

THE EFFECT OF TIME REACTION AND ZEOLIT CATALYST COMPOSITION ON SYNTHESIS OF PLASTICIZER FROM WASTE OF PATIN FISH OIL WITH ISOPROPANOL

Dona Irawati, Irdoni HS, Nirwana
Laboratory of Natural Resource and Mineral Technology
Chemical Engineering Department, Engineering Faculty , Riau University

ABSTRACT

Year by year, the used of plasticizer in the world has been improving, where the raw material that is mostly used comes from petroleum. However, the continuing degradation of petroleum reserve demands the plasticizer industry to find alternative sources. One of alternative sources that can be used is the waste of "Patin" fish oil. The process of making plasticizer from this alternative material is conducted by transesterificating the fish oil with isoprophanol and H-Zeolit catalyst. This experiment is made by using the agitated reactor. The agitation speed is around 175rpm and the temperature is 79-80C. The reaction time is around (4, 5, and 6 hours) with catalyst composition is around (5; 10; 15% of the total weight). The highest conversion resulted is 76, 87%, the reaction time is 6 hours, and the composition of catalyst is 15%. This result of transesterization is tested by using GCMS method. The result show that there is no main ester product found as expected, but it results isopropyl stearat 0,52%.

Key words : *Transesterification, patih fish oil, plastisizer*

1. PENDAHULUAN

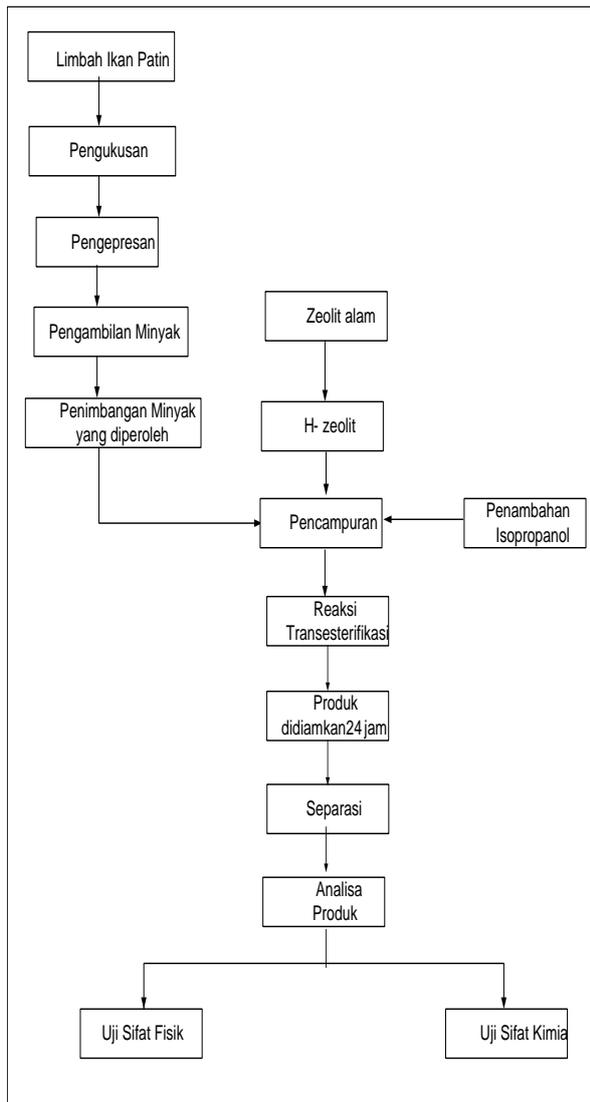
Semakin meningkatnya kebutuhan plastisizer di dunia dimana bahan baku yang lebih sering digunakan berasal dari minyak bumi yang terus-menerus menipis, mendorong industry plastisizer mencari bahan baku alternatif. Salah satu alternatif yang dapat digunakan sebagai bahan baku plastisizer adalah minyak limbah ikan patin. Hal ini dikarenakan ikan patin memiliki kandungan minyak / lemak yang tinggi yaitu sebesar 6-13% [Badan Penelitian dan Pengembangan Kelautan dan Perikanan, Kementerian Kelautan dan Perikanan, 2010]. Dari data Dinas Perikanan dan Kelautan Provinsi Riau (2010), jumlah produks iikan patin dari tahun ketahun selalu mengalami peningkatan.

