

Sintesa *Fatty Acid Alkyl Ester* dari Minyak Limbah Ikan Patin dengan Isooktanol

Nirwana, Irdoni, Edo Galisman

Laboratorium Teknologi Bahan Alam dan Mineral, Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293
Email: Nirwana.hamzah@yahoo.com

Abstract

Transesterification is a reaction between oil (tryglicerida) and alcohol, creating fatty acid alkyl ester. Plasticizer is one of the commercial product of fatty acid alkyl ester. Plasticizers from bio-oil production still very limited, it is necessary to develop a bio-oil-based plasticizers. In this research, the synthesis of plasticizers by transesterification reaction using an activated natural zeolite catalysts to H-zeolite, with variations of stirring speed (175, 200 and 225 rpm), H-zeolite catalyst composition (10%, 15% and 20%) by weight based waste oil catfish and the molar ratio of reactants (1:6, 1:9, and 1:12), with a fixed variable is 104-106°C reaction temperature, reaction time 6 h and. Transesterification of the test results showed that the molar ratio, H-zeolite catalyst composition and stirring speed affects rate of the reaction to reach equilibrium. The best operating conditions obtained in this study is the molar ratio of 1: 9, stirring speed 225 rpm, 20% catalyst composition and reaction time 6 hours reaction resulting in a conversion of 29.7%. Characteristics of plasticizer produced in this study meet the standard of commercial plasticizers, with 5,380 mPa s viscosity values, specific gravity (30°C) and 0.860 saponification number is 132.401 mg KOH/gr Sample.

Key words: Catfish, H-Zeolit, Isooktanol, Plasticizer, Transesterification

1. Pendahuluan

Transesterifikasi merupakan suatu reaksi organik dimana suatu senyawa ester diubah menjadi senyawa ester lain melalui pertukaran gugus alkohol dari ester dengan gugus alkil dari senyawa alkohol lain (Fessenden, 1994). Dalam reaksi transesterifikasi minyak, trigliserida bereaksi dengan alkohol menghasilkan campuran fatty acid alkyl ester dan gliserol (Freedman dkk, 1986 dan Wright, 1994). Alkyl yang ada di fatty acid alkyl ester tergantung dengan alkohol yang direaksikan dalam reaksi transesterifikasi, sehingga produk yang dihasilkan dari reaksi ini bisa beragam sesuai dengan alkohol yang digunakan (Manurung, 2006).

Produk yang diharapkan diperoleh dengan reaksi transesterifikasi minyak menggunakan alkohol adalah berupa ester asam lemak yang menunjukkan sifat fisik dan kimia dari plasticizer. Plasticizer merupakan pelarut organik yang mempunyai titik didih tinggi atau suatu padatan yang mempunyai titik leleh rendah. Apabila plasticizer ditambahkan kedalam resin yang keras seperti karet dan plastik, maka gaya akumulasi intermolekul rantai panjang

akan berkurang sehingga kelenturan, kelunakan dan pemanjangan akan bertambah (Sadi dan Purboyo, 1996).

Penggunaan plasticizer di dunia pada tahun 2010 mencapai 6 juta ton pertahun dan diprediksikan meningkat rata-rata 3% setiap tahunnya (Haryono, 2005). Plasticizer komersil yang digunakan untuk bahan tambahan pembuatan plastik yang di produksi dengan bahan baku minyak bumi ini menimbulkan dampak negative yakni adanya migrasi senyawa aromatic dari PVC dalam jumlah besar dapat mengakibatkan timbulnya sel kanker. Hal ini membuat industri plasticizer mencari bahan baku alternatif (Haryono, 2005). Alternatif lain yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan plasticizer yaitu minyak nabati dan minyak hewani.

