

Transesterifikasi Minyak Limbah Ikan Patin Menggunakan Isobutanol dengan Variasi Jumlah Katalis dan Waktu Reaksi

Risky Deliana dan Nirwana

Laboratorium Teknologi Bahan Alam dan Mineral
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293
E-mail: riskydeliana@yahoo.com

Abstract

Plastisizer is an organic solvent with high boiling point. Which had low melting point. Plastisizer is produced from process called transesterification. It is a reaction between oil (ester) and alcohol, creating new esters and glycerol as it's by products. This experiment used waste of cat fish oil, isobutanol as solvent, and H-Zeolit as catalyst. The transesterification is performed in a reactor equipped with mixer. Independent variables were set prior to the study, consists of molar ratio 1:6, mixer velocity 175 rpm, and temperature of 90°C. While the dependent variables are reaction rate of 5, 6, and 7 hours, and respectavally catalyst amount 10%, 15%, and 20% of oil weight. This experiment resulted in plastisizer with similar characteristics to commercial plastisizer in specific gravity, viscosity, except saponification value. Furthermore, at reaction rate 6 hours and catalyst amount of 15%, the conversion of 18,03%.

Keywords: *H-Zeolit, Isobutanol, Plastisizer, Transesterification*

1. Pendahuluan

Transesterifikasi merupakan tahap konversi dari trigliserida menjadi alkil ester, melalui reaksi dengan alkohol dan menghasilkan produk samping yaitu gliserol. Produk yang dihasilkan dari reaksi transesterifikasi adalah *Fatty Acid* Alkil Ester. Salah satu yang dapat dijadikan bahan baku untuk pembuatan *Fatty Acid* Alkil Ester adalah dari minyak nabati seperti minyak jagung, minyak kedelai, minyak matahari. Deliana, dkk (2011) telah melakukan penelitian tentang *plastisizer* yang berbahan baku minyak limbah ikan patin. Selain itu, Fajrin, dkk (2013) juga melakukan pengolahan limbah ikan patin menjadi biodiesel. Salah satu aplikasi dari *fatty acid* alkil ester adalah *plastisizer*. *Plastisizer* merupakan pelarut organik yang memiliki titik didih tinggi atau padatan yang memiliki titik leleh rendah.

Indonesia sangat melimpah akan keanekaragaman sumber daya laut, salah satunya adalah ikan. Pada umumnya bagian dari ikan yang sering dikonsumsi oleh manusia adalah bagian daging, sedangkan sisanya tidak dimanfaatkan seperti kepala, kulit dan jeroan (isi perut). Bagian ikan yang tidak dimanfaatkan inilah yang dimaksud dengan limbah ikan. Khususnya Provinsi Riau memiliki sumber minyak limbah ikan patin yang melimpah.

Berdasarkan data Dinas Perikanan dan Kelautan Provinsi Riau (2013), bahwa jumlah produksi ikan patin tahun 2012 mencapai 383 ribu ton. Sehingga dalam satu tahun, limbah dari ikan patin dapat mencapai 300 ribu ton lebih untuk Provinsi Riau. Padahal limbah tersebut memiliki nilai tambah dengan cara memanfaatkannya lagi, karena mempunyai kandungan minyak yang cukup tinggi khususnya bagian jeroan (isi perut).

Tujuan dari penelitian ini yaitu membuat *fatty acid* alkil ester (*plastisizer*) dari minyak limbah ikan patin, mempelajari pengaruh jumlah katalis H-Zeolit dan lama waktu reaksi pada proses transesterifikasi dan uji karakteristik *fatty acid* alkil ester (*plastisizer*) dari minyak limbah ikan patin.

2. Bahan dan Metode

2.1. Prosedur ekstraksi minyak limbah ikan patin

Sampel berupa limbah ikan patin diambil jeroan (isi perut), lalu dilakukan pencucian dengan air. Limbah ikan sebanyak 800 gram dipanaskan selama 5 jam pada suhu 105°C [Almunady dkk, 2009]. Minyak kasar yang diperoleh dimurnikan dengan penambahan NaCl 2,5% dan dipanaskan pada temperatur 70°C selama 15 menit.