MenurutThamrin (2011), 1 kg ikan patin menghasilkan limbah sebesar 200 gram. Limbah ikan patin memiliki dampak yang cukup serius bagi lingkungan yaitu berupa pencemaran air, tanah dan udara.

Apabila hal ini tidak diatasi secara lebih cepat dan serius maka akan mengakibatkan penyakit bagi manusia. Pengolahan limbah ikan patin tersebut belum dilakukan secara maksimal. Pemanfaatan limbah ikan patin hanya baru digunakan sebagai produk makanan, industri gelatin dan kolagen [Suryaningrum, 2008]. Padahal limbah ikan patin memiliki potensi yang bagus untuk diolah kembali. Salah satunya adalah sebagai bahan baku pembuatan plastisizer. Pengkonversian minyak limbah ikan patin menjadi plastisizer dapat dilakukan secara transesterifikasi menggunakan katalis asam / basa.

2. METODOLOGI PENELITIAN

Diagram alir penelitian merupakan gambaran proses yang dilakukan dalam penelitian , tahapan proses tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.1 :



Gambar 2.1 Diagram Alir Penelitian

2.1. Persiapan Bahan Baku

1. Prosedur Ekstraksi Lemak

Limbah ikan dikukus selama 3 jam kemudian dipres untuk mengeluarkan lemak pada limbah. Setelah itu dimasukkan ke corong pisah dengan ditambahkan Natrium Sulfat Anhidrat untuk mengikat air yang masih terdapat dalam lemak

2. Persiapan Katalis H-Zeolit

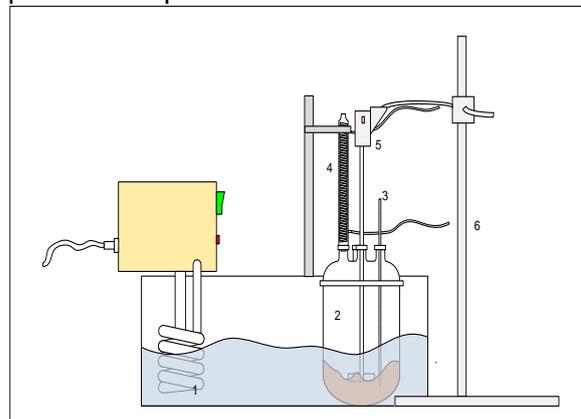
Zeolit alam digerus sampai halus dan diayak dengan ayakan mekanik 100 mesh kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga ukuran 500 ml, lalu ditambahkan dengan larutan NH_4NO_3 1N sampai zeolit

tersebut terendam dan diaduk kecepatan 100 rpm selama 50 jam pada suhu 90°C . kemudian disaring dan kemudian residu tersebut dicuci dengan aquades (untuk memisahkan unsur/senyawa pengotor yang ada di dalam zeolit). Setelah disaring, dimasukkan ke dalam furnace, dan dipijarkan pada suhu 500°C selama 4 jam (untuk mengaktifkan zeolit alam tadi menjadi H-Zeolit).

2.2. Pengoperasian Proses Sintesis Plastisizer

Sintesis plastisizer dilakukan dengan menggunakan proses transesterifikasi. Proses transesterifikasi berlangsung dengan menggunakan reaktor berpengaduk dengan suhu $79-80^\circ\text{C}$ dan kecepatan pengaduk 175 rpm. Minyak ikan 50 gr, katalis H-zeolit dan isopropanol dimasukkan ke dalam reaktor. Reaksi transesterifikasi dengan variasi waktu reaksi (4, 5, 6 jam) dan variasi komposisi katalis (5, 10, 15% berbasis berat lemak ikan). Kemudian, produk didiamkan selama 24 jam dalam corong pisah dan diambil lapisan atas sebagai plastisizer.

Berikut ini gambar unit alat reaktor untuk pembuatan plastisizer.



