

Penggunaan Kembali Katalis Nikel Bekas untuk Hidrogenasi Minyak Sawit dan Minyak Inti Sawit

Reuse Spent Nickel Catalyst for Hydrogenation of Palm Oil and Palm Kernel Oil

Hasrul Abdi Hasibuan

Kelompok Peneliti Pengolahan Hasil dan Mutu, Pusat Penelitian Kelapa Sawit, Jl. Brigjend Katamso No. 51, Medan, Indonesia

hasibuan_abdi@yahoo.com

Riwayat Naskah:

Diterima 06,2017
Direvisi 07,2017
Disetujui 07,2017

ABSTRAK: Proses hidrogenasi minyak sawit dilakukan menggunakan katalis nikel yang setelah proses akan dipisahkan dari produk dengan cara penyaringan. Katalis nikel bekas jarang sekali digunakan berulang karena efektivitasnya menurun. Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji penggunaan berulang katalis nikel bekas untuk hidrogenasi minyak sawit dan minyak inti sawit. Penelitian dilakukan dengan 4 tahapan meliputi: 1) penggunaan katalis nikel bekas untuk hidrogenasi (*recycle*), 2) perolehan kembali nikel dari katalis nikel bekas menggunakan teknik pelindian asam nitrat (*recovery*), 3) regenerasi nikel ter-*recovery* melalui impregnasi dan presipitasi menggunakan silika, alumina, dan *bleaching earth* yang selanjutnya diaktivasi dengan cara reduksi (*regeneration*), dan 4) pemanfaatan nikel terregenerasi untuk hidrogenasi (*reuse*). Katalis nikel bekas masih dapat digunakan kembali untuk hidrogenasi namun kadar asam lemak bebas pada produk meningkat. *Recovery* nikel sebesar 99,6% dari katalis nikel bekas dapat diperoleh menggunakan asam nitrat dengan konsentrasi 1,8 M, rasio katalis nikel bekas dan asam nitrat pada nisbah 1:14, suhu pada 80 °C dan waktu reaksi selama 4,8 jam. Katalis nikel terimpregnasi dan terpresipitasi dapat digunakan untuk menghidrogenasi minyak sawit.

Kata kunci: katalis, nikel, katalis nikel bekas, hidrogenasi, minyak sawit

ABSTRACT: Palm oil hydrogenation process is carried out using nickel catalyst that in the end of process will be separated from the product by filtration. Nickel catalyst is rarely used repeatedly because its effectiveness decreases. This research was conducted to assess the repeated use of a spent nickel catalyst for hydrogenation of palm oil and palm kernel oil. The study was conducted by four stages include: 1) using spent nickle catalyst for hyrogenation (*recycle*), 2) recovery of nickel from spent nickel catalyst by leaching process using nitric acid (*recovery*), 3) regeneration of recovered nickel through impregnation and precipitation using silica, alumina, and *bleaching earth* were subsequently activated by reduction (*regeneration*), and 4) using of regenerated nickel in hydrogenation (*reuse*). The spent nickel catalysts still be reused for hydrogenation but free fatty acid content in the product increased. Recovery of nickel of 99.6% from spent catalyst was obtained using nitric acid of 1.8 M, of spent nickel catalyst and nitric acid of 1:14, temperature at 80 °C and reaction time for 4.8 hours. The impregnated and precipitated of nickel catalyst able to use for hydrogenation of palm oil.

Keywords: catalyst, nickel, spent nickle catalyst, hydrogenation, palm oil

1. Pendahuluan

Minyak sawit dan minyak inti sawit dapat dirubah sifat fisiko kimianya sesuai yang diinginkan untuk produk pangan dan non pangan melalui proses modifikasi secara hidrogenasi (Hasibuan *et al.* 2009). Hidrogenasi bertujuan untuk mengkonversi minyak berbentuk cair menjadi lemak plastis berbentuk semi padat atau padat karena sebagian atau seluruh ikatan rangkap pada atom karbon berubah menjadi ikatan tunggal. Hidrogenasi menggunakan katalis untuk membantu mempercepat terjadinya konversi (Sonmez *et al.* 2013) dan di industri minyak sawit biasanya menggunakan nikel (Babaee *et al.* 2007). Nikel juga telah digunakan untuk hidrosulfurisasi dan hidroolefin yang keduanya juga termasuk dalam proses modifikasi lemak (Miazga 2008).

