

Banyak penelitian telah dilakukan untuk memproduksi polyol dari minyak nabati, diantaranya; minyak kedelai, minyak jarak, minyak biji bunga matahari, minyak biji rami, minyak kacang tanah, dan minyak biji kapas (Gerber et al., 1999; Shah et al., 2001; Gerber et al., 2002; Chasar et al., 2003; Petrovic et al., 2003). Molekul-molekul minyak nabati yang mengandung ikatan rangkap secara kimia ditransformasi membentuk gugus-gugus hidroksil pada tekanan atmosfer melalui reaksi epoksidasi, minyak nabati direaksikan dengan asam peroksida untuk membentuk minyak nabati yang terepoksidasi. Selanjutnya, minyak nabati yang terbentuk dihitung kandungan gugus hidroksilnya.

Petrovic et al., 2003, menyebutkan penggunaan minyak nabati sebagai bahan baku polyol tidak hanya terbatas pada minyak kedelai, minyak jarak, minyak biji rami, minyak kacang tanah, minyak biji kapas dan minyak biji bunga matahari, tetapi sumber minyak nabati lain yang mempunyai bilangan iodine pada range 40 – 240 dapat diberdayakan.

Minyak kelapa sawit (Crude Palm Oil, CPO) merupakan minyak nabati yang dihasilkan dari tanaman kelapa sawit. Seperti minyak dan lemak yang lain, minyak kelapa sawit mengandung komponen utama berupa trigliserida atau trigliserol yang merupakan triester dari gliserol dan asam-asam lemak tidak jenuh. Seperti minyak nabati lainnya, dengan kandungan asam lemak tidak jenuhnya, diperkirakan minyak kelapa sawit mampu mengalami reaksi epoksidasi dan hidrosilasi membentuk polyol.

Minyak kelapa sawit diekspor masih dalam bentuk mentah sehingga nilai ekonominya masih sangat rendah. Untuk meningkatkan nilai ekonominya, perlu dilakukan suatu usaha mengubah minyak kelapa sawit menjadi berbagai produk yang mempunyai nilai ekonomi yang lebih tinggi. Salah satu produk yang dapat dihasilkan dari hasil konversi minyak kelapa sawit adalah polyol yang merupakan bahan baku polyurethane, sehingga kebutuhan impor polyurethane dapat tereduksi dan dapat memberi nilai tambah lebih tinggi untuk ekspor.

Peneliti ini merupakan penelitian tahap kedua dari tiga tahap yang direncanakan. Penelitian ini merupakan alternatif dari pengganti minyak bumi yang sekarang ini cadangannya semakin menipis. Digunakan bahan baku yang dapat diperbaharui, untuk pembuatan polyol dari bahan baku minyak kelapa sawit (CPO). Sebagai oksidator pada tahap ini digunakan kalium permanganat (KMnO₄) dengan pelarut asam formiat. Polyol yang dihasilkan pada kondisi optimum pada penelitian ini dan hasil optimum pada penelitian I dibuat menjadi produk polyurethane.

Pada penelitian ini dilakukan beberapa perlakuan proses dengan tujuan tertentu yaitu: Mengembangkan proses konversi minyak sawit menjadi polyol dengan proses epoksidasi dan hidrosilasi menggunakan reagent KMnO₄ dan H₂O serta mengoptimasi variabel operasi yang diduga besar pengaruh terhadap reaksi. Melihat formulasi polyol yang dihasilkan dan mengkarakterisasikan polyol yang dihasilkan. Proses polimerisasi polyol dengan polyisocyanate membentuk polyurethane film dari hasil optimal dari proses pembuatan polyol. Serta karakterisasi polyurethane yang dihasilkan.

2. Metode Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Material Sains dan Polimer, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Syiah Kuala. Penelitian dilakukan dengan analisa pendahuluan terhadap sampel minyak kelapa sawit (CPO), dilakukan pemurnian terhadap CPO, pembuatan polyol, dan pembuatan polyurethane.