Gambar 2.2 Rangkaian reaktor untuk pembuatan plastisizer

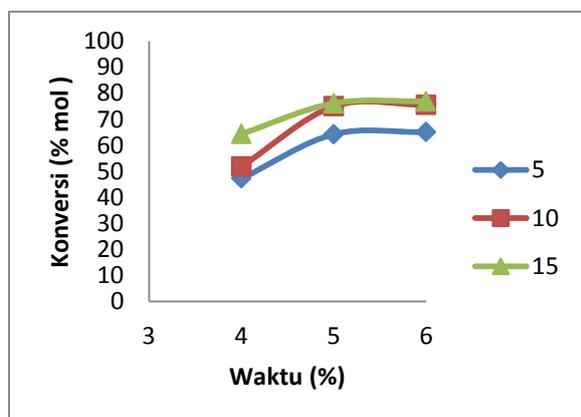
Keterangan

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

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Pengaruh Waktu Reaksi

Suatu reaksi akan berjalan sesuai dengan waktu, semakin lama waktu reaksi konversi akan bertambah sampai tercapainya kesetimbangan reaksi. Apabila kesetimbangan reaksi telah tercapai produk tidak akan bertambah lagi. Sesuai dengan prinsip Le Chatelier, pergeseran kesetimbangan reaksi dipengaruhi oleh suhu, perbedaan konsentrasi reaktan, volume reaktan, dan tekanan, sedangkan penambahan katalis hanya mengakibatkan kesetimbangan reaksi cepat tercapai. Lama waktu reaksi tidak akan mempengaruhi pergeseran kesetimbangan reaksi.

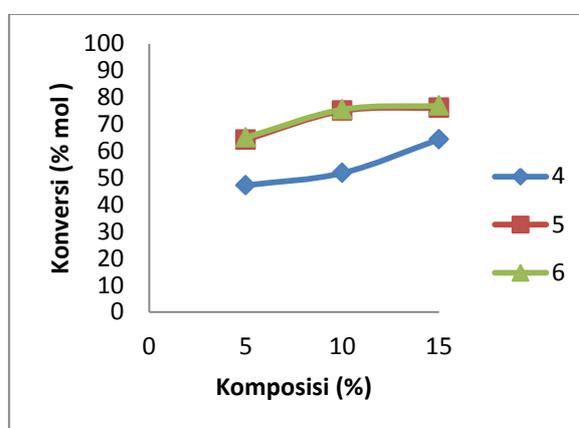


Gambar 3.1 Grafik Pengaruh Waktu Reaksi Pada Transesterifikasi minyak ikan dengan Isopropanol.

Dari Gambar 3.1 menunjukkan bahwa reaksi telah mencapai kesetimbangan pada variasi waktu ke 5 jam dengan komposisi katalis 10 dan 15%, dengan konversi sebesar 74,97% mol untuk komposisi katalis 10% dan konversi reaksi sebesar 76,14% mol untuk komposisi katalis 15%. Pada komposisi katalis 5% masih belum tercapainya kesetimbangan reaksi pada waktu 1 jam. Penambahan katalis akan mempercepat terjadinya kesetimbangan reaksi, sehingga pada komposisi katalis 10 dan 15% lebih cepat tercapai kesetimbangan reaksi dibandingkan dengan komposisi katalis 5%.

3.2 Pengaruh Komposisi Katalis

Secara teoritis reaksi katalitis melalui beberapa tahapan yaitu, Adsorpsi, Pembentukan *activated complex*, Desorpsi (Richardson, 1989). Pada saat tahapan adsorpsi, reaktan akan berdifusi ke permukaan katalis untuk membentuk *activated complex*. Berdasarkan hukum Ficks, adsorpsi reaktan ke katalis dipengaruhi oleh perbedaan konsentrasi katalis dengan reaktan. Pada penelitian ini menunjukkan adanya pengaruh komposisi katalis yang dapat dilihat pada Gambar 4.2 berikut:



Gambar 3.2 Grafik Pengaruh Komposisi Katalis Pada Transesterifikasi minyak ikan dengan Isopropanol