Pada akhir proses hidrogenasi, katalis nikel dipisahkan dari produk dengan cara penyaringan yang disebut sebagai katalis nikel terpakai/bekas (*spent nickle catalyst*). Katalis nikel bekas dapat digunakan kembali namun efektivitasnya menurun seiring waktu dan penggunaannya yang berulang kali. Untuk meningkatkan penggunaannya katalis nikel perlu diaktivasi kembali. Tahapan yang dilakukan dalam aktivasi katalis adalah memperoleh kembali logam aktif dan meregenerasinya kemudian disalut (*support*) dengan alumina, silika, dan lain-lain. Perolehan kembali (*recovery*) nikel dari katalis nikel bekas telah dilaporkan oleh beberapa peneliti. Mat & Othman (1999) *me-recovery* nikel menggunakan pelarut asam nitrat, klorida dan sulfat untuk menghasilkan produk baru berupa nikel nitrat, nikel klorida dan nikel sulfat.

Regenerasi/aktivasi dilakukan dengan cara penyalutan logam aktif dalam alumina, silika, campuran keduanya atau zeolit. Beberapa peneliti telah melaporkan teknik aktivasi katalis logam dalam alumina ataupun jenis lainnya. Wu *et al.* (2007) mensintesis katalis nikel yang disalut dengan MgO amorf dengan metode elektrolisis. Yao *et al.* (2008) mengaktivasi dan meregenerasi katalis nikel dan disalut dengan karbon aktif. Grijalba *et al.* (2011) mensintesis katalis nikel yang mengandung Sn dengan cara presipitasi. Chen *et al.* (2010) mengimpregnasi kalium dalam katalis Ni/Al₂O₃. El-Maksoud *et al.* (2008) mensintesis katalis nikel yang disalut dengan SiO₂ dan Al₂O₃ dengan impregnasi.

Sintesis katalis nikel yang telah dilaporkan sebelumnya belum ada yang memanfaatkan katalis nikel bekas sebagai sumber logam aktifnya. Oleh sebab itu, penelitian ini dilakukan untuk memanfaatkan katalis nikel bekas sebagai sumber nikel dalam penyediaan katalis nikel untuk proses hidrogenasi. Penelitian ini bertujuan untuk

mempelajari penggunaan berulang katalis nikel bekas (*recycle*), perolehan kembali nikel dari katalis nikel bekas (*recovery*), regenerasi nikel (*regeneration*) dan pemanfaatan kembali nikel teregenerasi untuk hidrogenasi (*reuse*).

2. Bahan dan Metode

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah katalis nikel komersial (Pricat), katalis nikel bekas diperoleh dari industri oleokimia di Medan, *refined bleached deodorized palm kernel oil* (RBDPKO) dan *refined bleached deodorized palm oil* (RBDPO) diperoleh dari pabrik minyak goreng di Medan. Bahan kimia lainnya diperoleh dari supplier lokal E. Merck.

2.2 Metode

Tahapan-tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- A. Karakterisasi katalis nikel baru dan katalis nikel bekas
Katalis nikel baru dan katalis nikel bekas dikarakterisasi dengan menentukan kadar air, kadar lemak dan kadar nikel. Lemak yang dikandung dalam katalis dianalisis kadar asam lemak bebas dan komposisi asam lemaknya.
- B. Penggunaan berulang katalis nikel bekas dalam hidrogenasi minyak inti sawit
Katalis nikel bekas diuji performanya untuk menghidrogenasi minyak inti sawit hingga diperoleh seluruh asam lemak tidak jenuh terkonversi menjadi lemak jenuh dan tidak membentuk asam lemak trans. Kondisi proses hidrogenasi yang dilakukan yaitu katalis sebanyak 0,5, 1, 2,5, 5, 7,5 dan 10% dari berat minyak, suhu 160 °C, tekanan 7,5 bar dan waktu reaksi 2, 4, 6, dan 8 jam.
- C. Penggunaan katalis nikel bekas yang telah diekstrak minyak yang dikandungnya dalam hidrogenasi minyak sawit
Katalis nikel bekas yang telah diekstrak minyak yang dikandungnya digunakan untuk menghidrogenasi minyak sawit. Kondisi proses hidrogenasi yang dilakukan yaitu katalis sebanyak 0,25, 0,5, 0,75 dan 1% dari berat minyak, suhu 160 °C, tekanan 7,5 bar dan waktu reaksi 1-5 jam.
- D. Perolehan kembali (*recovery*) nikel dari katalis nikel bekas
Perolehan kembali nikel dari katalis nikel bekas dilakukan dengan proses pelindian menggunakan asam nitrat. Variabel tetap yang digunakan adalah suhu proses pada 80 °C sedangkan variabel bebas adalah konsentrasi

asam nitrat (1-6 M), rasio katalis nikel bekas dan asam nitrat (1/8 - 1/16) dan waktu reaksi (1-6 jam). Optimasi kondisi proses dilakukan menggunakan response surface methodology (RSM).

- E. Regenerasi nikel secara impregnasi tanpa reduksi

Regenerasi dilakukan dengan mengimpregnasi nikel nitrat yang diperoleh dari kondisi optimum pada prosedur C menggunakan bahan penyalut Al_2O_3 (sebelumnya bahan penyalut sudah dipanaskan pada $550\text{ }^\circ\text{C}$) hingga diperoleh konsentrasi nikel pada bahan sebesar 7,5%. Impregnasi dilakukan dengan mengaduk campuran pada $80\text{ }^\circ\text{C}$ hingga seluruh pelarut teruapkan. Selanjutnya produk dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam.

