

Pengaruh Komposisi Katalis H-Zeolit pada Proses Pembuatan *Plastisizer* Menggunakan Minyak Limbah Ikan Patin dan Isobutanol

Rizky Deliana dan Nirwana HZ

Laboratorium Teknologi Bahan Alam dan Mineral
Kampus Binawidya Km 12,5 Simp. Baru Pekanbaru 28293
Telp. (0761) 63270, Fax. (0761) 63270
E-mail: rizkydeliana@yahoo.com

Abstract

Plastisizers are additives that are added to polymeric material to increase flexibility. The purpose of this research are to make plastisizer by esterification of waste belly patin fish and isobutanol using H-Zeolit as the catalyst. From the result of research showed that the utilization of waste belly patin fish is one effort that supports the activities of zero waste. This research was done in Mineral and Natural Material Technology Laboratory of Engineering Faculty of Riau University, Pekanbaru. In this research, the variation of the composition catalyst were 10%, 15%, and 20% of based sample reactant. H-Zeolit, fish oil and isobutanol reacted at batch reactor with agitation 50 hours. From product analisis showing that composition catalyst affect. The best operation condition is at mixing speed is 200 rpm and composition 15% and 20%. The physical properties from the product meet the commercial raw material of plastisizer. In this result, density and viscosity is 0,86 gr/ml and 7,99 mPa s.

Keywords: esterification, fish oil, H-Zeolit, isobutanol, plastisizer

1. Pendahuluan

Secara konsep sederhana, *plastisizer* merupakan pelarut organik yang mempunyai titik didih tinggi atau suatu padatan yang mempunyai titik leleh rendah. Apabila *plastisizer* ditambahkan ke dalam resin yang keras seperti karet dan plastik, maka gaya akumulasi intermolekul rantai panjang akan berkurang sehingga kelenturan, kelunakan dan pemanjangan akan bertambah (Sadi, 1996).

Bahan baku untuk pembuatan *plastisizer* dari minyak hewani sangat prospek di Indonesia, mengingat Indonesia khususnya Provinsi Riau memiliki sumber minyak hewani yang melimpah. Proses produksi baik di industri maupun domestik akan menghasilkan limbah. Limbah yang dihasilkan dari pengolahan ikan berasal dari kulit, kepala, tulang, serta isi perut. Jika limbah tidak segera ditangani, maka tidak tertutup kemungkinan akan

menyebabkan terjadinya pembusukan sehingga dapat menimbulkan bau serta pencemaran lingkungan yang serius. Selama ini, pengolahan limbah ikan patin hanya sebagai produk makanan dan industri tertentu (Suryaningrum, 2008). Padahal limbah dari hasil pengolahan ikan dapat diolah menjadi lemak atau minyak ikan yang dapat menjadi sumber asam lemak yang merupakan bahan baku pembuatan *plastisizer*. Limbah ikan mengandung banyak asam lemak rantai panjang dengan lebih dari 20 atom karbon yang sebagian besar 5-6 ikatan rangkap. Komposisi asam lemak ikan pun berbeda-beda, tergantung jenis ikan, makanan dan musim (Ackman, 1982).

Konversi asam lemak menjadi *plastisizer* dapat dilakukan secara *transesterifikasi* menggunakan katalis. *Transesterifikasi* atau *alkoholisis* adalah proses reaksi antara minyak-lemak dengan alkohol membentuk metil