Dari Gambar 3.2 menunjukkan bahwa adanya pengaruh komposisi katalis H-zeolit pada reaksi transesterifikasi minyak limbah ikan patin dengan isopropanol. Pada komposisi katalis 10% sudah menunjukkan kondisi yang optimal dengan konversi reaksi 74,97%, sedangkan pada komposisi katalis 15% konversi reaksi sebesar 75,48%. Konversi reaksi pada komposisi katalis 10% dan komposisi katalis 15% tidak ada perbedaan yang signifikan. Pada komposisi katalis 10% reaksi sudah tercapai kesetimbangan pada waktu 5 jam. Pada komposisi katalis 5%, konversi reaksi hanya sebesar 64,24% mol. Pada komposisi katalis 5%, jumlah katalis belum mampu untuk mempercepat tercapainya kesetimbangan reaksi, dan dapat dilihat juga pada Gambar 3.2, dengan komposisi

katalis 5% masih terjadi peningkatan konversi reaksi. Fungsi katalis adalah menurunkan energi aktivasi, sehingga dapat mempercepat tercapainya kesetimbangan dan pada katalis zeolit alam juga berfungsi sebagai adsorben, yang dapat menyerap air, sehingga reaksi akan bergeser ke arah pembentukan produk. Pada jumlah katalis 10% dan 15% tidak terjadi perbedaan konversi reaksi yang signifikan. Hal ini

terjadi karena reaksi sudah tercapai kesetimbangan, sehingga kecepatan reaksi ke arah produk akan sama dengan kecepatan reaksi pembentukan reaktan. Menurut Marchetti (2008), apabila reaksi telah tercapai kesetimbangan penambahan katalis tidak akan berdampak pada hasil konversi reaksi.

3.3 Hasil Uji Karakteristik Produk Sintesa

Pada penelitian ini diperoleh karakteristik plastisizer seperti pada Tabel 3.3 berikut:

Tabel 3.3 Karakteristik Plastisizer yang dihasilkan

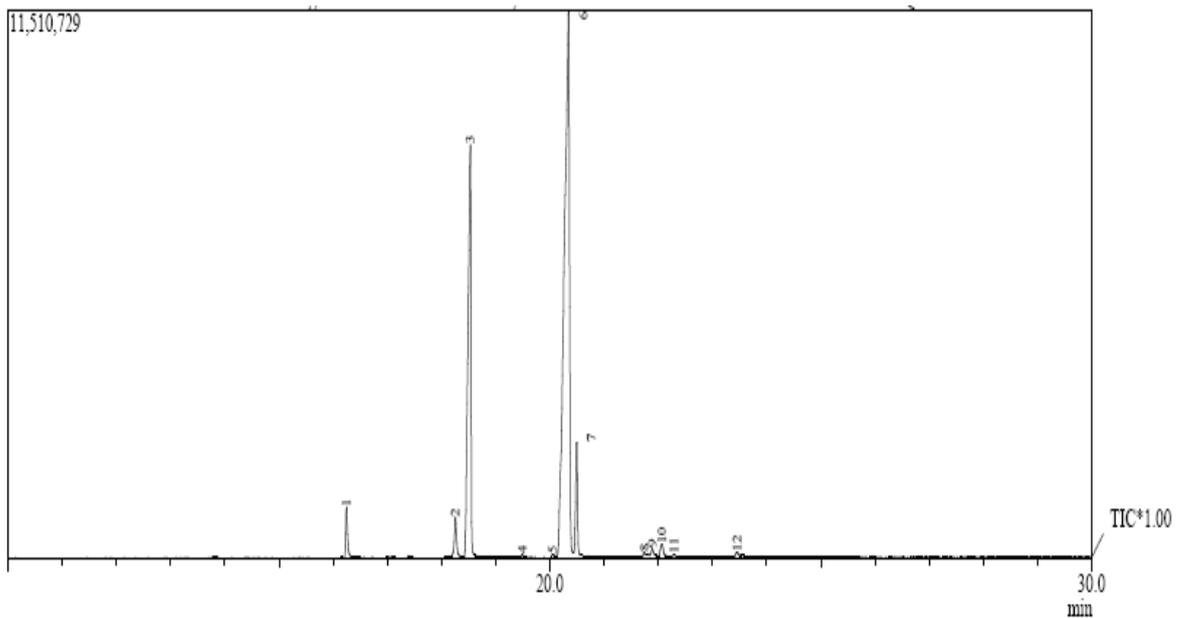
Waktu Reaksi (menit)	Komposisi Katalis (%)	Viskositas 40 ⁰ C, (Mpa.S)	Spec.Gravity
5	4	14514.00706	0.86
5	5	14768.02923	0.87
5	6	15492.96069	0.87
10	4	14736.58972	0.88
10	5	14721.72429	0.88
10	6	15932.82913	0.87
15	4	15328.81452	0.90
15	5	15448.87702	0.87
15	6	15970.41986	0.88