- F. Regenerasi nikel secara impregnasi dan presipitasi dengan reduksi

Regenerasi dilakukan dengan mengimpregnasi dan mempresipitasi nikel nitrat yang diperoleh dari kondisi optimum pada prosedur C menggunakan bahan penyalut SiO_2 , Al_2O_3 , bleaching earth (sebelumnya bahan penyalut sudah dipanaskan pada $550\text{ }^\circ\text{C}$) hingga diperoleh konsentrasi nikel pada bahan sebesar 25%. Impregnasi dilakukan dengan mengaduk campuran pada $80\text{ }^\circ\text{C}$ hingga seluruh pelarut teruapkan. Presipitasi dilakukan dengan mengaduk campuran pada $80\text{ }^\circ\text{C}$ hingga seluruh pelarut teruapkan. Larutan natrium karbonat ditambahkan dan dipanaskan pada $80\text{-}90\text{ }^\circ\text{C}$ selama 20 menit. Produk disaring dan dicuci dengan air panas hingga bebas ion nitrat. Produk dikeringkan pada $110\text{ }^\circ\text{C}$ semalaman. Selanjutnya produk hasil impregnasi dan presipitasi dikalsinasi pada suhu $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 5 jam. Kemudian pereduksian nikel dilakukan menggunakan gas H_2 yang dipanaskan pada suhu $400\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam.

- G. Penggunaan kembali katalis nikel teregenerasi dalam hidrogenasi

Katalis nikel teregenerasi pada prosedur E digunakan untuk menghidrogenasi minyak sawit dengan 3 perlakuan yaitu pertama: katalis 0,1%, suhu $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan tekanan 7,5 bar, kedua: katalis 1%, suhu $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan tekanan 7,5 bar dan ketiga: katalis 2%, suhu $170\text{ }^\circ\text{C}$ dan tekanan 10 bar. Waktu yang digunakan untuk ketiga perlakuan adalah selama 1-7 jam. Katalis nikel teregenerasi pada prosedur F digunakan untuk menghidrogenasi minyak sawit dengan kondisi proses meliputi katalis 0,5%, suhu $160\text{ }^\circ\text{C}$ dan tekanan 17,5 bar selama 7 jam.

2.3 Analisis Mutu

Parameter analisis yang ditentukan adalah kadar lemak, kadar nikel, kadar asam lemak bebas dan komposisi asam lemak. Kadar lemak dan kadar air pada katalis nikel baru dan katalis nikel bekas ditentukan dengan mengacu kepada metode standar AOCS (1998). Kadar asam lemak bebas ditentukan dengan mengacu kepada metode standar AOCS (1998). Bahan baku dan produk hidrogenasi ditentukan komposisi asam lemak dan titik lelehnya untuk menentukan keberhasilan proses hidrogenasi. Komposisi asam lemak ditentukan dengan metode yang sesuai dengan metode standar AOCS (1998). Kadar nikel pada katalis nikel baru, katalis nikel bekas, nikel yang diperoleh dari proses rekoveri dan regenerasi ditentukan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

2.3.1 Kadar Lemak

Sebanyak 10 g sampel (katalis nikel) dimasukkan ke dalam kertas saring atau *thimble* dan dimasukkan ke dalam alat *soxhlet*. Kemudian di dalam labu dimasukkan heksan sebanyak 100 ml dan batu didih. Alat *soxhlet* dipanaskan pada suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam atau hingga warna heksan pada alat *soxhlet* bening. Sampel dan *thimble* dipanaskan di oven pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$ hingga mencapai berat konstan.

$$\text{Kadar Lemak (\%)} = \frac{\text{Berat Lemak (g)}}{\text{Berat Sampel (g)}} \times 100\%$$

2.3.2 Kadar Air

Sebanyak 10 gram sampel (katalis nikel) dimasukkan ke dalam cawan yang sudah dikeringkan dan diketahui beratnya. Panaskan sampel dalam oven pada suhu $105\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian dinginkan sampel dalam desikator dan ditimbang setiap 30 menit periode pengeringan sampai diperoleh berat konstan.

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{\text{Berat contoh sebelum di oven (g)} - \text{Berat contoh sesudah di oven (g)}}{\text{Berat contoh sebelum di oven (g)}} \times 100\%$$

2.3.3 Kadar Nikel

Sebanyak 10 g sampel (katalis nikel) dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan 5 ml HNO_3 65%, kemudian dipanaskan pada suhu $70\text{-}80\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam

menggunakan *blok drier*. Pemanasan dilanjutkan pada suhu 120 °C selama 6 jam. Selanjutnya sampel diabukan menggunakan tanur pada suhu 450 °C selama 2 jam. Abu ditambahkan 3-5 ml HNO₃ 5N kemudian dipanaskan 60-70 °C selama 10 menit selanjutnya disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42 ke dalam labu takar 25 ml. Filtrat ditepatkan volumenya dengan akuades hingga garis tanda. Larutan siap untuk di analisis menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom.