ester dan gliserol. Proses ini dapat menggunakan katalis asam ataupun basa untuk meningkatkan yield metil ester. Transesterifikasi merupakan reaksi multi step, pertamanya trigleserida direduksi menjadi digleserida. Selanjutnya digleserida direduksi menjadi monogleserida dan akhirnya menjadi ester asam lemak (Freedman, et al., 1986). Prinsip dari transesterifikasi yaitu lemak yang tersusun dari ester asam lemak bereaksi dengan asam lemak, alcohol, atau ester lain, dengan pertukaran tempat asam lemak untuk menghasilkan ester baru. Reaksi antara satu ester dengan ester lainnya yang disebut dengan transesterifikasi. Katalis padat-cair (heterogen) merupakan katalis yang berupa padatan (H-Zeolit) dan berinteraksi dengan reaktan yang berbeda fasa yaitu cair. Pada proses katalisis heterogen terjadi tahapan reaksi (siklus katalitik) tertentu. Siklus katalitik didahului dengan terjadinya transfer reaktan menuju permukaan katalis. Reaktan kemudian berinteraksi dengan katalis sehingga terjadi proses adsorpsi pada permukaan katalis. Spesies yang teradsorpsi akan bereaksi untuk menghasilkan produk. Setelah reaksi selesai, produk yang terbentuk akan terdesorpsi dari permukaan katalis, lalu menjauhi katalis (Nurhayati, 2008).

Menurut Searn dkk (2008) yang telah melakukan esterifikasi asam palmitat dengan isobutanol menyatakan bahwa kondisi optimum pada perbandingan molar asam palmitat dengan isobutanol adalah 1:3 dan jumlah katalis H_2SO_4 sebanyak 3% berat berbasis asam palmitat dengan konversi 94%. Jerry dkk (2011) juga menyatakan bahwa komposisi katalis sangat berpengaruh pada sintesis isobutyl stearat dan isobutyl oleat, dimana konversi tertinggi 67,33% (isobutyl stearat) dan 74,01% (isobutyl oleat) pada kondisi komposisi katalis 15% berbasis berat asam stearat dengan kecepatan pengadukan 200 rpm. Sedangkan Evi Triwulandari dan Agus Haryono (2008) melakukan reaksi esterifikasi asam oleat menggunakan isobutanol menggunakan katalis H_2SO_4 dengan perbandingan berat 1% terhadap asam oleat didapatkan konversi reaksi 95,53 % dengan lama reaksi 4 jam. Selain itu, Nugroho (2012) telah melakukan reaksi

esterifikasi antara asam oleat dengan isobutil alkohol yaitu dengan komposisi katalis H-Zeolit sebesar 15 % (berbasis berat asam oleat), didapatkan konversi reaksi 56,44 %. Pada umumnya, metoda sintetik yang digunakan peneliti-peneliti sebelumnya untuk membuat plastisizer yaitu secara esterifikasi menggunakan bahan baku asam lemak sintetik (asam oleat, asam palmitat, dll) dengan menggunakan katalis H_2SO_4 . Bahan baku asam lemak sintetik ini sangat mahal jika dibandingkan dengan asam lemak bukan sintetik. Selain itu, katalis H_2SO_4 yang merupakan katalis homogeny yang susah untuk dipisahkan dari campurannya dan panjangnya tahapan proses. Penggunaan isobutanol (alkohol rantai panjang) dibandingkan dengan butanol (alkohol rantai pendek) dikarenakan peneliti menginginkan produk yang lebih bagus. Karena dengan semakin panjangnya rantai karbon maka, daya elastisitasnya semakin bagus.

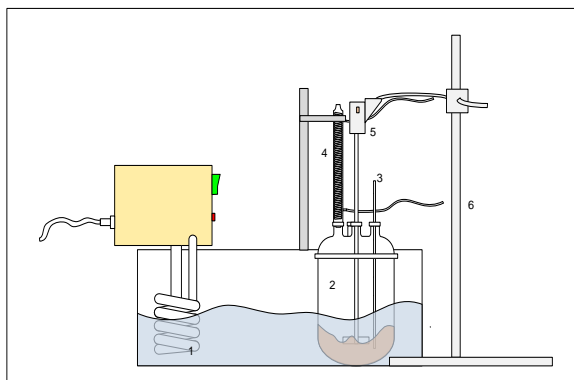
Dari uraian di atas, pada penelitian ini akan dilakukan proses pembuatan plastisizer menggunakan limbah minyak ikan patin dan pereaksi isobutanol dengan mengamati pengaruh komposisi katalis H-Zeolit.