Penelitian ini merupakan penelitian tahun kedua. Tahap penelitian adalah pembuatan polyol dengan menggunakan oksidator permanganat. Percobaan dilanjutkan dengan pembuatan polyurethane dari perolehan polyol pada kondisi optimum pada penelitian pertama dengan menggunakan oksidator asam formiat dan peroksida, dan dari perolehan polyol dengan oksidator permanganate. Secara garis besar tahapan penelitian adalah sebagai berikut:

MULAI

- Penyiapan bahan dan alat
- Karakterisasi sifat fisika – kimia CPO
- Proses Netralisasi
- Karakterisasi sifat fisika-kimia NPO
- Proses sintesa polyol dengan oksidator KMNO₄
- Operasi proses
- Produk Polyol
- Karakterisasi sifat fisika-kimia polyol dan polyurethane
- Perancangan alat proses polimerisasi
- Proses Polimer
- Produk polyurethane
- Gambar 1. Diagram alir tahapan penelitian
- Proses Pembuatan Polyol

Pada penelitian ini diambil beberapa variabel yang dianggap berpengaruh pada bilangan hidroksil dan berat produk. Adapun variabel yang divariasikan adalah temperatur (40 OC, 50 OC, 60 OC, 70 OC, dan 80 OC) dan komposisi reaktan (30 %, 40 %, 50 %, 60 % dan 70 % NPO), sedangkan yang menjadi variabel tetap adalah putaran pengaduk (300 rpm) dan waktu pengadukan (2 jam).

NPO, kalium permanganat dan H₂O ditimbang dengan rasio perbandingan mol tertentu (1:14), kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga. Selanjutnya dilakukan pengadukan pada variabel temperatur yang telah ditentukan selama dua jam. Ini merupakan proses epoksidasi.

Campuran hasil proses epoksidasi kemudian dimasukkan ke dalam labu pemisah dan ditambahkan aquades panas dengan jumlah yang sama dengan massa campuran hasil proses epoksidasi. Selanjutnya dilakukan pengocokan selama ± 3 menit, kemudian didiamkan selama ± 30 menit, setelah 30 menit polyol terpisah dari air dan sisa reaktan. Lapisan yang berwarna kuning keruh di bagian atas merupakan polyol dan lapisan putih agak bening yang berada di bagian bawah merupakan campuran air dan sisa reaktan. Tahap ini merupakan tahap hidroksilasi.

Tahap selanjutnya adalah tahap pemisahan polyol dari air dan sisa-sisa reaktan. Lapisan bagian bawah pada labu pemisah dibuang dengan cara membuka kran yang ada pada bagian bawah labu pemisah sampai yang tinggal dalam labu pemisah hanya polyol.

Polyol kemudian dicuci dengan aquades panas sebanyak dua kali dengan cara yang sama pada tahap hidroksilasi dan pemisahan reaktan. Tahap ini merupakan tahap pencucian.

Setelah dilakukan pencucian, polyol kemudian dipanaskan secara perlahan-lahan dari temperatur rendah sampai 100 OC dan tidak terjadi gelembung-gelembung lagi, tahap ini merupakan tahap pengeringan.

Polyol kemudian dianalisa bilangan hidroksilnya dengan cara titrasi sampel yang diperoleh. Selain dianalisa secara visual dan asidimetri, polyol yang telah dihasilkan juga dianalisa dengan menggunakan FTIR dan GCMS.

Proses Pembuatan Polyurethane

Ditimbang sejumlah polyol pada suhu 35oC sebanyak 50 ml dan TDI sebanyak 25 ml dan dipanaskan pada suhu 35oC. Kedalam beaker gelas yang mengandung polyol ditambahkan katalis (DABCO) kemudian dilakukan pengadukan. Selanjutnya TDI dicampurkan kedalam larutan polyol dan katalis. Diamati perubahan temperatur. Setelah temperatur konstan atau 5 menit, pengadukan dihentikan kemudian larutan di casting di atas plat kaca. Kemudian dibiarkan pada suhu ruang selama 24 jam.