2.3.4 Kadar Asam Lemak Bebas (ALB)

Sebanyak 5 g sampel (minyak) dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambah 50 ml alkohol netral dan ditambahkan indikator *phenolphthalein* sebanyak 3 tetes. Campuran dititrasi menggunakan larutan KOH 0,01 N sampai terjadi perubahan warna menjadi merah muda.

$$ALB = \frac{N \text{ NaOH} \times V \text{ NaOH} \times BM \text{ as. lemak}}{\text{berat sampel} \times 1000} \times 100\%$$

2.3.5 Komposisi Asam Lemak

Analisa komposisi asam lemak menggunakan alat kromatografi gas (GC-2010, Shimadzu). Sebanyak 0,025 g sampel ditambahkan 1,5 ml NaOH metanolik 0,5 N. Campuran kemudian dipanaskan dalam penangas air pada 80°C selama 5 menit. Campuran didinginkan kemudian ditambahkan 2 mL BF₃ metanol (14% b/v) dan dipanaskan kembali dalam penangas air pada 80°C selama 30 menit. Campuran didinginkan kemudian ditambahkan 1 mL isooktana dan diaduk selama 1-2 menit. Campuran ditambahkan 5 mL NaCl jenuh dan diaduk. Lapisan isooktana dipisahkan dan dipindahkan ke dalam vial lalu diinjeksikan sebanyak 0,1 µL ke dalam kromatografi gas. Kolom yang digunakan dalam analisa komposisi asam lemak adalah DB-23 (J&W Scientific). Kondisi operasi kromatografi gas adalah suhu detektor 260°C, suhu injektor 260°C. Temperatur oven terprogram dengan kondisi awal 70°C, kemudian dinaikkan sebesar 20°C/menit hingga 180°C, kemudian naik 1°C/menit hingga 182°C, kemudian naik 10°C/menit hingga 220°C dan ditahan selama 2 menit.

2.3.6 Titik Leleh

Sampel dilelehkan dalam *water bath* pada suhu 80 °C dan dimasukkan ke dalam pipa kapiler (3 buah) setinggi 1 cm. Sampel disimpan dalam *refrigerator* pada suhu 4-10 °C selama 16 jam. Setelah waktu tercapai, pipa kapiler diangkat pada termometer dan kemudian dimasukkan ke dalam

beaker glas (600 mL) yang berisi air (sekitar 300 mL). Suhu air dalam *beaker glas* diatur pada suhu 8-10 °C di bawah titik leleh sampel dan suhu air dipanaskan menggunakan *hot plate* secara perlahan (dengan kenaikan 0,5°C-1°C/menit) dengan pengadukan. Pemanasan dilanjutkan sampai sampel meleleh dan naik pada tanda batas atas.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karakteristik katalis nikel baru dan katalis nikel bekas

Hasil analisa terhadap katalis nikel baru dan katalis nikel bekas meliputi kadar minyak, kadar air dan kadar nikel ditunjukkan pada Tabel 1. Katalis nikel baru mengandung nikel sebesar 22,3% sementara katalis nikel bekas sebesar 11,8%. Kadar air yang dikandung katalis nikel baru dan bekas masing-masing sebesar 0,5% dan 1,8%. Selain itu, katalis nikel baru mengandung minyak sebesar 50,3%. Menurut Mat & Othman (1999) bahwa minyak pada katalis nikel berfungsi untuk melindungi nikel agar tidak terjadi oksidasi. Sementara itu, minyak/lemak pada katalis nikel bekas disebabkan oleh residu minyak hasil proses hidrogenasi yang tidak dapat terpisahkan secara sempurna pada saat filtrasi. Besaran kadar minyak pada katalis nikel bekas yang digunakan pada penelitian ini sebesar 65,8%.

Berdasarkan hasil analisa komposisi asam lemak, minyak yang dikandung pada katalis nikel bekas memiliki komponen asam lemak utama yaitu palmitat 60,24% dan stearat 37,95% (Tabel 2). Data ini menunjukkan bahwa minyak yang dikandung pada katalis bekas merupakan minyak fraksi stearin yang dihidrogenasi secara sempurna. Hasibuan & Siahaan (2013) melaporkan bahwa palm stearin mengandung asam palmitat berkisar antara 57,3-66,1 %.