Lapisan minyak dan air dipisahkan dengan menggunakan corong pisah, diambil lapisan minyak, lakukan analisa (angka asam dan angka penyabunan) dan ditimbang hasil yang didapat [Lestari dkk, 2008].

2.2. Persiapan katalis H-Zeolit

Zeolit alam sebanyak 250 gram digerus sampai halus sehingga lolos penyaring 100 *mesh* kemudian dimasukkan kedalam reaktor ukuran 500 ml, lalu ditambahkan dengan larutan NH_4Cl 1 N sampai zeolit tersebut terendam. Diaduk dengan kecepatan 500 rpm selama 50 jam pada suhu 90°C . Zeolit tersebut disaring dan kemudian residu tersebut dicuci dengan *aquadest* (gunanya untuk memisahkan unsur atau senyawa pengotor yang ada didalam zeolit). Setelah disaring dan dicuci, zeolit dikeringkan pada suhu $105 - 110^\circ\text{C}$ selama 3 jam dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 6 jam (gunanya untuk mengaktifkan zeolit alam tadi menjadi H-Zeolit) [Karunia, 2012].

2.3. Sintesa *fatty acis alkyl ester* (*plastisizer*)

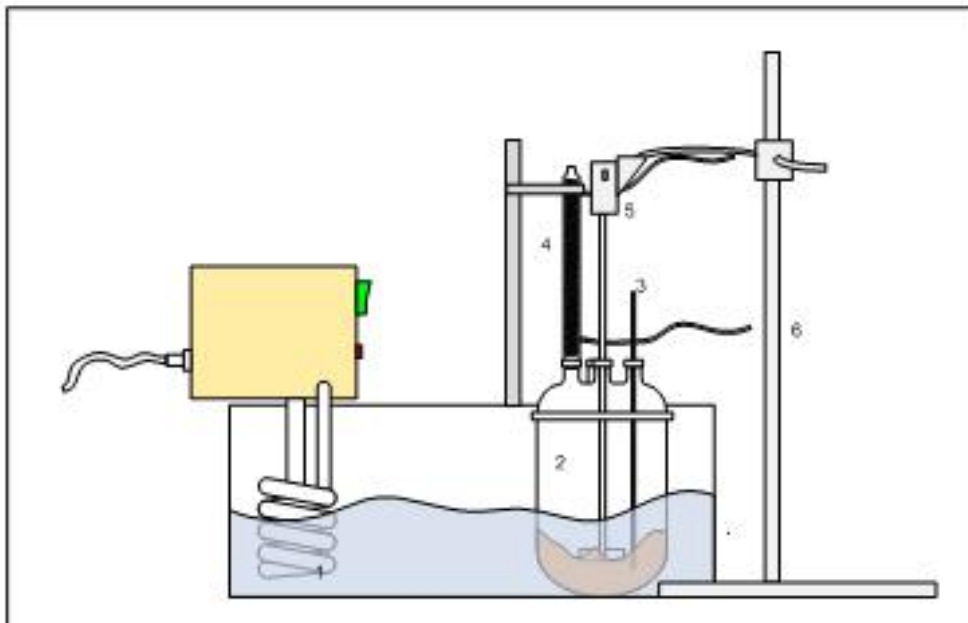
Sintesa *plastisizer* dilakukan dengan menggunakan proses transesterifikasi meliputi langkah-langkah sebagai berikut : Dimasukan minyak limbah ikan patin dengan rasio mol