3. Hasil Dan Pembahasan

Proses Pendahuluan Minyak Kelapa Sawit

Seperti pada penelitian pertama, CPO yang digunakan dilakukan karakterisasi sifat kimianya dengan tujuan untuk mengetahui kandungan CPO yang akan dikonversikan menjadi polyol. Hasil karakterisasi yang dilakukan pada sampel awal, proses degumming, dan proses netralisasi. Hasil Karakterisasi dapat dilihat pada Tabel 1. Dari table dapat dilihat bahwa pada sample awal menunjukkan bilangan asam dan bilangan iodine yang tinggi. Setelah perlakuan penghilangan impurities di dalam minyak yaitu proses pemisahan lender-lendir dan getah, maka bilangan asam dan bilangan iodine akan turun. Begitu juga setelah CPO dinetralisasi. Bilangan ini menunjukkan bahwa CPO sudah netral dan impurities-impuritis di dalam CPO sudah berkurang.

Tabel 1. Hasil Karakterisasi Awal pada CPO

No	Proses	Bilangan Asam	Bilangan Iodin
1	Pendahuluan (Sampel Awal)	11,56	56,34
2	Degumming	9,2	53,81
3	Netralisasi	8,75	50,73

Proses Pemurnian
Proses Degumming

Proses pemisahan gum merupakan proses pemisahan getah atau lendir-lendir yang terdiri dari fosfatida, protein, residu, karbohidrat, air dan resin tanpa mengurangi jumlah asam lemak bebas. Proses degumming ini menghasilkan endapan gum yang berwarna orange muda dan berbentuk seperti lender kental. Jumlah endapan yang diperoleh pada proses degumming ini cukup besar. Hal ini mengakibatkan rendemen minyak yang diperoleh sedikit.

Proses Netralisasi

Proses netralisasi merupakan proses pemisahan asam lemak bebas dari minyak atau lemak, dengan cara mereaksikan asam lemak bebas dengan basa atau pereaksi lainnya sehingga membentuk sabun (soap stock). Dalam proses netralisasi ini, terdapat beberapa jenis pereaksi yang bersifat basa yang dapat direaksikan dengan asam lemak bebas. Diantara pereaksi yang bersifat basa yang sering digunakan adalah kaustik soda (NaOH), natrium karbonat (Na_2CO_3) etanol amin, netralisasi minyak dalam bentuk miscella hingga netralisasi dengan menggunakan pelarut. Pada penelitian ini digunakan kaustik soda (NaOH) sebagai pereaksi.

Netralisasi dengan NaOH banyak digunakan di skala industri, karena lebih efisien dan lebih murah bila dibandingkan dengan menggunakan zat penetralisasi yang lain. Selain itu penggunaan NaOH juga membantu dalam mengurangi zat warna dan kotoran yang berupa getah dan lendir dalam minyak. Pada proses netralisasi yang telah dilakukan, sabun yang diperoleh berwarna kuning. Selain sabun sebagai produk samping, proses netralisasi menghasilkan minyak sawit yang berwarna coklat kemerahan dan warnanya lebih jernih dari warna sebelumnya.

**Beberapa hal yang perlu diperhatikan pada proses netralisasi adalah sebagai berikut:
Keasaman minyak kasar**

Pemakaian larutan NaOH pada proses netralisasi bergantung pada jumlah asam lemak bebas atau derajat keasaman minyak. Makin besar jumlah asam lemak bebas, makin besar pula konsentrasi alkali yang digunakan. Secara teoritis untuk menetralkan 1 kg asam lemak bebas dalam minyak, dibutuhkan sebanyak 0,142 kg NaOH kristal, atau dengan menetralkan 1 ton minyak yang mengandung 1% asam lemak bebas (10 kg asam lemak bebas) dibutuhkan 1,42 kg NaOH kristal.