Tabel 1
Karakteristik katalis nikel baru dan bekas

Parameter	Katalis nikel baru	Katalis nikel bekas
Kadar Nikel (%)	22,3	11,8
Kadar Air (%)	0,5	1,8
Kadar Minyak (%)	50,3	65,8

Tabel 2
Karakteristik minyak hasil ekstraksi dari katalis nikel bekas

Komposisi asam lemak minyak	%
C12:0	0,15
C14:0	1,24
C16:0	60,24
C18:0	37,95
C20:0	0,42

3.2. Penggunaan katalis nikel bekas dalam hidrogenasi minyak inti sawit

Hidrogenasi adalah suatu proses menggunakan hidrogen untuk menjenuhkan asam lemak tak jenuh dengan bantuan katalis, umumnya katalis yang digunakan adalah nikel. Hidrogenasi ada dua jenis yaitu hidrogenasi total dan parsial. Hidrogenasi total adalah proses pemasukan molekul hidrogen pada seluruh asam lemak tidak jenuh menjadi jenuh sedangkan hidrogenasi parsial hanya pada sebagian asam lemak tidak jenuh yang dimungkinkan dapat menimbulkan asam lemak trans (Hasibuan 2011; Siahaan & Hasibuan 2012).

Pada penelitian ini dilakukan untuk melihat kemampuan katalis nikel bekas digunakan berulang dalam hidrogenasi minyak. Tabel 3 menunjukkan bahwa selama proses hidrogenasi menggunakan katalis nikel bekas terjadi perubahan asam oleat (C18:1) menjadi asam stearat (C18:0), selain itu juga terbentuk asam lemak trans (C18:1 trans). Hal ini menunjukkan bahwa katalis nikel bekas masih dapat digunakan kembali dalam proses hidrogenasi. Katalis nikel bekas sebanyak 7,5-10% pada waktu 4-6 jam dapat menghasilkan produk yang mengandung asam lemak trans < 1% namun meningkatkan asam stearat menjadi 16-20%.

Tabel 3
Hidrogenasi minyak inti sawit menggunakan katalis nikel bekas

Komposisi Asam Lemak (%)	Katalis nikel bekas (%)											
	0,5				1,0				2,5			
	Waktu reaksi (jam)											
	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8
C18:0	2,8	3,0	3,3	3,5	3,5	3,8	4,1	4,3	5,2	6,0	6,3	7,2
C18:1 trans	2,4	3,6	4,6	5,4	5,1	6,5	7,7	8,0	4,9	5,8	6,1	6,7
C18:1 cis	13,5	11,9	10,9	10,0	8,8	7,1	5,8	5,3	9,7	8,0	7,3	6,9
C18:2	1,1	0,7	0,5	0,4	0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	-	0,1
C18:3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	-	0,1

Komposisi Asam Lemak (%)	Katalis nikel bekas (%)											
	5,0				7,5				10,0			
	Waktu reaksi (jam)											
	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8
C18:0	13,6	17,5	19,2	20,1	16,1	18,8	19,7	20,2	16,4	19,4	19,3	19,5
C18:1 trans	4,5	2,1	1,3	1,0	2,3	1,0	0,4	0,2	2,5	0,6	0,2	0,2
C18:1 cis	2,9	1,0	0,5	0,3	1,3	0,5	0,2	0,2	1,3	0,2	0,1	-
C18:2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
C18:3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabel 4
Kadar asam lemak bebas pada produk hidrogenasi menggunakan katalis nikel bekas

Parameter	Katalis nikel bekas (%)											
	0,5				1,0				2,5			
	Waktu reaksi (jam)											
	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8
ALB (%)	0,60	0,64	0,65	0,72	1,01	1,04	1,10	1,20	1,75	2,18	2,40	2,43

Parameter	Katalis nikel bekas (%)											
	5,0				7,5				10,0			
	Waktu reaksi (jam)											
	2	4	6	8	2	4	6	8	2	4	6	8
ALB (%)	3,40	3,75	3,94	4,10	4,69	5,21	5,25	5,33	6,53	6,84	6,97	7,09

Peningkatan jumlah katalis nikel bekas pada hidrogenasi minyak inti sawit juga menyebabkan peningkatan kadar asam lemak bebas. Hal ini terjadi karena minyak yang dikandung pada katalis nikel bekas mengandung asam lemak bebas yang tinggi. Tabel 4 menunjukkan bahwa penggunaan katalis nikel bekas hingga 10% menghasilkan produk yang mengandung kadar asam lemak bebas sebesar 5-7%.

3.3. Penggunaan katalis nikel bekas yang telah diekstrak minyaknya dan dikalsinasi

Tabel 5 menunjukkan pemanfaatan katalis nikel bekas yang telah diekstraksi minyaknya untuk hidrogenasi minyak sawit dengan jumlah 0,25-1%. Penggunaan katalis nikel yang telah diekstrak minyaknya tidak menunjukkan adanya perubahan komposisi asam lemak meliputi asam oleat, linoleat dan linolenat serta stearat, selain itu juga tidak terbentuk asam lemak trans. Hal ini menunjukkan bahwa katalis nikel bekas ini tidak mampu mengkonversi asam lemak tidak jenuh yang diduga disebabkan oleh katalis nikel bekas telah teroksidasi pada saat ekstraksi minyak menggunakan heksan.