Minyak nabati seperti minyak sawit, minyak kedelai, dan *rice oil* bisa dijadikan sebagai bahan baku untuk pembuatan plasticizer pada reaksi transesterifikasi. Produksi minyak nabati secara umum ditujukan untuk industri pangan, sebagian lainnya digunakan untuk keperluan non pangan dan sisanya digunakan sebagai pakan ternak dengan rasio 80:14:6 (AOCS, 2011). Dari hal tersebut dicari berbagai alternative bahan baku pembuatan plasticizer diantaranya pemanfaatan minyak/lemak dari

limbah ikan patin. Dimana minyak limbah ikan patin ini mempunyai potensi untuk reaksi transesterifikasi pembuatan plastisizer. Deliana, dkk (2011) telah melakukan penelitian tentang reaksi transesterifikasi pembuatan plastisizer yang berbahan baku minyak dari limbah ikan patin dengan alkohol isobutanol. Dengan demikian minyak limbah ikan patin dapat menjadi bahan baku alternative pembuatan plastisizer.

Ikan patin merupakan salah satu komoditas utama budidaya perikanan di riau. pada tahun 2010 jumlah produksi ikan patin mengalami peningkatan yaitu sebesar 25.155 ton Kenaikan rata-rata ikan patin di provinsi Riau selama 4 tahun ini sebesar 118, 94 persen (BPS Riau, 2011).

Pemanfaatan ikan patin sejauh ini sebagai bahan pangan yang dimasak seperti biasa sampai diolah lebih canggih lagi yaitu dikalengkan ataupun di *fillet*. Proses pemanfaatan di atas menimbulkan limbah berupa kepala, ekor, sirip, tulang dan jeroan. Jika ditotalkan limbah tersebut mencapai 67% dari banyaknya ikan patin yang di olah (suryaningrum, 2008). Salah satunya yang belum dimanfaatkan adalah Lemak patin yang berasal dari jeroan ikan patin. Dengan demikian lemak dari jeroan ikan patin ini diduga dapat dimanfaatkan sebagai sumber lemak sebagai bahan baku pada reaksi transesterifikasi pembuatan plastisizer.

Pengkonversian minyak/lemak menjadi plastisizer dapat dilakukan secara transesterifikasi menggunakan katalis. Reaksi tersebut dikatalisis oleh asam, baik katalis homogen maupun heterogen. Penggunaan katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi minyak dengan alkohol dapat mempermudah proses pemisahan katalis dari campuran reaksi. Katalis asam padat (heterogen) yang saat ini banyak digunakan adalah zeolit alam teraktivasi. Pemanfaatan zeolit alam sebagai katalis dapat meningkatkan nilai tambah dari zeolit alam tersebut.

Dari uraian diatas, peneliti berkeinginan untuk melakukan proses sintesis plastisizer menggunakan minyak limbah ikan patin dengan katalis H-Zeolit. Selain sebagai teknologi alternatif sintesis plastisizer yang aman, hal ini juga merupakan salah satu cara penanganan limbah yang dihasilkan industri pengolahan ikan patin yang ramah lingkungan dan bernilai ekonomis tinggi.

Diharapkan plastisizer ini memiliki keunggulan-keunggulan seperti: tidak beracun, dibuat dari limbah sehingga mengurangi biaya produksi, dapat terdegradasi secara biologi dan lebih efektif dalam penggunaannya dibandingkan plastisizer berbahan baku minyak bumi.

Penelitian yang telah dilakukan terlebih dahulu adalah Nissaulya (2013) untuk proses pembuatan sintesis plastisizer dari minyak limbah ikan patin dan isobutanol dengan kecepatan pengaduk 200 rpm dan nisbah molar 1:6 menghasilkan konversi 65,58% menggunakan katalis H-Zeolit 10% selama 5 jam. Sedangkan pada penelitian Nugroho (2012) menggunakan asam lemak, kondisi proses sintesis isobutil oleat menggunakan katalis H-Zeolit pada variasi 5%, 10% dan 15% . Waktu reaksi 5 Jam dengan katalis 15 % (berbasis berat asam oleat) menghasilkan konversi reaksi sebesar 56.4%.

2. Bahan dan Metode

Tahap-tahap penelitian ini terdiri dari Ekstraksi Minyak Limbah Ikan Patin, Preparasi Katalis dan Sintesa *Fatty acid* alkil ester (*Plastisizer*).