minyak : isobutanol (1:6) kedalam reaktor yang dilengkapi pengaduk, selanjutnya dipanaskan didalam *oil batch* dengan suhu 90°C . Katalis H-zeolit dengan jumlah (10, 15, dan 20%) berbasis berat minyak limbah ikan patin, ditambahkan kedalam reaktor. Setelah itu, ditambahkan isobutanol menggunakan corong. Proses transesterifikasi dilakukan dengan kecepatan pengadukan 175 rpm dan variasi waktu reaksi (5 jam, 6 jam, dan 7 jam). Kemudian, produk didiamkan selama 24 jam dalam corong pisah dan diambil lapisan atas sebagai *fatty acid* alkil ester (*plastisizer*). Rangkaian alat sintesa *plastisizer* terlihat pada Gambar 1.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Minyak limbah ikan patin

Minyak limbah ikan patin didapat dengan melakukan proses ekstraksi limbah ikan patin yaitu bagian jeroan (perut). Dari hasil ekstraksi terhadap total 800 gram limbah ikan patin, diperoleh minyak ikan sebanyak 196 ml. Hal ini berarti rendemen minyak ikan patin yang dihasilkan sebesar 21,85%. Secara visual ekstrak minyak limbah ikan patin ini berupa cairan yang berwarna kuning keruh dengan bau amis. Tetapi setelah dilakukan pemurnian



Gambar 1. Rangkaian Alat

Keterangan:

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

dengan NaCl 2,5%, minyak limbah ikan patin menjadi berwarna kuning jernih dengan bau amis yang berkurang. Hasil komposisi minyak limbah ikan patin dapat terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Karakterisasi Minyak Limbah Ikan Patin

No	Karakterisasi	Nilai
1	Densitas	0,892 gr/ml
2	Angka Asam	1,91
3	Angka Penyabunan	254,12
4	Angka Ester	252,21

Gambar 2 menunjukkan bahwa minyak limbah ikan patin menghasilkan 9 jenis senyawa organik yang merupakan asam lemak. Dari 9 senyawa tersebut terlihat 2 senyawa dominan yang direpresentasikan oleh puncak 4 dan 6. Hasil identifikasi menunjukkan bahwa puncak 4 itu adalah asam palmitat dengan kelimpahan relatif 40,67% dan puncak 6 merupakan asam oleat dengan kelimpahan

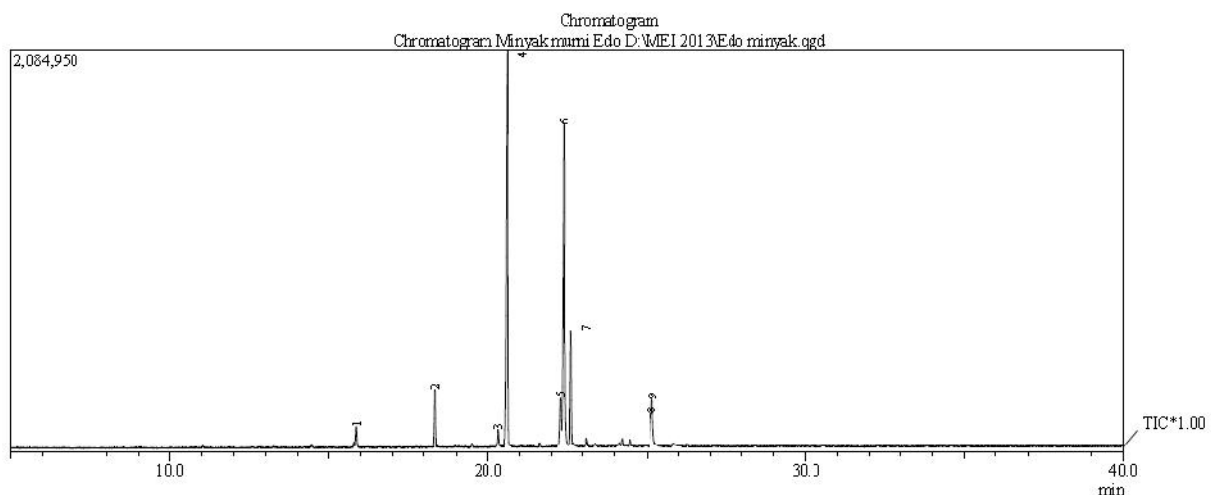
penyabunan. Angka asam dan angka penyabunan dilakukan dengan metoda titrasi. Sedangkan untuk angka ester dapat diketahui dari selisih antara angka penyabunan dengan angka asam. Secara komersial karakteristik plastisizer harus memenuhi standar seperti disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Karakteristik Plastisizer Ester Asam Lemak