Pemakaian larutan NaOH dengan konsentrasi yang terlalu tinggi akan bereaksi sebagian dengan trigliserida, sehingga mengurangi rendemen minyak dan menambah jumlah sabun yang terbentuk. Oleh karena itu, harus dipilih sesuai konsentrasi dan jumlah NaOH yang tepat untuk menyabunkan asam lemak bebas dalam minyak. Dengan demikian penyabunan trigliserida dan terbentuknya emulsi dalam minyak dapat dikurangi, sehingga dihasilkan minyak netral yang rendemennya lebih besar dan mutunya lebih baik. Jumlah trigliserida yang tersabunkan diusahakan serendah mungkin

Makin besar konsentrasi NaOH yang digunakan, maka kemungkinan jumlah trigliserida yang tersabunkan semakin besar pula, sehingga angka refining factor bertambah besar. Refining factor yaitu efisiensi netralisasi yang merupakan perbandingan antara kehilangan total karena netralisasi dan jumlah asam lemak bebas dalam lemak kasar. Pada proses netralisasi refining factor yang diharapkan serendah mungkin, sebab semakin rendah atau kecil nilai refining factor, maka efisiensi netralisasi semakin tinggi. Pada penelitian ini nilai refining factor yang diperoleh sebesar 2,56 dan nilai ini tergolong rendah.

Suhu netralisasi

Suhu netralisasi dipilih sedemikian rupa sehingga sabun yang terbentuk dalam minyak mengendap dengan kompak dan cepat. Pengendapan yang lambat akan memperbesar kehilangan minyak karena sebagian minyak akan diserap oleh sabun. Pada penelitian ini suhu netralisasi dipilih 85oC, karena pada suhu tersebut sabun yang terbentuk dalam minyak dapat mengendap dengan cepat dan kompak.

Warna minyak netral

Makin encer larutan alkali yang digunakan, maka makin besar jumlah larutan yang dibutuhkan untuk netralisasi dan minyak netral yang dihasilkan berwarna pucat. Pada penelitian ini, warna minyak hasil netralisasi yang diperoleh berwarna coklat kemerahan dan jernih.

Setelah proses netralisasi selesai dilakukan, maka dilakukan proses pencucian. Proses pencucian dilakukan untuk mengurangi kadar sabun yang masih terlarut dalam minyak kelapa sawit dengan menambahkan air panas. Minyak sawit yang telah dinetralisasi masih mengandung sabun ± 2000 ppm. Dengan dilakukannya pencucian sebanyak tiga kali, kandungan sabun tinggal dalam minyak ± 100 ppm. Air panas yang digunakan sebaiknya mempunyai temperatur yang lebih tinggi dibandingkan dengan minyak sawit (lebih baik tempaturnya di atas 90oC, dan jumlah air panas yang ditambahkan 80% dari berat minyak tiap pencucian.

Pada proses pencucian akan terbentuk buih pada saat penggojongan. Buih tersebut merupakan sebagian kecil sabun yang masih terlarut dalam minyak. Setelah dibiarkan selama 24 jam, maka akan terbentuk lapisan air yang berbuih yang merupakan air sabun, lapisan minyak dan air, serta lapisan minyak. Selanjutnya, dengan labu pemisah lapisan minyak dipisahkan dari lapisan emulsi air-minyak serta lapisan air yang mengandung sabun.

Langkah terakhir dalam proses pemurnian minyak adalah proses pengeringan. Proses pengeringan dilakukan untuk mengurangi kadar air yang terdapat di dalam minyak yang meningkat setelah dilakukan proses pencucian. Proses pengeringan dilakukan dengan cara memanaskan minyak secara perlahan-lahan dari temperatur rendah sampai mencapai 100oC, sehingga tidak timbul gelembung-gelembung lagi. Prosedur untuk memperoleh netral palm oil (NPO) sama seperti pada penelitian I.

Proses Epoksidasi dan Hidroksilasi

Untuk menghasilkan polyol ada dua proses penting yang harus dilakukan pada minyak sawit netral (NPO), yaitu proses epoksidasi dan proses hidroksilasi. Proses epoksidasi dilakukan dengan mereaksikan NPO dengan kalium permanganat ($KMnO_4$) dan H_2O . Penelitian I menggunakan asam formiat ($HCOOH$) dengan peroksida (H_2O_2) sebagai oksidator. Hasil proses epoksidasi ini berupa senyawa epoksida yang ikatan rangkapnya merupakan ciri utama polyol. Polyol yang dihasilkan dengan menggunakan $KMnO_4$ dengan berbagai variasi NPO dapat dilihat pada Gambar 2.

