

Pengaruh Waktu Reaksi dan Perbandingan Molar pada Proses Pembuatan Isobutil Oleat dengan Katalis Zeolit Alam

Gunawan, Irdoni HS, Nirwana

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya Panam Pekanbaru 28293

Abstract

*High supply of crude palm oil in Indonesia has created many opportunities for downstream industry on palm oil industry. One of alternatives for this downstream palm oil industry is esterification of oleic acid that contained in crude palm oil. The purpose of this research are to make isobutyl oleat by esterification of oleic acid and isobutanol using H-Zeolit as the catalyst, to determine molar comparison and reaction time that produce highest reaction conversion, to compare physic attributes among the product and build linear multiple regression from reaction conversion result. In this research, the variation of reaction time are 3, 4, 5, 6 hours and molar comparison between oleic acid and isobutanol are 1:2, 1:3, 1:4, 1:6, and 1:9 with fixed variable are reaction temperature 100 °C, agitator speed 175 rpm, and mass of catalyst is 15% of mass of oleic acid. From product analysis showing that reaction time and molar comparison between oleic acid and isobutanol affect the product conversion reaction. The best operation condition is at molar comparison 1:9 and time reaction 4 hours that produce 62.75% reaction conversion. The physical and chemical properties from the product meet the commercial plastisizer. While water content of the product still exceed the standard of commercial plastisizer. The multiple regression result from the conversion reaction $Y = 2,166 * X_1 + 3,801 * X_2 + 17,149$ where Y is conversion reaction, X_1 is reaction time and X_2 is molar comparison between oleic acid and isobutanol.*

Keywords: Esterification, Isobutyl Oleat, Plastisizer.

1. Pendahuluan

Tahun 2011, Oil World masih menempatkan Indonesia sebagai negara produsen utama *crude palm oil* (CPO) dengan volume produksi sebesar 23.9 juta ton CPO/tahun. (Ditjen perkebunan, 2012). Dengan berlimpahnya bahan baku minyak sawit, mendorong berkembangnya industri penganekaragaman produk minyak sawit. Pada umumnya produsen minyak sawit hanya menjual produknya dalam bentuk minyak sawit mentah (MSM) dan minyak makan. Penganekaragaman produk ke arah non pangan perlu dikaji dalam upaya mengantisipasi meningkatnya produksi minyak sawit Indonesia. Salah satu alternatif yang bisa dilakukan agar dapat memberikan nilai tambah dari minyak sawit adalah esterifikasi asam oleat yang terkandung dalam minyak sawit menjadi isobutil oleat.

Salah satu kegunaan isobutil oleat adalah pada industri plastisizer. Plastisizer dalam konsep sederhana ialah pelarut organik dengan titik didih tinggi atau suatu padatan dengan titik leleh rendah. Apabila 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 dan Purboyo, 1996). Dengan adanya plastisizer yang berbasis minyak nabati, akan

meningkatkan nilai tambah CPO (*crude palm oil*), yang selama ini hanya dijadikan minyak goreng dan fraksinasinya. Meningkatkan nilai tambah CPO disini adalah dengan memanfaatkan hasil fraksinasi CPO yang berupa asam oleat dan menjadikannya sebagai bahan baku plastisizer yang lebih bernilai ekonomi.

Kandungan asam oleat pada minyak sawit adalah sebanyak 33% dari berat massa (Debora, 2008). Asam oleat disintesa dengan alkohol sehingga dapat menjadi *plasticizer* dalam bentuk ester. Pada umumnya sintesa ester dapat dilakukan secara esterifikasi. Untuk reaksi esterifikasi biasanya menggunakan katalis asam. Isobutil oleat diperoleh dengan mereaksikan asam oleat dan isobutil alkohol. Faktor yang mempengaruhi ester yang dihasilkan pada reaksi esterifikasi adalah rasio molar, komposisi dan jenis katalis yang digunakan, suhu reaksi, waktu reaksi dan kecepatan pengadukan.

Zeolit alam yang diaktifasi menjadi H-Zeolit merupakan katalis asam, sehingga dapat mengkatalisasi asam lemak dengan alkohol secara esterifikasi. (Nasikin, 2004) Penggunaan H-Zeolit dalam mengkatalisasi proses esterifikasi asam oleat dan oktanol secara *batch* pada variasi temperatur 150°C dan 180°C dan nisbah molar asam oleat/oktanol 1:6, dan variasi jumlah katalis yang digunakan adalah 2% berat. Reaksi dilangsungkan selama 7 jam dan didapat konversi tertinggi sebesar 39,06 % pada suhu 150°C.