Karakteristik Plastisizer	Nilai
Titik beku, °C	7 – (-29)
Titik didih, °C	315,6 – 398,9
Nilai Penyabunan, mg/KOH	133 – 172
Viskositas 30°C, mPa s	0,9 – 26,5
Specific gravity, 30°C	0,81 – 0,96

Sumber : Wypich, 2004

Dari Tabel 3 menunjukkan bahwa untuk 9 sampel yang di uji angka penyabunan, viskositas, dan specific gravity memenuhi sebagian dari sifat fisik dan kimia dari plastisizer komersial. Namun, untuk angka penyabunan tidak masuk dalam standar plastisizer komersil. Hal



Gambar 2. Kromatogram Minyak Limbah Ikan Patin

relatif 32,23.

3.2. Karakterisasi Produk Sintesa

Uji sifat fisik untuk *fatty acid* alkil ester (*plastisizer*) yang dihasilkan terdiri atas pengukuran *specific gravity* dan viskositas. Sedangkan untuk uji sifat kimia yaitu pengukuran bilangan asam dan bilangan sabun. Selain itu juga dilakukan analisa GC-MS. Analisa GC-MS ini untuk mengetahui komponen-komponen atau senyawa yang terdapat dalam produk.

Sifat Fisika dan Kimia Produk

Sifat fisika dan kimia yang dilakukan terhadap produk antara lain, viskositas, densitas, angka asam, dan angka

tersebut terjadi karena pada penelitian ini, produk yang didapatkan belum begitu murni sehingga perlu dilakukan pemurnian lebih lanjut agar mendapatkan hasil karakteristik yang lebih baik.

Hasil GC-MS Produk Sintesa

Karakterisasi produk dengan menggunakan GC-MS dilakukan untuk mengetahui jenis-jenis senyawa yang terdapat didalam produk transesterifikasi yang telah dilakukan. Produk yang dilakukan karakterisasi dengan GC-MS adalah produk yang dihasilkan pada kondisi waktu reaksi 5 jam dan jumlah katalis 20%, waktu reaksi 6 jam dan jumlah katalis 15%, serta waktu reaksi 7 jam dan jumlah katalis 10%.

Tabel 3. Sifat Fisika dan Kimia Produk Sintesa

Variabel		Viskositas 40°C (mPa s)	Spesific Gravity 40°C	Angka Penyabunan	Angka Asam	Angka Ester
5 jam	10% katalis	11,823	0,909	226,387	1,091	225,296
	15% katalis	16,450	0,908	220,983	0,818	220,164
	20% katalis	11,417	0,896	222,729	2,456	220,273
6jam	10% katalis	15,974	0,907	236,138	2,729	233,409
	15% katalis	15,086	0,904	209,732	3,002	206,730
	20% katalis	15,454	0,915	209,860	3,002	206,858
7 jam	10% katalis	17,390	0,911	214,710	2,456	223,106
	15% katalis	15,483	0,910	206,452	2,456	212,254
	20% katalis	14,778	0,904	254,121	3,002	203,450

Secara kualitatif dan kuantitatif, GC-MS memberikan informasi kandungan hidrokarbon sesuai dengan berat molekulnya, lalu dari berbagai jenis senyawa hidrokarbon yang terdapat didalam sampel tersebut dapat diklasifikasikan menurut panjang rantai hidrokarbon. Dari hasil analisis dengan GC-MS didapatkan komponen-komponen yang terdapat didalam produk tersebut. Hal ini dapat terlihat pada Tabel 4 yang telah dikelompokkan menurut panjang rantainya.