Gambar 2. Hasil polyol yang diperoleh untuk berbagai variasi komposisi NPO

Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa komposisi NPO sangat mempengaruhi warna polyol yang terbentuk. Komposisi NPO terendah adalah 30% sampai 70%. Konsentrasi dibawah 50% warna polyol yang terbentuk sangat hitam, sehingga untuk komposisi ini tidak digunakan dalam pembuatan polyurethane.

Perlakuan awal proses epoksidasi dan hidroksidasi dilakukan pada temperatur 25oC. Kuan Sai Ooi dkk berpendapat bahwa pada temperatur 25oC bilangan hidroksil yang dihasilkan dari proses epoksidasi dan hidroksilasi cukup besar. Temperatur 25oC merupakan temperatur ruang atau suhu kamar ketika Kuan Sai Ooi dkk melakukan proses epoksidasi dan hidroksilasi. Pada

penelitian ini dilakukan pada suhu 40oC karena sulit untuk membuat kondisi pada suhu 25oC. Bilangan hidroksil yang diperoleh pada saat proses epoksidasi dilakukan cukup bervariasi. Hal ini dipengaruhi oleh variasi komposisi reaktan dan suhu. Dari variasi tersebut, bilangan hidroksil terbesar diperoleh pada saat komposisi reaktan 30% dan suhu 40 oC. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3 dan Gambar 4.

Gambar 3. Komposisi NPO terhadap bil-OH pada berbagai variasi suhu

Gambar 4. Suhu reaksi terhadap bil-OH pada berbagai variasi komposisi NPO

Variasi komposisi level bawah adalah temperatur 40oC, komposisi reaktan 30%. Sedangkan pada level atas temperatur ditetapkan 80oC, komposisi reaktan 70%. Karena penelitian I waktu reaksi tidak memberi pengaruh pada proses epoksidasi dan hidroksilasi maka waktu tidak divariasikan. Dari perlakuan factorial design two level yang dilakukan, diperoleh bilangan hidroksil terbesar yaitu 258,90 pada temperatur 40oC, komposisi reaktan 30%. Bilangan hidroksil ini merupakan bilangan hidroksil terbesar pada proses konversi ini. Namun yield yang diperoleh bukan merupakan yield terbesar. Yield terbesar diperoleh pada saat temperatur 40oC, dengan komposisi 70% yaitu 49,48%.

Pengaruh temperatur

Pada suhu epoksidasi, variasi temperatur yang dilakukan adalah 40oC, 50oC, 60oC, 70oC, dan 80oC dengan komposisi reaktan konstan yaitu 30% NPO. Pada temperatur 40oC, akan dicapai bilangan hidroksil produk yang maksimal yaitu 258,90. Kenaikan bilangan hidroksil terjadi pada rentang 25-40oC. Namun, ketika temperatur berada di atas 50oC, bilangan hidroksil produk turun, menurut Swern (1945). Grafik yang menunjukkan hubungan bilangan hidroksil dan temperatur ditampilkan pada Gambar 5 dan 6. Grafik yang menunjukkan hubungan komposisi NPO dan suhu terhadap berat polyol ditampilkan pada Gambar 5.

Gambar 5. Hubungan komposisi NPO dan berat polyol pada berbagai variasi suhu

Gambar 6. Hubungan suhu terhadap perolehan polyol dengan variasi komposisi NPO

Pada perubahan komposisi NPO, dengan meningkatnya komposisi NPO diperoleh polyol yang semakin meningkat dengan temperatur yang rendah. Namun sebaliknya dengan naiknya komposisi pada temperatur yang tetap perolehan polyol semakin tinggi. Namun ketika temperatur dinaikkan dari 60oC hingga 80oC, berat polyol berkurang. Berat polyol maksimum dihasilkan pada temperatur 40oC dengan komposisi NPO 70% yaitu sebesar 49,48 gram.