2. Bahan dan Metode

2.1. Bahan dan Alat

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini meliputi lemak ikan patin yang akan diekstrak menjadi minyak ikan patin, zeolit alam sebagai katalis untuk mempercepat reaksi, isobutanol sebagai pereaksinya. Bahan bantu lainnya seperti ammonium nitrat (NH_4NO_3) 1 N, aquadest, indicator PP dan KOH 0,5 N.

Peralatan yang digunakan meliputi kondensor, labu leher tiga, *oil batch*, *furnace*, *magnetic stirrer*, erlenmeyer, gelas ukur, gelas piala, pipet tetes, pipet gondok, dandang, corong pisah, kain kasa, *thermometer*, kertas saring, dan pengaduk. Sedangkan peralatan untuk pengujian analisis produk yaitu *viscometer oswald*, piknometer, buret, dan Gas *Chromatography - Mass Spectrophotometer* (GC-MS).



Gambar 1. Rangkaian Alat Transesterifikasi

Keterangan:

1. Pemanas dan Water Batch
2. Reaktor
3. Termometer
4. Kondenser
5. Pengaduk
6. Statif

2.2. Prosedur Ekstraksi Lemak

Limbah ikan patin dikukus menggunakan dandang selama 3 jam. Setelah 3 jam limbah ikan dipres untuk mengeluarkan lemak pada limbah. Lemak yang ada di atas permukaan air pengukus diambil dan dimasukkan ke corong pisah dengan menambahkan natrium sulfat anhidrat untuk mengikat air yang masih terdapat dalam lemak, kemudian lemak yang diperoleh ditimbang.

2.3. Persiapan Katalis H-Zeolit

Zeolit alam yang sudah dipisahkan dari impuritis secara fisik selanjutnya dicuci dengan air biasa hingga air sisa pencucian tidak lagi terlihat keruh, kemudian dibilas dengan aquades dan dikeringkan. Zeolit kering yang sudah bersih ditumbuk sampai halus (100 mesh), zeolit tersebut ditimbang seberat 250 gram dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga 500 ml, kemudian ditambahkan larutan pengaktif yaitu amonium nitrat (NH_4NO_3) 1 N, sambil diaduk terus menerus selama 50 jam dengan kecepatan 100 rpm pada suhu 90°C menggunakan

magnetic stirrer. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan aquades hingga mencapai kondisi netral (pH 7) dan disaring dengan kertas saring serta dikeringkan. Zeolit yang sudah kering dipijarkan selama 4 jam pada suhu 500°C .

2.4. Sintesis Plastisizer

Lemak ikan sebanyak 219,96 gr dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk, selanjutnya dipanaskan di dalam *oil bath* dengan suhu $102\text{-}106^\circ\text{C}$. Katalis H-Zeolit dengan komposisi (10,15, dan 20%) berbasis berat lemak ikan, ditambahkan ke dalam labu leher tiga. Setelah itu ditambahkan isobutanol setetes demi setetes melalui corong pisah sejumlah yang ditentukan. Reaksi esterifikasi dibiarkan berlangsung selama 7 jam dengan kecepatan pengadukan 200 rpm. Kemudian produk didiamkan selama 24 jam dalam corong pisah dan diambil lapisan atas sebagai plastisizer. Lalu dicuci produk dengan aquadest untuk menghilangkan sisa asam, katalis dan hasil sampingnya.

2.5. Analisa Hasil

Uji Viskositas

Metoda yang digunakan untuk pengukuran viskositas pada penelitian ini adalah pengukuran viskositas cairan dengan metoda Poiseuille's pada standar ASTM D-445 dengan alat viskometer ostwald. Sampel dimasukkan ke dalam pipa kapiler, selanjutnya Waktu alir yang diperlukan untuk mencapai batas garis yang telah ditentukan dicatat. Perhitungan viskositas ditentukan dengan membandingkan hasil pengukuran waktu alir dan densitas referen (air) dengan waktu alir dan densitas sampel.

Uji Densitas

Pengukuran massa jenis dilakukan dengan menggunakan piknometer yang telah dibersihkan dan dikeringkan.