Dari Tabel 4 terlihat bahwa persentase produk ester adalah 12,02% untuk Produk (5 jam; 20%), 19,54% untuk Produk (6 jam; 15%) dan 15,12% untuk Produk (7 jam; 10%). Namun dari hasil GC-MS dapat disimpulkan bahwa ester yang dihasilkan tidak seperti yang seharusnya terjadi pada reaksi transesterifikasi minyak limbah ikan patin yang asam lemak paling dominan yaitu asam palmitat dengan isobutanol yang akan menghasilkan ester isobutil palmitat. Namun, 3 sampel yang telah dianalisa GC-MS, produk ester yang paling dominan adalah Dibutil Oxalat. Hal ini terjadi karena munculnya reaksi samping yang diperkuat dengan terdeteksinya komponen penyusun produk lainnya seperti alkohol, aldehyd.

3.3. Pengaruh jumlah penggunaan katalis

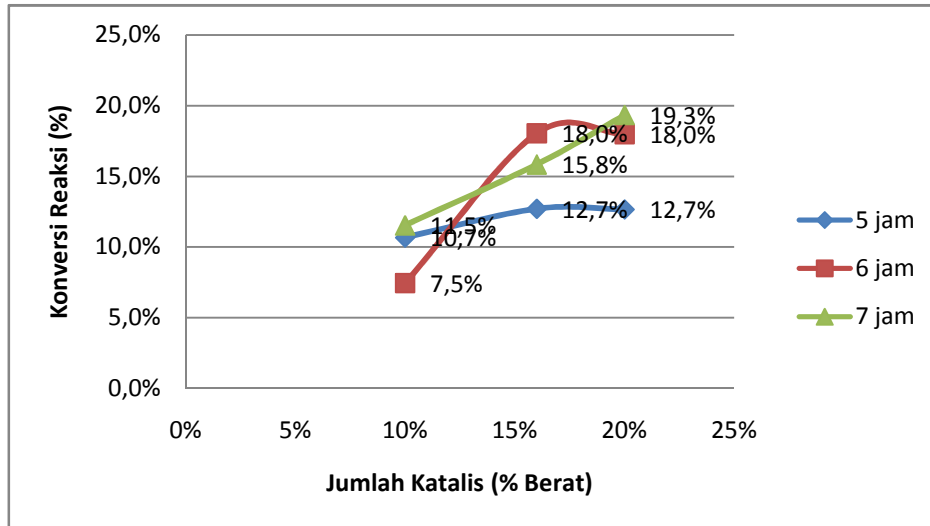
Proses transesterifikasi minyak dengan isobutanol menghasilkan ester (plastisizer). Proses transesterifikasi ini membutuhkan katalisator untuk mempercepat laju reaksi. Katalisator yang digunakan pada penelitian ini adalah katalis heterogen yaitu zeolit alam. Zeolit alam ini mengalami pertukaran ion (ion exchange) dengan larutan NH_4NO_3 1N dan dikalsinasi menjadi H-Zeolit. Menurut Henri Louis Le Chatelier, bila terhadap suatu kesetimbangan dilakukan suatu tindakan (aksi), maka

sistem itu akan mengadakan reaksi yang cenderung mengurangi pengaruh aksi tertentu. Cara sistem mengadakan reaksi yaitu dengan melakukan pergeseran ke kiri atau ke kanan. Pergeseran kesetimbangan reaksi dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu konsentrasi, suhu, dan volum atau tekanan. Sedangkan katalis dalam reaksi kesetimbangan adalah untuk mempercepat tercapainya kesetimbangan. Pengaruh jumlah penggunaan katalis pada reaksi transesterifikasi minyak dengan isobutanol dapat terlihat pada Gambar 3.