Tabel 5

Hidrogenasi minyak sawit menggunakan katalis nikel bekas yang telah diekstraksi minyaknya

Komposisi Asam Lemak (%)	Katalis 0,25%					Katalis 0,5%				
	Waktu reaksi (jam)									
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
C18:0	4,9	5,0	5,3	5,0	4,4	4,4	4,4	4,5	4,4	4,5
C18:1 trans	-	-	-	-	-	-	-	-	0,6	-
C18:1 cis	39,4	39,3	40,1	38,0	39,2	39,4	38,7	40,1	38,6	39,5
C18:2	7,8	7,9	7,4	7,2	8,7	8,7	8,6	8,8	8,5	8,5
C18:3	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1
Komposisi Asam Lemak (%)	Katalis 0,75%				Katalis 1,0%					
	Waktu reaksi (jam)									
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	
C18:0	4,4	4,4	4,4	4,4	4,5	4,2	4,2	4,3	4,4	
C18:1 trans	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
C18:1 cis	39,3	40,0	40,2	39,4	38,2	40,4	41,2	40,9	38,8	
C18:2	9,1	9,1	9,0	8,9	8,3	9,2	9,3	9,1	8,7	
C18:3	0,2	0,2	0,1	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1	

3.4 Rekoveri nikel dari katalis nikel bekas

Tabel 6

Perolehan kembali nikel dari katalis nikel terpakai dengan proses pelindian asam nitrat

No	Konsentrasi asam (M)	Rasio katalis nikel bekas/asam nitrat (g/ml)	Waktu reaksi (jam)	Konsentrasi nikel dalam filtrat (%)	Recovery (%)
1	1,8	1:10	1,8	16,4	78,1
2	4,8	1:10	1,8	17,1	81,2
3	1,8	1:14	1,8	20,3	96,9
4	4,8	1:14	1,8	20,0	95,2
5	1,8	1:10	4,8	19,9	94,5
6	4,8	1:10	4,8	15,5	73,7
7	1,8	1:14	4,8	20,9	99,6
8	4,8	1:14	4,8	19,7	93,9
9	1	1:12	3	19,7	93,6
10	6	1:12	3	20,1	95,7
11	3	1:08	3	20,3	96,7
12	3	1:16	3	19,4	92,4
13	3	1:12	1	20,3	96,4
14	3	1:12	6	14,3	68,0
15	3	1:12	3	19,0	90,7
16	3	1:12	3	18,8	89,7
17	3	1:12	3	19,1	90,9
18	3	1:12	3	18,8	89,3
19	3	1:12	3	18,6	88,6
20	3	1:12	3	19,1	91,0

Perolehan nikel dilakukan dengan proses pelindian menggunakan asam nitrat. Tabel 6 menunjukkan kadar nikel dalam filtrat dan perolehan kembali nikel dari katalis nikel bekas. Idris (2008) melaporkan bahwa faktor rasio katalis nikel terpakai:volume pelarut (g/ml) dan konsentrasi asam (M) serta waktu pelindian merupakan parameter yang sensitif untuk proses pelindian nikel dari katalis nikel terpakai dari proses hidrogenasi. Hal yang sama juga diperoleh pada penelitian ini. Kondisi optimum dalam memperoleh kembali nikel adalah konsentrasi asam nitrat sebesar 1,8 M, rasio katalis nikel bekas dan asam nitrat pada nisbah 1:14 (g/mL) dan waktu reaksi selama 4,8 jam. Dari kondisi tersebut diperoleh konsentrasi nikel dalam filtrat sebesar 20,9% dengan perolehan kembali 99,6%. Mat & Othman (1999) melaporkan bahwa asam sulfat

merupakan pelarut terbaik karena menghasilkan rekoveri lebih tinggi dari asam nitrat maupun asam klorida namun demikian pada penelitian ini dengan menggunakan asam nitrat menghasilkan perolehan kembali > 99%. Al-Mansi (2002) me-recovery nikel menggunakan asam sulfat dengan nilai *recovery* sebesar 99%.

Faktor rasio katalis nikel terpakai:volume pelarut (g/ml) pada penelitian ini sedikit berbeda dengan yang telah dihasilkan peneliti sebelumnya dapat disebabkan oleh berbedanya sumber katalis nikel terpakai. Hal ini didasarkan pada perbedaan komposisi katalis nikel terpakai yang digunakan. Dalam penelitian Mat & Othman (1999), kadar nikel dalam katalis nikel terpakai sebesar 8,15% sedangkan dalam penelitian ini, kadar nikel dalam katalis nikel terpakai sebesar 11,8%.