Piknometer diisi dengan sampel hingga meluap dan tidak ada gelembung udara. Selanjutnya piknometer dengan isinya ditimbang. Berat sampel adalah selisih berat piknometer dengan isinya dikurangi dengan berat piknometer kosong. Kemudian Perhitungan densitas sampel dapat ditentukan.

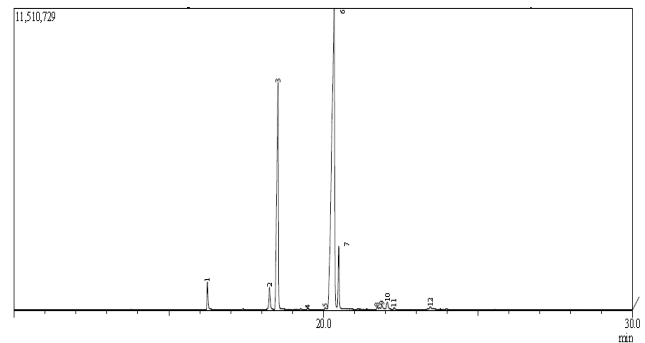
Analisa Gas Chromatographi - Mass Spectrophotometer (GC-MS)

GC-MS merupakan analisis yang digunakan untuk mengetahui kandungan dari suatu senyawa yang akan diuji. Cara kerja dari alat GC-MS yaitu gas pembawa dialirkan dari tangki bertekanan tinggi melalui alat pengatur tekanan yang dapat menentukan kecepatan aliran gas pembawa yang akan mengalir ke komponen yang lain. Sampel dimasukkan kedalam injektor yang dipanaskan sehingga sampel berubah menjadi gas dan mengalir ke dalam kolom. Pada kolom campuran zat penyusun mengalami pemisahan proses partisi pada fase cair melalui detektor yang mengirimkan signal ke recorder setelah mengalami amplifikasi. Sampel masuk kedalam injektor mengalir dengan gas pembawa masuk kedalam kolom.

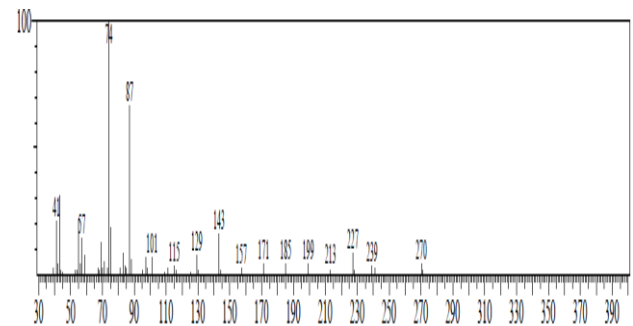
3. Hasil dan Pembahasan

Analisis profil asam lemak minyak ikan patin dilakukan dengan menggunakan kromatografi gas. Profil asam lemak minyak ikan dapat terlihat pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2 diketahui kromatogram terdiri dari 12 puncak yang berarti dalam minyak ikan patin tersusun atas 12 jenis senyawa organik yang merupakan asam lemak atau turunannya. Dari 12 senyawa itu terlihat bahwa ada 2 senyawa dominan yang dipresentasikan oleh puncak 3 dan 6. Kelimpahan relative dan waktu retensi (menit) kedua puncak mayor tersebut secara berurutan adalah 3 (18,531; 27,02%) dan 6 (20,346; 62,54%). Kedua senyawa tersebut yang kemudian dilakukan

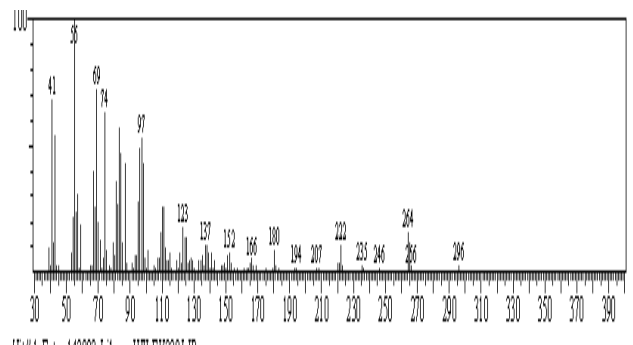
fragmentasi massa yang spektranya ditampilkan pada Gambar 3 dan 4.