Dari Tabel 3.3 dapat dilihat bahwa viskositas dan *spesifik gravity* plastisizer yang dihasilkan memenuhi plastisizer komersil yang dihasilkan. Dari semua kondisi operasi yang digunakan, karakteristik plastisizer yang diperoleh tidak melebihi *range* standar plastisizer, yang mana standar plastisizer komersil hanya mensyaratkan dengan nilai viskositas 900 – 26.500 MPa.s dan nilai *specific gravity* 0,81 – 0,96. Kesimpulannya menurut uji fisika kimia produk dari penelitian (isopropyl ester) memang merupakan plastisizer.

4.5 Hasil Analisa GC-MS

4.5.1 Hasil Analisa GC-MS Limbah Minyak Ikan Patin

Minyak ikan patin (*Pangasius pangasius*) merupakan jenis minyak ikan yang mempunyai potensi dalam pemanfaatannya sebagai sumber asam lemak tak jenuh Omega-3. Berdasarkan hal tersebut, telah dilakukan analisis kualitatif dan kuantitatif asam lemak tak jenuh Omega-3 terhadap minyak ikan patin. Berikut hasil analisis kandungan minyak ikan patin yang dapat dilihat pada **Gambar 4.3** dan **Tabel 4.2**



Gambar 4.3 Kromatogram Gc-MS Minyak Ikan Patin

Tabel 4.2 Hasil Analisis Gc-MS Kandungan Minyak Ikan Patin

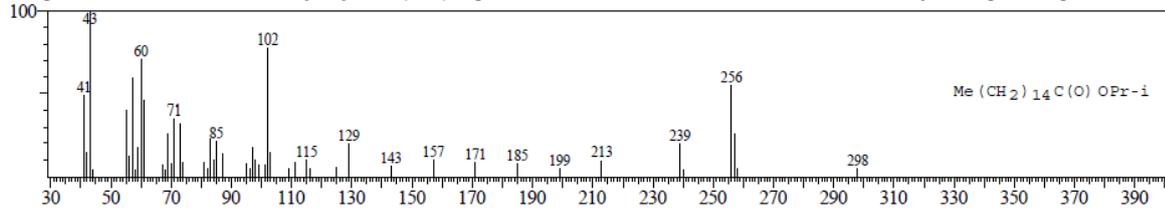
Line	Waktu Tinggal (menit)	% Area	Nama asam
1	16,248	2,03	Asam Miristat
2	18,175	1,96	Asam Palmitoleat
3	18,531	27,02	Asam Palmitat
4	19,490	0,11	Asam Stearat
5	20,050	0,14	Asam Linolenat
6	20,346	62,54	Asam Oleat
7	20,496	4,49	Asam Stearat
8	21,741	0,17	Asam Eicosatetranat
9	21,891	0,36	Asam Linolenat
10	22,067	0,83	Asam Palmitoleat
11	22,289	0,12	Asam Eicosanoat
12	23,456	0,22	Asam Eicosapentanoat

Berdasarkan hasil analisa Gc-MS minyak ikan patin pada **Tabel 4.2** diatas dapat disimpulkan bahwa kandungan terbesar dari minyak ikan patin yaitu asam oleat sebanyak 62,54%, asam palmitat 27,02% dan asam stearat sekitar 4,60%.