2.1. Prosedur Ekstraksi Minyak Limbah Ikan Patin

Limbah ikan patin yang digunakan pada penelitian ini disortir terlebih dahulu, dipilih limbah ikan patin yang berupa jeroan (isi perut). Limbah ikan tersebut dicuci hingga bersih menggunakan air. Limbah ikan yang telah bersih ditimbang berat totalnya kemudian di oven dengan suhu 105°C selama 5 jam. Lalu limbah ikan yang telah selesai di oven tersebut di pres untuk mengeluarkan sisa minyak pada limbah tersebut. Minyak hasil pengovenan tersebut di diamkan sampai suhu $\pm 25^{\circ}\text{C}$. minyak hasil pengovenan disaring untuk memisahkan antara minyak kasar dan padatan (Almunady, 2011).

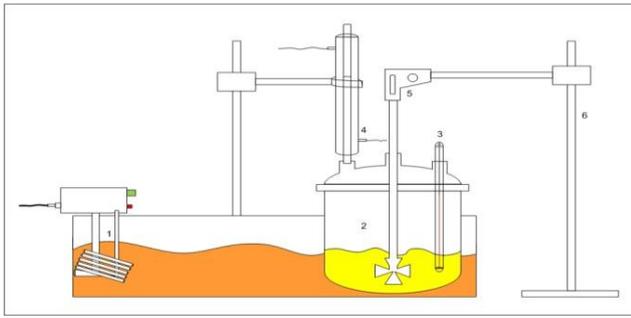
Minyak kasar yang diperoleh dimurnikan dengan penambahan NaCl 2,5% dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 15 menit. Lapisan minyak dan air dipisahkan dengan corong pisah dan diperoleh minyak yang bersih. Dilakukan perhitungan densitas, rendemen, analisa angka asam dan angka penyabunan dari minyak hasil ekstraksi tersebut (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 aquades (gunanya untuk memisahkan unsur atau senyawa pengotor yang ada didalam zeolit). Setelah disaring dan dicuci, zeolit dikeringkan pada suhu 105 -110°C selama 3 jam dan di *furnace* pada suhu 600 °C selama 6 jam (Nasikin, 2006).

2.3. Sintesa Fatty Acid Alkyl Ester

Sintesa dilakukan dengan menggunakan proses transesterifikasi meliputi langkah-langkah sebagai berikut: Dimasukan minyak limbah ikan patin sebanyak yang ditentukan dan Katalis H-zeolit dengan komposisi 20% berbasis berat minyak ikan kedalam reaktor yang dilengkapi pengaduk, selanjutnya dipanaskan didalam oil batch dengan suhu 104-106 °C. ditambahkan kedalam reaktor. Setelah itu, ditambahkan iso-oktanol melalui corong pisah, sejumlah yang ditentukan. Reaksi transesterifikasi dilakukan dengan kecepatan pengadukan (175, 200, 225) rpm dan perbandingan minyak dengan iso-oktanol (1:6, 1:9, 1:12) dengan lama waktu reaksi 6 jam. Kemudian, produk didiamkan selama 24 jam dalam corong pisah dan diambil lapisan atas sebagai plastisizer. Cuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa asam, katalis dan hasil samping lainnya



Gambar 1. Rangkaian reaktor sintesa *fatty acid alkyl ester*

Keterangan:

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

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Analisa Minyak Limbah Ikan Patin

Berikut hasil analisis kandungan minyak ikan patin yang dapat dilihat pada Tabel 1

3.2. Hasil Analisa GC-MS Produk

Dari hasil analisa dengan menggunakan alat GC-MS didapatkan banyak komponen-komponen yang terkandung di dalam produk. Dari Gambar 2, hasil analisis menggunakan GC-MS menunjukkan bahwa persentase produk ester adalah 1.05%, alkohol adalah 85.80% untuk sampel perbandingan molar 1 : 9 dan kecepatan pengadukan 225 rpm. Namun dari hasil GC-MS ester yang dihasilkan tidak seperti yang seharusnya terjadi pada reaksi transesterifikasi minyak limbah ikan patin dengan isooktanol menghasilkan ester berupa isooktil oleat, dan isooktil palmitat. Produk yang dihasilkan pada penelitian ini yaitu oktil palmitat, isooktil palmitat dan metil dekanat. Keberadaan oktil palmitat dan metil dekanat

kemungkinan terjadi karena munculnya reaksi samping, seperti dehidrasi alkohol. Dehidrasi alkohol ini dapat terjadi dengan adanya kehadiran katalis asam dan pemanasan.