Pengaruh komposisi reaktan

Optimasi komposisi reaktan dilakukan pada temperatur konstan yaitu 40oC dengan variasi komposisi reaktan 30, 50, dan 70% NPO. Pada komposisi reaktan 30% NPO dan 70 % pelarut dihasilkan bilangan hidroksil 258,901. Menurut Swern, 1945, dengan meningkatnya komposisi pelarut dalam reaktan akan meningkatkan bilangan hidroksil produk yang diperoleh. Namun, setelah komposisi 70% pelarut, kenaikan komposisi tidak akan meningkatkan bilangan hidroksil dan hal ini terjadi pada pemakaian pelarut yang berlebihan.

Kenaikan berat menunjukkan terjadinya pembentukan gugus hidroksil, sehingga meningkatkan berat molekul. Berat molekul polyol lebih besar dibandingkan berat molekul minyak sawit, sehingga 1 mol polyol yang terbentuk mempunyai berat yang lebih besar dibandingkan 1 mol minyak sawit.

Pada proses hidroksilasi, hasil yang diperoleh dan diamati secara visual adalah produk yang terdiri dari dua lapisan, yaitu lapisan atas yang berwarna kuning keruh (ada kalanya berwarna orange cerah, tergantung dari komposisi reaktan dan temperatur reaksi), dan lapisan bawah berwarna putih keruh yang merupakan sisa reaktan. Namun pada proses hidroksilasi dengan komposisi NPO dibawah 50% produk polyol berwarna kehitaman. Ini menunjukkan bahwa besar perbandingan oksidator $KMnO_4$ sangat berpengaruh warna perolehan polyol.

Analisa Spektra Infra Merah (FTIR)

Selain dianalisa secara visual dan asidimetri, polyol yang dihasilkan dianalisa dengan menggunakan infra merah (FTIR). Analisa infra merah yang dilakukan pada sejumlah sampel bertujuan untuk melihat gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa melalui pengamatan pada daerah serapan (bilangan gelombang) yang dihasilkan. Hasil analisis dengan sinar infra merah berbentuk grafik dengan sistem koordinat kartesian yang mana ordinatnya merupakan % Transmittansi dan absisnya merupakan bilangan gelombang (cm^{-1}). Sampel yang dianalisa dengan menggunakan infra merah sebanyak dua buah sampel, yaitu :

Sampel dengan komposisi reaktan 70 % NPO, temperatur 400C (Spektrum I)

Sampel dengan komposisi reaktan 70 % NPO, temperatur 800C (Spektrum II)

Pada spektrum I, dapat dilihat bahwa sampel tersebut mengandung gugus alkohol (hidroksil) dengan panjang gelombang 3517,9 cm^{-1} . Selain itu, pada spektrum I juga dapat diamati adanya gugus ester dan gugus alifatis. Dari spektrum I juga dapat diamati bahwa polyol yang dihasilkan tidak mengandung uluran karbon rangkap lagi, karena uluran karbon yang terbentuk adalah uluran karbon tunggal dengan dihasilkannya bilangan gelombang 1458,1 cm^{-1} , yang bilangan tersebut termasuk dalam range bilangan uluran karbon tunggal. Sehingga, dapat dipastikan bahwa seluruh epoksida (eter) yang terdapat dalam sampel terkonversi menjadi polyol melalui reaksi epoksidasi dan dilanjutkan dengan reaksi hidroksilasi. Hal ini sangat diharapkan, karena semakin banyak epoksida yang terkonversi menjadi polihidroksi alkohol, maka semakin banyak bilangan hidroksil atau gugus OH yang dimiliki polihidroksi alkohol tersebut.