Sedangkan Evi Triwulandari dan Agus Haryono (2008) melakukan reaksi esterifikasi asam oleat menggunakan isobutanol menggunakan katalis asam sulfat dengan perbandingan berat 1% terhadap asam oleat didapatkan konversi reaksi 95,53 % dengan lama reaksi 4 jam.

Dari penjelasan diatas dapat diketahui bahwa zeolit alam yang teraktivasi menjadi H-Zeolit dapat dijadikan sebagai katalis pada reaksi esterifikasi pada pembuatan *plasticizer*. Disamping itu, faktor kecepatan pengadukan juga berpengaruh terhadap proses esterifikasi. Menurut Bambang Heru Susanto (2008) yang melakukan reaksi esterifikasi isobutil oleat dengan menggunakan Kecepatan pengadukan 180 rpm dan 480 rpm, pembentukan ester lebih cepat terjadi pada kecepatan pengadukan lebih tinggi. Hal tersebut disebabkan secara keseluruhan reaksi bergerak ke kanan atau terkonversi secara sempurna.

Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan *plasticizer* secara esterifikasi dengan mereaksikan asam oleat dan alkohol berantai karbon yang lebih panjang yaitu isobutil alkohol, dengan menggunakan katalis zeolit alam yang teraktivasi menjadi H-zeolit yang telah terbukti efektif dalam mengkatalisis asam lemak menjadi ester.

2. Metode Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam oleat, isobutanol, zeolit alam, aquades, indikator pp, KOH 0,1 N, Ammonium Klorida (NH₄Cl) 1 N, dan asam oksalat 0,1 N. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah pengaduk, piknometer, kondensor, corong pisah, erlenmeyer, gel as ukur, gelas piala, corong, pipet tetes, pipet gondok, labu leher tiga, termometer dan kertas saring, buret, water batch.

2.1. Tahap Preparasi Katalis

Bahan katalis adalah zeolit alam yang didapat dari supplier yang kemudian di aktivasi dengan pertukaran ion dengan NH₄CL₂ serta kalisinasi menjadi H- Zeolit.

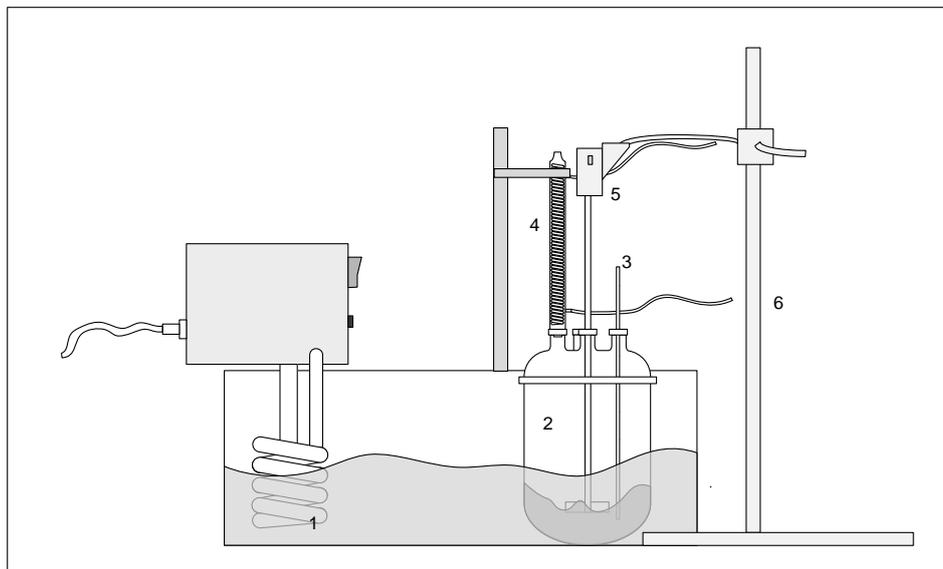
Katalis yang digunakan di variasikan dengan perbandingan berat mol 5%, 10%, dan 15% terhadap berat sampel.

2.2. Tahap Preparasi Bahan Baku

Asam oleat sebelum di reaksikan di ukur kadar asam lemak yang terkandung didalamnya, katalis zeolit alam diaktivasi menjadi H-Zeolit sehingga siap untuk di jadikan sebagai katalis saat proses esterifikasi.