3.5 Penggunaan katalis nikel terimpregnasi tanpa reduksi

Tabel 7

Komposisi asam lemak minyak inti sawit terhidrogenasi menggunakan katalis nikel terimpregnasi alumina tanpa reduksi

Komposisi Asam Lemak (%)	Katalis 0,1%, suhu 160 °C, tekanan 7,5 bar				Katalis 1%, suhu 160 °C, tekanan 7,5 bar				Katalis 2%, suhu 170 °C, tekanan 10 bar			
	Waktu reaksi (jam)											
	1	3	5	7	1	3	5	7	1	3	5	7
C18:0	2,8	3,0	3,3	3,5	2,6	2,7	2,7	2,7	2,6	2,6	2,6	2,7
C18:1 trans	0,4	0,7	1,0	1,9	0,2	0,3	0,4	0,5	0,2	0,3	0,4	0,5
C18:1 cis	14,3	13,9	12,5	10,2	14,2	14,0	14,2	14,2	14,3	13,9	14,1	14,3
C18:2	2,3	1,9	1,5	1,0	2,4	2,3	2,3	2,3	2,4	2,3	2,0	1,8
C18:3	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1

Tabel 8

Komposisi asam lemak minyak inti sawit terhidrogenasi menggunakan katalis nikel terimpregnasi dan terpresipitasi yang tereduksi

Komposisi Asam Lemak (%)	Impregnasi			Presipitasi			Nikel komersial	
	<i>Bleaching earth</i>	Silika	Alumina	<i>Bleaching earth</i>	Silika	Alumina		
C18:0		4,4	4,8	4,3	5,3	4,3	4,4	7,7
C18:1 trans		-	1,3	0	1,3	-	-	1,1
C18:1 cis		40,0	38,1	39,1	38,2	39,8	40,0	35,1
C18:2		8,9	6,9	8,6	6,9	8,6	8,6	5,7
C18:3		0,2	0,4	0,2	0,4	0,1	0,2	0
Titik leleh (°C)		38,5	40,5	38,5	41,0	38,5	38,5	43,5

Setelah proses rekoveri, nikel yang diperoleh dalam bentuk filtrat diimpregnasi dalam alumina (Al_2O_3) dengan kandungan nikel sebesar 7,5% dalam bahan. Tabel 7 menunjukkan bahwa katalis nikel yang diimpregnasi dalam alumina tanpa reduksi masih belum mampu mengkonversi asam oleat pada minyak inti sawit. Meskipun demikian katalis nikel ini sudah dapat merubah komposisi asam lemak dengan terbentuknya asam lemak trans sebagai pertanda telah terjadinya proses hidrogenasi. Rendahnya kemampuan katalis nikel ini disebabkan oleh katalis nikel yang diimpregnasi belum tereduksi sehingga nikel belum aktif secara maksimal dalam menangkap molekul hidrogen yang selanjutnya dimasukkan ke dalam molekul diena.

3.6 Penggunaan katalis nikel terimpregnasi dan terpresipitasi yang telah direduksi

Tabel 7 menunjukkan bahwa katalis nikel yang diimpregnasi dan dipresipitasi dalam alumina, silika dan *bleaching earth* dengan kadar nikel sebesar 25% yang digunakan sebanyak 0,5% dari berat minyak dalam hidrogenasi dapat mengkonversi asam oleat dan linoleat pada minyak sawit selama 7 jam. Perubahan komposisi asam lemak ini juga menyebabkan perubahan bentuk minyak menjadi padat karena titik leleh meningkat menjadi 40,5-41 °C sementara dengan katalis nikel komersial sebesar 43,5 °C. Namun demikian, hasil perubahan titik leleh ini belum besar disebabkan oleh perubahan asam lemak tidak jenuh menjadi jenuh juga relatif rendah.

4. Kesimpulan

Katalis nikel bekas masih dapat digunakan secara berulang namun produk yang dihasilkan mengandung asam lemak bebas tinggi. Katalis nikel bekas yang telah dieskrasi minyaknya tidak efektif digunakan untuk hidrogenasi minyak sawit. Perolehan kembali nikel dari katalis nikel bekas secara proses pelindian menggunakan asam nitrat telah diperoleh *recovery* sebesar 99,6% pada kondisi konsentrasi asam nitrat 1,8 M, rasio katalis nikel bekas dan asam nitrat pada nisbah 1:14 dan waktu reaksi selama 4,8 jam serta suhu reaksi pada 80 °C. Katalis nikel ter-*recovery* yang diimpregnasi dan dipresipitasi dapat digunakan untuk menghidrogenasi minyak sawit dan minyak inti sawit namun perubahan karakteristiknya belum maksimal.