Pada spektrum I juga dapat diamati adanya bilangan gelombang 2923,9 cm^{-1} , yang merupakan gugus C-H alifatis (gugus metil CH_3) dan bilangan gelombang 2852,5 cm^{-1} yang merupakan gugus C-H alifatis (gugus metilena CH_2). Dan satu lagi daerah serapan yang membuktikan bahwa sampel mengandung gugus alkohol, yaitu dengan terdapatnya nilai bilangan gelombang pada range 1163 cm^{-1} , yang merupakan uluran C-O (untuk alkohol). Selain itu, adanya serapan ikatan C=O pada frekuensi 1745,5 cm^{-1} menandakan adanya gugus ester pada sampel.

Pada spektrum II, untuk sampel dengan komposisi reaktan 70% NPO, suhu 80oC kandungan gugus ester sebesar 1745,5 cm^{-1} dan gugus alifatisnya sama. Selain kedua gugus tersebut, pada spektrum ini juga terdapat kandungan gugus alkohol sebesar 3417,6 cm^{-1} dan kandungan gugus karbonil sebesar 1465,8 cm^{-1} .

Analisa Gas Chromatography Mass Spectrometer (GCMS)

Sampel polyol yang dianalisa dengan menggunakan GCMS adalah sampel dengan komposisi reaktan 70%, temperatur reaksi 400C. Hasil analisa dengan menggunakan GCMS diperoleh sebanyak lima buah peak utama. Lima buah peak utama tersebut merupakan peak-peak dengan kandungan komposisi terbanyak yang terdapat didalam sampel tersebut. Peak yang paling tinggi komposisinya adalah peak nomor 3. Pada peak nomor 3 tersebut, diketahui bahwa kandungan komposisi yang dapat dianalisa adalah heptadecene-(8)-Carbonic Acid ($C_{18}H_{34}O_2$), 9-hexadecenoic acid (CAS) ($C_{16}H_{30}O_2$), DI-(9-octadecenyl)-glycerol

(C39H72O5). Komposisi komponen dalam peak tiga ini mencapai 44,88% dari total semua komponen dalam sampel. Peak dasar (base peak) pada peak 3 ini merupakan peak 55,10.

Sedangkan peak yang paling rendah dari lima peak utama adalah peak nomor 1. Pada peak ini diketahui kandungan komposisi yang dapat dianalisa hanya satu yaitu 2,4 decadienal (C12H16O). Komposisi komponen dalam peak ini sebesar 2,34%. Peak dasar (base peak) pada peak lima ini merupakan peak 81,05.

Selain komposisi yang terdapat dalam sampel, berat molekul total dari sampel juga dapat dihitung dengan memperhatikan hasil GCMS. Berat molekul total sampel dihitung dengan melibatkan komposisi komponen-komponen utama yang nilainya besar. Dari perhitungan yang telah dilakukan, berat molekul total sampel sebesar 777,369.

Karakterisasi Polyurethane

Polyol yang digunakan pada polimerisasi ini adalah polyol dari hasil epoksidasi dan hidrosilasi pada kondisi optimum penelitian pertama, yaitu pada komposisi 30% NPO, suhu 40oC. Sedangkan pada penelitian kedua diambil pada kondisi dimana warna polyol yang dihasilkan kuning cerah yaitu pada komposisi 70% NPO dan suhu 40oC.

Hasil polyol yang diperoleh dari pemurnian CPO sebanyak 500 gram diperoleh polyol berkisar 90 – 100 ml. Pada proses polimerisasi polyurethane digunakan polyol dan TDI 2:1. Karena proses polimerisasi cepat menggumpal maka begitu reaksi selesai (ditandai dengan suhu konstan) polymer segera di casting pada plat kaca. Temperatur reaksi berlangsung sampai suhu konstan selama 5 menit.

Reaksi polimerisasi polyol dengan TDI terjadi kenaikan suhu. Kenaikan suhu disebabkan oleh adanya panas yang timbul akibat terjadinya reaksi polyol dengan TDI yang bersifat eksotermis.

4. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh beberapa kesimpulan yaitu :
Berat molekul campuran polyol yang dihasilkan adalah 777,369 yang diperoleh dari analisa spektra gas kromatografi (GCMS).