Pada Gambar 3 terlihat perbandingan jumlah penggunaan katalis sebesar 10%, 15%, dan 20% berat minyak pada suhu 90oC dengan perbandingan molar minyak : isobutanol = 1 : 6. Dari grafik terlihat bahwa konversi reaksi dipengaruhi oleh jumlah (%) katalis yang digunakan, dimana pada waktu reaksi 6 jam dengan penggunaan katalis sebesar 10% dihasilkan konversi plastisizer (ester) sebesar 7,45%, penggunaan katalis sebesar 15% dihasilkan konversi plastisizer (ester) sebesar 18,03%, sedangkan penggunaan katalis sebesar 20% dihasilkan konversi 17,98%. Ini menandakan bahwa jumlah katalis yang besar akan mempengaruhi proses adsorbsi pada reaksi katalitis. Semakin besar jumlah katalis, akan semakin banyak pula reaktan yang teradsorbsi oleh katalis. Jika reaktan banyak yang teradsorbsi, maka reaksi akan berjalan lebih cepat, sehingga kesetimbangan reaksi akan cepat tercapai. Terlihat bahwa pada waktu reaksi 6 jam dengan jumlah katalis yang dinaikkan dari 15% menjadi 20% menghasilkan konversi yang tidak berubah terlalu signifikan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa pada waktu 6 jam telah tercapai kesetimbangan reaksi. Hasil ini sesuai dengan kesimpulan dari penelitian Hardani (2011) yang menyatakan bahwa pada komposisi katalis 15% telah tercapai kesetimbangan reaksi.

Tabel 4. Persentase Senyawa Hidrokarbon Pada Plastisizer

No	Jenis Hidrokarbon	Persentase (%)		
		5 jam; 20%	6 jam; 15%	7 jam; 10%
1	Alkohol	11,06	22,87	29,3
2	Ester	12,02	19,54	15,12
3	Aldehyd	31,08	29,97	29,59
4	Eter	4,06	19,88	2,6
5	Asam Lemak	1,98	20,17	12,53
6	Alkana	38,95	-	0,34
7	Alkena	0,86	6,98	9,87