Gambar 2. Kromatogram minyak ikan patin

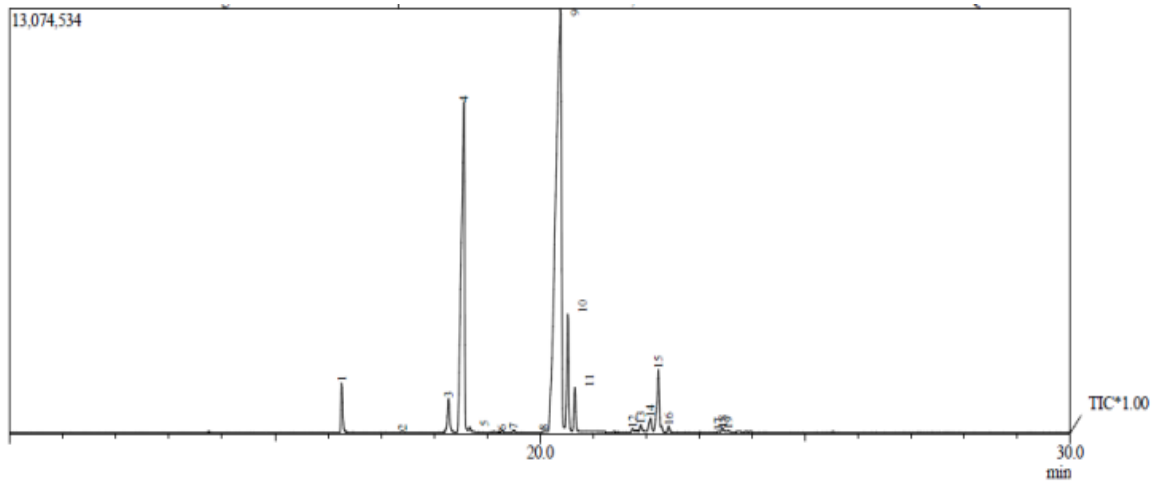


Gambar 3. Spektrum massa puncak 3 minyak ikan patin



Gambar 4. Spektrum massa puncak 6 minyak ikan patin

Adanya kemiripan yang tinggi antara fragmen massa asam lemak sampel dan asam lemak referensi, maka dapat disimpulkan bahwa asam lemak penyusun ekstrak minyak ikan patin didominasi oleh asam oleat dan palmitat.



Gambar 5. Kromatogram produk

3.1. Hasil Karakterisasi GC-MS Produk

Dari hasil GC-MS produk yang dihasilkan dibandingkan dengan hasil GC-MS minyak ikan patin terlihat perbedaan. Profil produk dapat terlihat pada Gambar 5.

Dari Gambar 2 dan 5 menunjukkan bahwa terjadi perubahan. Hal ini menandakan bahwa produk yang diinginkan telah terbentuk. Tetapi perubahan hasil kromatogram produk hanya terjadi pada variable komposisi katalis 15% dan 20%, sedangkan pada komposisi katalis 10% tidak ada perbedaan hasil kromatogram dengan hasil kromatogram minyak ikan patin. Hal ini terjadi karena pada saat komposisi katalis 10% reaksi belum berjalan sempurna. Metil ester yang terbentuk merupakan metal ester dari asam oleat. Keadaan ini terjadi karena senyawa dominan penyusun bahan baku minyak limbah ikan patin adalah asam oleat.

Selain itu, produk yang dihasilkan pada penelitian ini dilakukan analisa sifat kimia untuk dibandingkan dengan sifat kimia dari hasil penelitian Nugroho yang menggunakan asam oleat dan isobutanol. Dari Tabel 1 dapat kita ketahui bahwa hasil pengujian karakteristik plastisizer menggunakan minyak ikan patin dan isobutanol juga memiliki kesamaan dengan hasil pengujian karakteristik plastisizer dari asam oleat (asam lemak sintetis) dan isobutanol. Sehingga disimpulkan bahwa plastisizer dapat dibuat dari asam lemak non sintetis (minyak limbah ikan patin) dan isobutanol.