4.5.2 Hasil Analisa GC-MS Produk

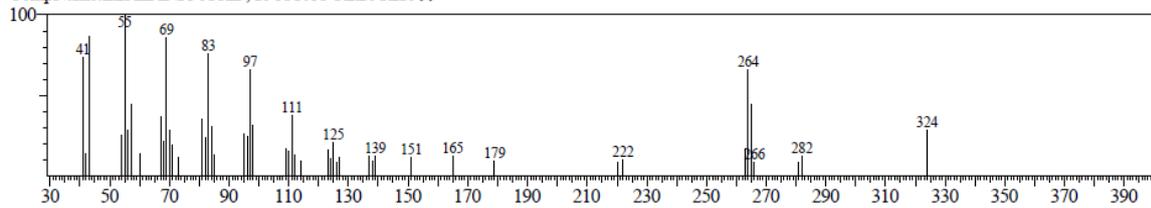
Dari hasil analisa dengan menggunakan alat GC-MS didapatkan banyak komponen-komponen yang terkandung di dalam produk. Hasil dari reaksi transesterifikasi masih merupakan campuran ester dengan produk dominannya adalah ester oleat.

Hit#:1 Entry:144236 Library:WILEY229.LIB
 SI:85 Formula:C19 H38 O2 CAS:142-91-6 MolWeight:298 RetIndex:0
 CompName:Hexadecanoic acid, 1-methylethyl ester (CAS) Isopal \$\$ ISOPROPYL ESTER OF PALMITIC ACID \$\$ Delytl \$\$ Propal \$\$ Isopalm \$\$ Emco



Gambar 4.4 Mass Spectrometry Isopropil Stearat

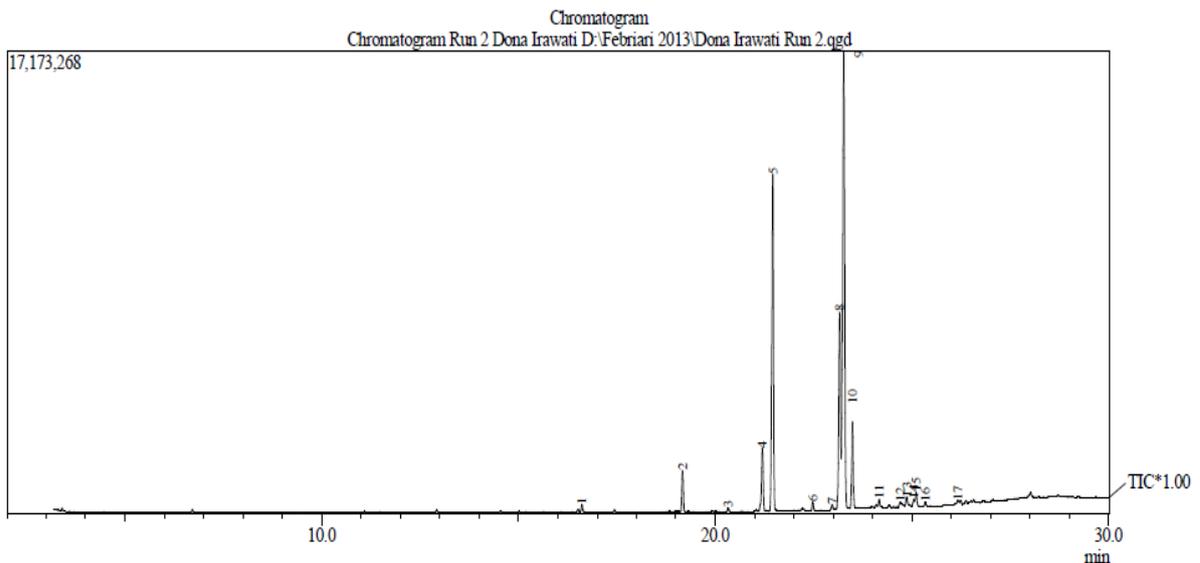
Hit#:3 Entry:160595 Library:WILEY229.LIB
 SI:88 Formula:C21 H40 O2 CAS:0-00-0 MolWeight:324 RetIndex:0
 CompName:ELAIDINIC ACID, ISOPROPYLESTER \$\$



Gambar 4.5 Mass Spectrometry Isopropil Elaidinat

Berdasarkan analisa GC-MS, besarnya kandungan isopropil stearat yaitu sebesar 0,52% dan isopropil elaidinat sebesar

0,42%. Kromatogram dan jumlah % kandungan yang lain dapat dilihat pada **Gambar 4.6** dan **Tabel 4.3**.