Hasil dari analisa spektra infra merah (FTIR) diperoleh intensitas gugus O-H yang paling kuat terdapat pada spektrum I, yaitu polihidroksi alkohol dengan komposisi reaktan 70%, dan suhu reaksi 400C.

Variabel komposisi reaktan dan temperatur sangat berpengaruh terhadap bilangan hidroksil produk polihidroksi alkohol.

Polyol dengan kandungan bilangan hidroksil terbesar diperoleh pada saat temperatur reaksi 400C, komposisi reaktan 30 % dengan bilangan hidroksil 258,90 dengan berat 21,08 gram.

Polyol yang dihasilkan memiliki perbedaan warna yang timbul akibat variasi komposisi reaktan dan variasi temperatur pada saat proses epoksidasi dan hidrosilasi berlangsung. Dibawah komposisi 50% NPO polyol yang dihasilkan berwarna hitam.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulios ucapkan kepada Direktorat Pembinaan Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Departemen Pendidikan Nasional melalui proyek pengkajian dan penelitian ilmu pengetahuan terapan, Hibah Bersaing, yang telah

membiyai pelaksanaan penelitian ini dan semua pihak yang telah membantu sampai terselesaikannya penelitian ini.

Daftar Pustaka

Budi, S. F., 2001, "Pengembangan Proses Konversi Minyak Sawit (CPO) menjadi Polyurethane", ITB, Bandung.

Fessenden, F., 1983, "Kimia Organik I & II", Penerbit Erlangga, Jakarta.

George, dkk., 1992, "Lipid Profile of Process of Palm Oil", J. Am. Oil Chem. Society: 69 (March), p. 283-287.

Gerber, U. dkk., 2002, "Poyhidroksyl-Compositions Derived from Castor Oil with Enhanced Reaktivty Suitable for Polyyrethanes-Synthesis", US. Patent Application No. 20020032535.

Gum, F. W. dkk., 1992, "Reaction Polymers, Polyurethanes, Epoxies, Unsaturated polyesters, Phenolics, special Monomers, and Additives", Hanser Publisher, New York.

Ketaren, S., 1986, "Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan", UI Publishing, Jakarta (hal : 195-203).

Klare K., L.S. Craver, 1974, "Further Development in Crude Oil Processing", J. Am. Oil Chem. Society : 51 (May), p. 382A-385A.

Petrovic, Z., dkk., 2003, "Process for the Preparation of Vegetable Oil-Based Polyols and Electroinsulating Casting Compounds Created From Vegetable Oil-Based Polyols", US. Patent No. 6573354.

P, S, Tim Penulis., 1992, " Kelapa Sawit ; Usaha Budi Daya, Pemanfaatan Hasil, dan Aspek Pemasaran", Penerbit PT. Agromedia Pustaka, Jakarta.

Sastrosaryono, S.,2003, "Budi Daya Kelapa Sawit", Penerbit PT.Agromedia Pustaka, Jakarta.

Setia Budi F, 2001, Pengembangan proses konversi minyak sawit (CPO) menjadi polyurethane, Tesis Teknik Kimia ITB.

Setyamidjaja, 1998, " Karakteristik Kelapa Sawit", Penerbit PT. Agromedia Pustaka , Jakarta.

Shah, A.M, dkk., 2001, "Process for Production of Polyols for Polyurethanes", US. Patent No. 6258869.

Swern D, dkk., 1945, "The Hydroxylation of Mono Unsaturated Acid", Journal American Oil Chemistry Society 67 (October), p. 1786-7-1789.

Woods, G., 1990, "The ICI Polyurethane Book", 2nd edition, John Willey and Sons, Chicester.

Mert Umut Ozkaynak, Cigdem Atalay-Oral, S. Birgul Tantekin-Ersolmaz, F. Seniha Guner, 2005, Polyurethane Films for Wound Dressing Application, Macromol. Symp. 228, page 177-184.

Copyright © 1994-2006 Yahoo! Inc. All rights reserved. Terms of Service - Copyright/IP Policy
- Guidelines - Ad Feedback
NOTICE: We collect personal information on this site.
To learn more about how we use your information, see our Privacy Policy