Selain itu kemungkinan juga terjadinya peristiwa perengkahan atau pemutusan ikatan hidrokarbon tidak jenuh dari asam karboksilat oleh katalis H-Zeolit. Pemutusan pada ikatan rangkap diawali oleh adanya serangan elektron oleh ikatan rangkap terhadap H⁺ atau asam Bronsted yang terdapat pada permukaan katalis. Akibatnya terbentuknya karbon kation pada atom karbon ikatan rangkap yang kekurangan elektron, serangan tersebut juga akan mengakibatkan adanya ikatan antara hidrogen pada katalis dengan karbon ikatan rangkap (Rustamaji dkk, 2010). Berikut ditampilkan pada Tabel 2 hasil analisa GC-MS produk sintesa plastisizer dari minyak limbah ikan patin dan isooktanol.

Tabel 2. Hasil Analisa GC-MS Senyawa Ester dari Minyak Limbah Ikan patin dengan Isooktanol dengan Perbandingan Molar 1 : 12, dan Pengadukan 225 rpm.

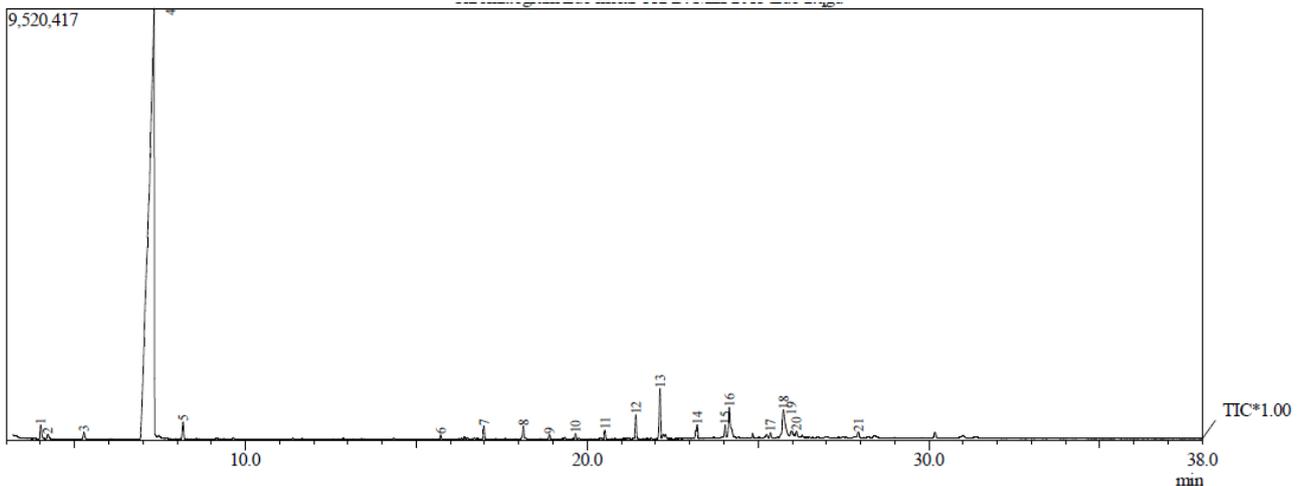
Line	Area (%)	Komponen
6	0.19	Oktil Palmitat
7	0.56	Isooktil Palmitat
19	0.30	Metil Dekanoat

3.3. Pengaruh Perbandingan Molar Reaktan Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Limbah Ikan Patin

Perbandingan molar reaktan merupakan salah satu parameter penting yang dapat mempengaruhi Konversi dari reaksi transesterifikasi. Secara teoritis berdasarkan prinsip Le Chatelier dalam reaksi transesterifikasi 1 mol minyak memerlukan 3 mol alkohol. Karena reaksi transesterifikasi adalah reaksi reversibel, maka jika diberikan alkohol berlebih dapat mengarahkan kesetimbangan kearah pembentukan ester/produk. Reaksi transesterifikasi dengan katalis heterogen diketahui juga memiliki laju reaksi yang lambat. Oleh karena itu untuk mencapai kesetimbangan