2.3. Reaksi Esterifikasi

Reaksi esterifikasi dilakukan pada reaktor berpengaduk dengan suhu reaksi 100 °C selama waktu 5 jam. Asam oleat dimasukan ke reaktor dan juga katalis H – Zeolit sampai suhu sudah 100°C, kemudian dimasukkan isobutanol dengan perbandingan molar antara asam oleat dan isobutanol sesuai dengan perbandingan molar yang telah ditentukan, dalam penelitian ini dilakukan variasi waktu reaksi 3, 4, 5, 6 Jam dan perbandingan molar 1:2, 1:3, 1:4, 1:6, dan 1:9. Pengambilan hasil reaksi dilakukan ketika sudah mencapai waktu reaksi yang ditentukan. Kemudian hasil reaksi di pisahkan dengan katalis dan hasil reaksi isobutil oleat di ukur kadar asam lemak yang masih terkandung didalamnya dan di hitung konversinya.



Gambar 1. Skema reaktor

Keterangan

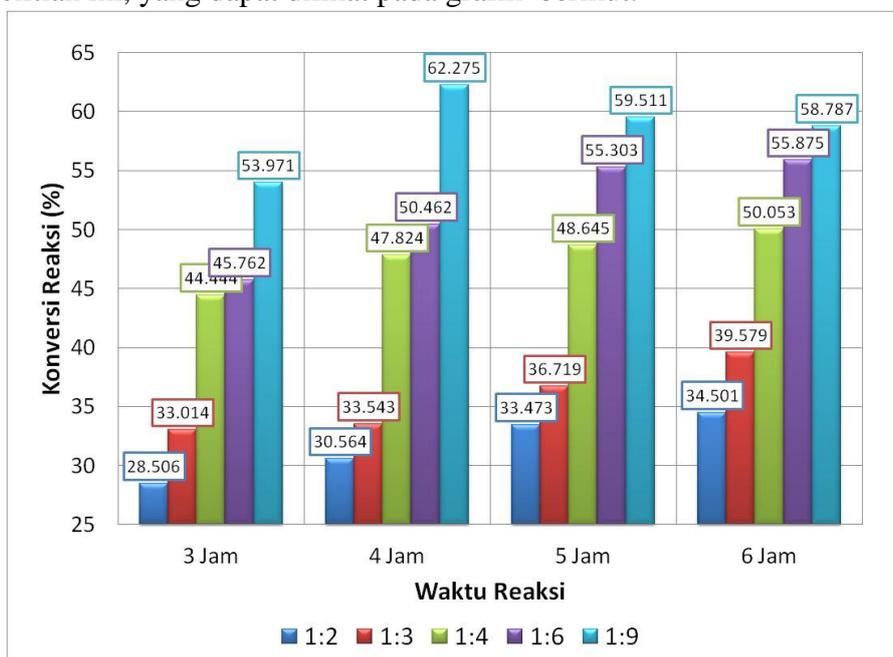
1. Pemanas dan water batch
2. Reaktor
3. Termometer
4. Kondensor
5. Pengaduk
6. Statif

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, akan tetapi kita dapat mengetahui waktu tercapainya kesetimbangan reaksi.

Peneliti sebelumnya Triwulandari dan Haryono (2008) menyatakan bahwa setelah waktu reaksi mencapai kesetimbangan, konversi tidak akan bertambah lagi. Hal yang sama juga dialami oleh Nasikin dan Susanto (2008) yang melakukan esterifikasi asam oleat dengan oktanol menggunakan katalis H-Zeolit. Hal yang sama juga terjadi pada penelitian ini, yang dapat dilihat pada grafik berikut:



Gambar 2. Pengaruh Waktu Reaksi dan perbandingan molar pada Pembuatan Isobutil Oleat