Gambar 3. Pengaruh Jumlah Katalis terhadap Konversi

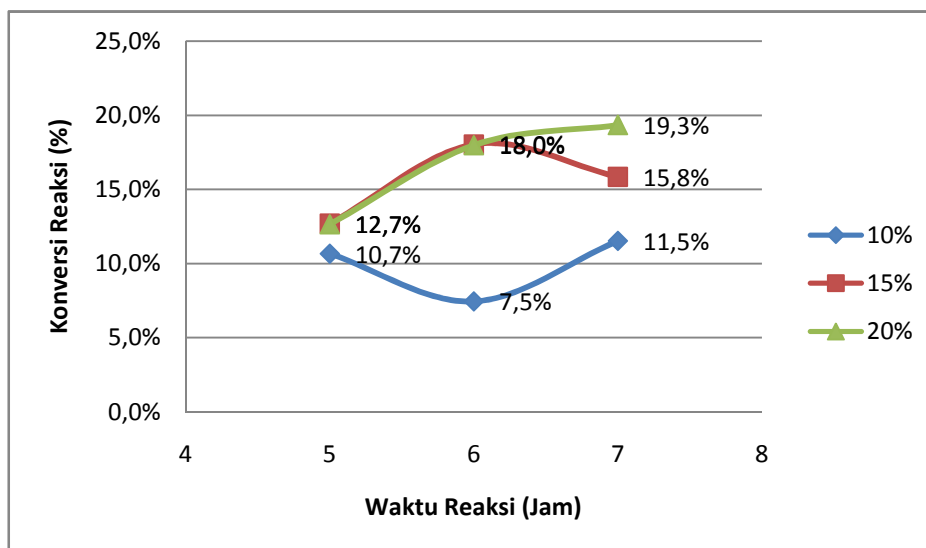
3.4. Pengaruh waktu reaksi

Sesuai dengan prinsip *Le Chatelier*, pergeseran kesetimbangan reaksi dipengaruhi oleh suhu, perbedaan konsentrasi reaktan, volume reaktan, dan tekanan, sedangkan lama waktu reaksi tidak akan mempengaruhi pergeseran kesetimbangan reaksi, akan tetapi dapat mengetahui waktu tercapainya kesetimbangan reaksi.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, jika disajikan dalam bentuk grafik, akan diperoleh hasil sebagai berikut :

Pada Gambar 4 terlihat bahwa konversi tertinggi terjadi pada waktu 7 jam dengan katalis 20% yaitu 19,33%. Hal

dinaikkan menjadi 7 jam, konversi tidak bertambah yaitu 15,84%. Hal ini terjadi karena telah terjadinya kesetimbangan reaksi pada waktu reaksi 6 jam. Apabila kesetimbangan reaksi telah tercapai maka dengan bertambahnya waktu reaksi tidak akan menguntungkan karena tidak lagi memperbesar hasil. Tidak akan menguntungkan, karena tidak memperbesar hasil dan karena reaksi yang terjadi dalam proses transesterifikasi adalah *reversible*, sehingga jika sudah terjadi kesetimbangan, reaksi akan bergeser ke kiri, dan akan memperkecil produk yang diperoleh.



Gambar 4. Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Konversi

ini dikarenakan, semakin lama waktu reaksi maka kemungkinan kontak antar zat semakin besar sehingga menghasilkan konversi yang besar. Dengan katalis 15%, konversi meningkat dari 12,70% pada waktu 5 jam menjadi 18,03% pada waktu 6 jam. Waktu reaksi

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa minyak limbah ikan patin dapat disintesis dengan menggunakan

isobutanol menjadi salah satu produk ester yaitu plastisizer (dibutil oksalat). Konversi maksimal sintesa plastisizer menggunakan minyak limbah ikan patin dan isobutanol adalah 19,3 % pada jumlah katalis 20 % dan waktu reaksi 7 jam. Karakteristik plastisizer yang dihasilkan pada penelitian ini memenuhi standar plastisizer komersial kecuali angka penyabunan. Karakteristik hasil plastisizer yaitu viskositas 5,380 MPa s, specific gravity (30°C) 0,860, dan angka penyabunan 209,73 mg KOH/gram minyak.

Daftar Pustaka

- Almunady, T.P., Yohandini, H., & Gultom, J.U. 2011. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Asam Lemak Tak Jenuh Omega-3 dari Minyak Ikan Patin (*Pangasius pangasius*) dengan Metoda Kromatografi Gas. Palembang : FMIPA Universitas Sriwijaya, Vol 14
- Deliana, R., Ardiana, A., Oktarina, W., & Qaishum, F. 2011. Pengaruh Komposisi Katalis Pada Pembua-
- tan Plastisizer Menggunakan Minyak Limbah Ikan Patin Dan Isobutanol. Pekanbaru: Universitas Riau.
- Fajrin., M.H., Thamrin., Bahri., S., 2013. Pengolahan Limbah Ikan Patin Menjadi Biodiesel. Pekanbaru : Pusat Penelitian Lingkungan Hidup Universitas Riau
- Karunia, A.F., Zahrina, I., & Yelmida. 2010. Esterifikasi PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) Menjadi Biodiesel Menggunakan Katalis H-Zeolit Dengan Variabel Suhu Reaksi Dan Kecepatan Pengadukan. Skripsi. Universitas Riau. Pekanbaru.
- Lestari, N., Susanty, A., Kurniawaty. 2008. Penggunaan Natrium Klorida (NaCl) dan Asam Fosfat Pada Proses Degumming untuk Pemurnian Minyak Kasar Ikan Patin. Journal of Agro-Based Industry, Vol 25.