Tabel 1. Perbandingan karakteristik plastisizer hasil penelitian ini dengan hasil penelitian Nugroho

Parameter dan satuan	Plastisizer hasil penelitian	Plastisizer hasil penelitian Nugroho
Viskositas (mPa s)	7,99	1,714
Densitas (gr/ml)	0,8596	0,837

Dari Tabel 1 terlihat perbedaan yang signifikan pada parameter viskositas plastisizer yang didapat dengan plastisizer peneliti (nugroho). Hal ini disebabkan karena adanya perbedaan bahan baku yang digunakan yaitu bahan baku sintetis (asam oleat) dan bahan baku non sintetis (minyak limbah ikan patin). Dimana, minyak limbah ikan patin tersebut terdiri dari berbagai macam asam-asam lemak. Sehingga berat molekul dari minyak limbah ikan patin tersebut besar dibandingkan dengan asam oleat (bahan baku sintetis). Berat molekul sangat berpengaruh terhadap nilai viskositas. Semakin berat molekul senyawa tersebut besar maka laju alir dari senyawa itu semakin lama.

4. Kesimpulan

Pembuatan plastisizer dapat menggunakan limbah perut ikan patin sebagai asam lemak non sintetis dan

isobutanol. Hasil GC-MS minyak ikan patin didapatkan bahwa asam lemak yang paling dominan adalah asam oleat, sehingga metil ester yang terbentuk merupakan metil ester dari asam oleat. Penggunaan H-Zeolit sebesar 15% dan 20% berbasis berat minyak limbah ikan patin menghasilkan perbedaan kromatogram produk dengan kromatogram bahan baku (minyak limbah ikan patin). Adapun untuk karakteristik plastisizer pada penelitian ini diperoleh hasil densitas = 0,86 gr/ml, viskositas = 8,06 mPa s.

Ucapan Terima Kasih

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada DP2M Dikti atas dana yang telah diberikan untuk penelitian plastisizer ini. Serta tidak lupa juga kepada pihak-pihak yang telah membantu peneliti dalam melakukan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Ackman, R.G. 1982. Fatty Acid Composition in Fish Oil. London: Academic Press.
- Freedman, B., Pryde, E.H., Mounts, T.L. 1638 *Transesterification of soybean oil*. J. Am. Oil Chem. Soc.
- Jerry, I. H., Zaid, R. Helena, dan W. Rizka. 2011. *Pengaruh Komposisi Katalis Zeolit Alam dan Kecepatan Pengadukan Pada Proses Sintesis Plastisizer "Isobutil Oleat dan Isobutil Stearat"*. Skripsi, Universitas Riau.
- Nugroho, J. 2012. *Pengaruh Komposisi Katalis Zeolit Alam dan Kecepatan Pengadukan Pada Proses Pembuatan Isobutil Oleat dari Asam Oleat dengan Isobutanol*. Skripsi Sarjana, Fakultas Teknik, Universitas Riau, Riau.
- Nurhayati. 2008. Reaksi Katalis Oksidasi. FMIPA, Universitas Indonesia.
- Sadi, S dan G, Purboyo, 1996. *Konsep Agroindustri Untuk Produksi Plasticizer dari Minyak Sawit Secara Terpadu*. Warta PPKS, Vol 4 (2) : 75-83.
- Searn, C, 2008. Synthesis of Palmitate Acid-Based Ester and Their Effect of Palm Oil Ester. Journal of Palm Oils Research, Vol 20.
- Suryaningrum, D, 2008. *Ikan Patin: Peluang Ekspor, Penanganan Pascapanen, dan diversifikasi produk olahannya*. Jakarta : Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan.
- Triwulandari, Evi dan Haryono. 2008. Sintesis Plastisizer Isobutil Oleat Sebagai Bahan Substitusi PVC. Jurnal Polimer LIPI.