Tabel 1. Hasil Analisa GC-MS Kandungan Minyak Limbah Ikan Patin

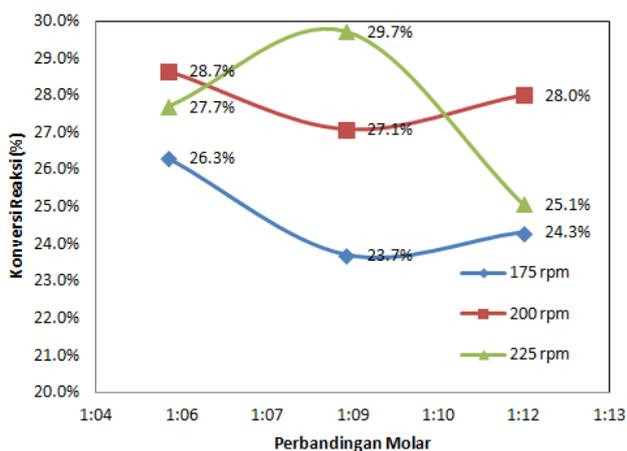
No	% Area	Nama Asam Lemak	Rumus Molekul	BM (gr/mol)	BM Sebenarnya (gr/mol)
1	1,59	Nonanedioic Acid	C ₁₁ H ₂₀ O ₄	216	3,43
2	4,65	Octadecanoid Acid (Asam stearat)	C ₁₉ H ₃₈ O ₂	298	13,85
3	1,14	11-octadecanoid acid	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	3,37
4	40,67	Hexadecanoid acid (Asam Palmitat)	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	270	109,809
5	3,23	9,12-octadecanoid acid	C ₁₉ H ₃₄ O ₂	294	9,49
6	32,23	9 – Octadecanoid acid (Asam Oleat)	C ₁₉ H ₃₆ O ₂	296	95,40
7	9,75	Eicosanoic acid	C ₂₁ H ₄₂ O ₂	326	31,785
8	2,79	Hexadecylene acid	C ₁₆ H ₃₂ O	240	6,69
9	3,96	1-Tridecyn-4	C ₁₃ H ₂₄ O	196	7,76
Total					281,584



Gambar 2. GC-MS Produk Ester (Plastisizer) dari Minyak Limbah Ikan patin dengan Isooktanol dengan Perbandingan Molar 1 : 9, dan Pengadukan 225 rpm.

reaksi yang lebih cepat maka penggunaan alkohol (isooktanol) berlebih merupakan salah satu solusinya (Wulandari dkk, 2010).

Hasil penelitian ini, menunjukkan adanya pengaruh pemberian alkohol berlebih pada proses sintesis plastisizer menggunakan minyak limbah ikan patin. Pengaruh perbandingan molar reaktan tersebut dapat dilihat pada Gambar 3. Reaksi mencapai nilai konversi reaksi tertinggi pada perbandingan molar 1 : 9 dengan kecepatan pengadukan 225 rpm pada waktu reaksi selama 6 jam dan temperatur 105 – 106°C. Pada perbandingan molar 1:6 didapatkan konversi reaksi maksimum sebesar 28,7% pada kecepatan pengadukan 200 rpm. Lalu pada perbandingan molar 1:12 didapatkan konversi reaksi tertinggi yaitu 28,0% pada kecepatan pengadukan 200 rpm.

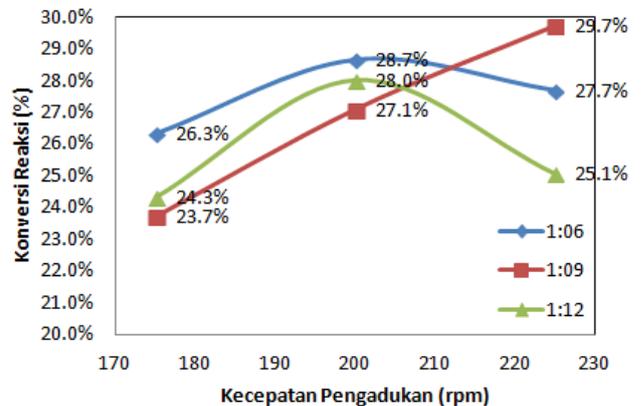


Gambar 3. Pengaruh Perbandingan Molar Reaktan terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak limbah Ikan Patin dengan Isooktanol