Saran

Optimasi kondisi proses impregnasi atau presipitasi yang tereduksi perlu dilakukan agar diperoleh sensitivitas dan efektifitas hidrogenasi yang tinggi. Selain itu, penelitian lanjutan terkait dengan optimasi kondisi proses hidrogenasi menggunakan katalis nikel terimpregnasi dan terpresipitasi perlu dilakukan untuk memperoleh perubahan asam lemak yang maksimal.

Daftar Pustaka

- Al-Mansi & Monem, A. (2002) Recovery of Nickel Oxide from Spent Catalyst. *Waste Management*, 22, 85-90.
- [AOCS] American Oil Chemists' Society. (1998) Official and Recommended Methods of the American Oil Chemists' Society. 5th Ed. Champaign IL.
- Babae, Z., Nikoopour, H. & Safar, H. (2007) A Comparison of Commercial Nickel Catalyst Effects on Hydrogenation of Soybean Oil. *World Applied Sciences Journal*, 2(6), 621-626.
- Chen, C.S., Lin, J.H., You, J.H. & Yang, K.H. (2010) Effects of Potassium on Ni-K/Al₂O₃ Catalysts in The Synthesis of Carbon Nanofibers by Catalytic Hydrogenation of CO₂. *J. Phys. Chem*, 114, 3773-3781.
- El-Maksoud, I.H.A., Hegazy, E.Z., Kenawy, S.H. & Saleh, T.S. (2008) Synthesis and Characterization of Nano-Sized Nickel Catalyst Supported on SiO₂-Al₂O₃. *Applied Surface Science*. DOI: 10.1016/j.apsusc.200807.117.
- Grijalba, A.C., Urresta, J., Ramivez, A. & Barrault, J. (2011) Preparation and Characterization of Catalysts Based on Cassiterite (SnO₂) and Its Application in Hydrogenation of Methyl Esters. *Journal of Argentine Chemical Society*, 98: 48-59.
- Hasibuan, H.A., Siahaan, D., Rivani, M. & Panjaitan, F. (2009) Minyak Sawit dan Minyak Inti Sawit Sebagai Bahan Baku Formulasi Plastic Fat dan Specialty Fat. *Prosiding Pertemuan Teknis Kelapa Sawit*. Pusat Penelitian Kelapa Sawit, Jakarta. Hal: 295-305.
- Hasibuan, H.A. (2011) Optimasi kondisi hidrogenasi minyak inti sawit terafinasi dalam pembuatan *cocoa butter substitute* bebas lemak trans. *Widyariset*. 14(2): 423-430.
- Hasibuan, H.A., & Siahaan D. (2013). Karakteristik CPO, Minyak Inti Sawit dan Fraksinya. *Buku Saku Seri 31*. 45-50. Penerbit: Pusat Penelitian Kelapa Sawit.
- Idris, J., & Hamid K. (2008) Recovery of Nickel Oxide from Spent Catalyst of Palm Oil Mill Industrial Waste by Leaching Treatment. *International Conference on Environmental Research and Technology (ICERT 2008)*.
- Mat, H.B. & Othman, N. (1999) Selective Nickel Recovery From Spent Catalyst. *Paper Presented at World Engineering Congress and Exhibition, 1999 (WEC'99)*. Kuala Lumpur. July, 19-22.
- Miazga, B. & Mulak, M. (2008) *Leaching of Nickel from Spent Catalyst in Hydrochloric Acid Solutions. Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 42. pp. 177-184 Hui, Y.H. 1996. *Bailey's Industrial Oil & Fat Products*. Fifth edition. Volume 4. John Wiley & Sons Inc. New York. Pp. 626-627.
- Siahaan, D., & Hasibuan, H.A. (2012) Optimasi Hidrogenasi Minyak Inti Sawit Skala 100kg/Batch dan Rafinasi Cocoa Butter Substitute yang Dihasilkan. *Prosiding INSINAS 2012: Membangun Sinergi Riset Nasional untuk Kemandirian Teknologi*. Kementerian Riset dan Teknologi. Jakarta. PG 37.
- Sonmez, F., Ercan, H., Genc, H., Arslan, M., Zengin, M. & Kucukislamoglu, M. (2013) Hydrogenation of Some Vegetable Oils by Scrap Automobile Catalyst. *Journal of Chemistry*, Article ID 1609109, 1-4.
- Wu, Z., Zhang, M., Li, W., Mu, S. & Tao, K. (2007) Study on The Deactivation of Supported Amorphous Ni-B Catalyst in Hydrogenation. *Journal of Molecular Catalyst A: Chemical*, 273, 277-283.
- Yao, S., Yang, C., Tan, Y. & Han, Y. (2008) Deactivation and Regeneration of an Activated Carbon-Supported Nickel Catalyst for Methanol Carbonylation in The Vapor Phase. *Catalysis Communications*, 9, 2107-2111.