Gambar 4.6 Kromatogram Gc-MS produk transesterifikasi

Tabel 4.4 Hasil Analisis Gc-MS Minyak Ikan Patin dan Isopropanol

(Waktu reaksi 6 jam dan Komposisi katalis 15%)

PEAK	AREA (%)	SENYAWA	BM
9	40,72	Metil oleate	108
5	25,07	Metil palmitat	270
8	15,69	Metil linoleat	294
10	5,73	Metil stearat	
4	4,66	Metil hexadecanoat	268
2	2,72	Metil tetradecanoat	242
15	0,98	Metil eicosenoat	324
13	0,72	Metil eicosatrienoate	320
14	0,63	Metil eicosadienoate	322
12	0,57	Metil aradhonoat	318
6	0,52	Isopropil palmitat	298
1	0,45	Metil laurat	214
11	0,42	Isopropil eaidinat	324
7	0,35	Metil octadetrienoat	292
17	0,27	Isopropil cycohexanol	154
16	0,25	Metil eicosanoat	324
3	0,24	Metil pentadecanoat	256

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, 2003, Asam Lemak Omega-3 dari Minyak Ikan, *Oseana*, XXVIII(3), 11-16
- Destianna, M., Zandy A., dan Nazef, Puspasari, S, 2007, Intensifikasi Produk Biodiesel, skripsi, Institut Teknologi Bandung
- Emanuel, Calvin, 2011, Plasticizer Market Update, 22nd Annual Vinyl Compounding Conference, 22nd edition, 4.
- Handayani, SP., 2010, Pembuatan Biodisel dari Minyak Ikan dengan Radiasi Gelombang Mikro, skripsi, Universitas Sebelas Maret
- Haryono,A., 2006, Pengembangan Plasticizer Pengganti DOP dari turunan minyak bumi, *Jurnal Polimer LIPI*
- Khaeruddin, JM., Chataputra, E. dan Winoto, HP., 2007, Produksi Isopropil Alkohol Murni untuk Aditif Bensin yang Ramah Lingkungan sebagai Wujud Pemanfaatan Produk Samping pada Industri Gas Alam, skripsi, Institut Teknologi Bandung
- Manurung, R., 2006, Transesterifikasi Minyak Nabati, *Teknologi Proses* 5, 47-52
- Orchidea, R., 2007, Studi Kinetika Transesterifikasi dengan Katalis Asam (HCl) Minyak Mentah Dedak Padi menjadi Biodiesel, skripsi, Institut Teknologi Sepuluh November
- Richardson James T. 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York. *Minyak Sawit Secara Terpadu*.Warta PPKS, Vol 4 (2) : 75-83.

- Sadi, S dan G, Purboyo, 1996, Konsep Agroindustri Untuk Produksi Plasticizer dari Minyak Sawit Secara Terpadu. *Warta PPKS*, Vol 4 (2) : 75-83
- Satterfield, CN., 1991. *Heterogeneous Catalysis in Industrial Practice*. 2nd ed, McGraw Hill, Inc.
- Suryaningrum, D., 2008, Ikan Patin : Peluang Ekspor, Penanganan Pasca Panen dan Diversifikasi Produk Olahannya. Balai Besar Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan
- Susilowati, 2006, Biodiesel dari Minyak Biji Kapuk dengan katalis Zeolit, skripsi, UPN Veteran
- Thamrin, 2011, Biodiesel dari Limbah Ikan Patin, *Econews*, 101(6), 7
- Triwulandari, Evi dan Haryono.2008. Sintesis Plasticizer Isobutil Oleat Sebagai Bahan Substitusi PVC. Serpong: Jurnal Polimer LIPI
- Wijaya, K., 2010, Preparasi Biodiesel dan Biofuel Fraksi Bensin dari Minyak Nabati Bekas Dan Segar serta Lemak Hewani yang Terkatalis oleh Montmorillonit dan Zeolit Termodifikasi, Universitas Gadjah Mada
- Wypich, G, 2004. *Handbook of Plasticizer*. US : Chemtech Publishing, Inc., 153