3.4. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak Limbah Ikan Patin

Berdasarkan teori Arrhenius jika kecepatan pengadukan semakin tinggi maka pergerakan molekul akan meningkat

sehingga dapat mengakibatkan banyaknya terjadi tumbukan. Semakin besar frekuensi tumbukan, maka semakin besar pula harga konstanta kecepatan reaksi. Semakin besar harga konstanta kecepatan reaksi diharapkan dapat menghasilkan nilai konversi yang semakin besar (Wulandari dkk, 2010). Hasil penelitian ini menunjukkan adanya pengaruh kecepatan pengadukan pada reaksi transesterifikasi menggunakan minyak limbah ikan patin. Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap konversi reaksi transesterifikasi minyak limbah ikan patin dapat dilihat pada **Gambar 4**.



Gambar 4. Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Reaksi Transesterifikasi Minyak limbah Ikan Patin dengan Isooktanol

4. Kesimpulan

Minyak limbah ikan patin dapat disintesis menjadi salah satu produk ester komersial yakni plastisizer (isooktanol palmitat) dengan menggunakan isooktanol

Konversi tertinggi sebesar 29,7% diperoleh pada perbandingan minyak limbah ikan patin dengan isooktanol sebesar 1 : 9, kecepatan pengadukan 225 rpm, komposisi katalis 20%, waktu reaksi 6 jam dan temperatur 105-106oC

Karakteristik plastisizer yang dihasilkan telah memenuhi standar plastisizer komersial, dengan nilai

viskositas 5,380 mPa s, specific gravity (30oC) 0,860 dan angka penyabunan adalah 132,401 mgKOH/grSampel.

Daftar Pustaka

- Fessenden, R.J., & Fessenden, J.S. 1994. *Kimia Organik*. edisi kesatu. Penerbit Erlanga.
- Freedman, B., Pryde, E.H., & Mounts, T.L. *Transesterification of soybean oil*. J. Am. Oil Chem. Soc., 1984.
- Handayani, S.P., 2010. Pembuatan biodiesel dari minyak ikan dengan radiasi gelombang mikro. Skripsi, Surakarta : Universitas sebelas maret.
- Haryono, A, 2005, *Pengembangan Plastisizer Pengganti DOP dari Turunan Minyak Sawit*, Laporan Akhir Kumulatif Program Penelitian dan Pengembangan IPTEK, LIPI, Bandung.
- 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
- Manurung, R. 2006. *Transesterifikasi Minyak Nabati*, Jurnal Teknologi Proses Januari: 47-52. Medan.
- Nasikin, M. 2004. *Perengkahan katalitik Fasa Cair Minyak Sawit Menjadi Biogasolin*. Palembang : Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia
- Nissaulya, 2013, Pengaruh Perbandingan Molar dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Sintesis Plastiszer dari Minyak Limbah Ikan Patin dan Isobutanol, Pekanbaru: Universitas Riau
- Nugroho, 2013, Pengaruh Komposisi Katalis Zeolit Alam dan Kecepatan Pengadukan Pada Proses Pembuatan Isobutil Oleat dan Asam Oleat Dengan Isobutanol, Penkanbaru: Universitas Riau
- Sadi, S & Purboyo. 1996. *Konsep Agroindustri Untuk Produksi Plasticizer dari Minyak Sawit Secara Terpadu*.Warta PPKS, Vol 4 (2) : 75-83.
- Suryaningrum, D. 2008. *Ikan Patin: Peluang Ekspor Penanganan Pascapanen dan Diversifikasi Produk Olahannya*. Squalen Vol.3 No.1. Jawa Barat.
- Wulandari, D., & Septiana, O. 2010. *Proses pembuatan biodiesel dari dedak dan methanol dengan esterifikasi in situ*. Skripsi, Semarang : Universitas Diponegoro.