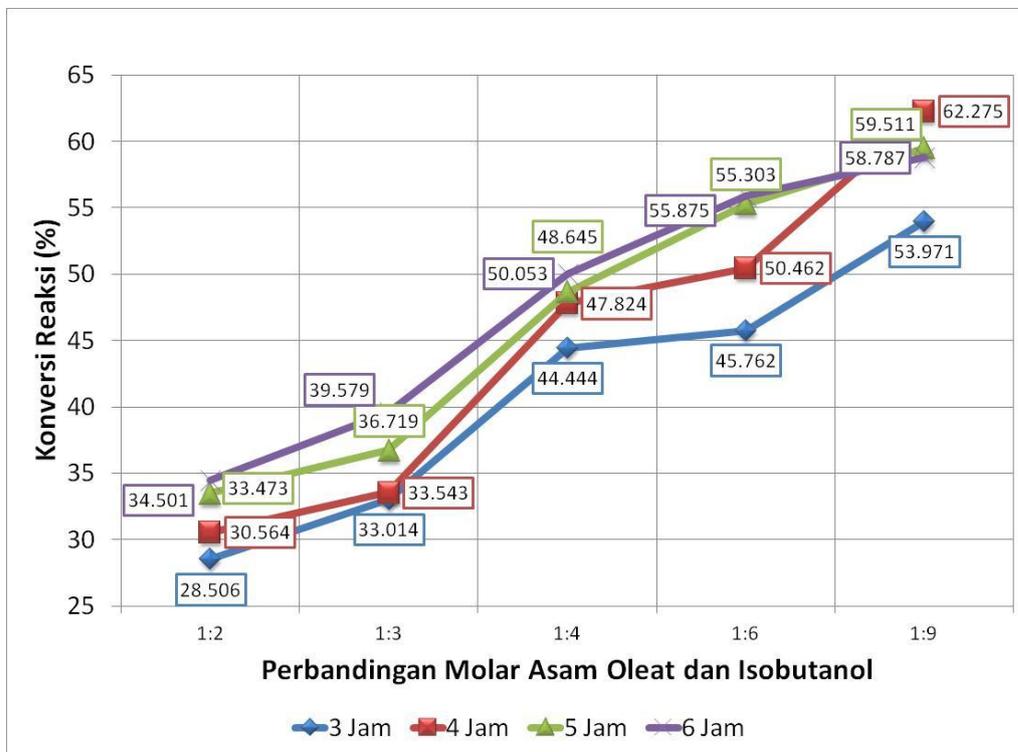
Dari grafik diatas, didapatkan hasil bahwa dengan perbandingan molar 1:6 kesetimbangan reaksi tercapai pada waktu 5 Jam dengan konversi sebesar 55,3%, pada waktu 6 jam konversi reaksi tidak naik signifikan yaitu sebesar 55,8% karena telah terjadinya kesetimbangan reaksi pada waktu reaksi 5 Jam. Sedangkan pada perbandingan molar 1:9 kesetimbangan reaksi tercapai lebih cepat yaitu pada waktu 4 Jam dengan konversi reaksi sebesar 62,3%. hal ini terjadi karena jumlah konsentrasi reaktan yang berlebih sehingga menyebabkan kesetimbangan reaksi lebih cepat tercapai. Pada waktu reaksi 5 Jam dan 6 Jam terjadi penurunan konversi reaksi walaupun tidak terlalu signifikan yaitu menjadi 59,5% dan 58,7%. hal ini disebabkan oleh reaksi esterifikasi ini adalah reaksi reversible.

3.2. Pengaruh Perbandingan Molar

Suatu reaksi akan berjalan sesuai dengan konsentrasi reaktan yang masih tersisa, semakin lama reaksi maka konsentrasi dari reaktan akan berkurang seiring dengan

bertambahnya produk. Sesuai dengan prinsip Le Chatelier bahwa laju reaksi sebanding dengan konsentrasi reaktan. Perbandingan asam oleat dan isobutanol 1:9 dapat menghasilkan konversi yang lebih tinggi, tetapi untuk waktu reaksi 5 dan 6 jam, kenaikan konversi tidak signifikan. Pada waktu reaksi 5 Jam, perbandingan molar 1:6 menghasilkan konversi sebesar 55,3% sedangkan perbandingan molar 1:9 menghasilkan konversi 59,5%. Pada waktu reaksi 6 Jam, perbandingan molar 1:6 menghasilkan konversi sebesar 55,8% sedangkan perbandingan molar 1:9 menghasilkan konversi sebesar 58,7%.

Dari penelitian yang dilakukan didapatkan bahwa perbandingan asam oleat dan isobutanol 1:9 menghasilkan produk dengan konversi yang paling tinggi tetapi tidak terdapat perbedaan yang signifikan dengan perbandingan 1:6. Hal ini terjadi karena reaksi sudah tercapai kesetimbangan, sehingga produk tidak akan terbentuk lagi. Menurut Nasikin (2008), apabila reaksi telah tercapai kesetimbangan penambahan konsentrasi reaktan tidak akan berdampak pada hasil konversi reaksi.



Gambar 3. Grafik Pengaruh Perbandingan Molar

3.3. Karakteristik Ester yang dihasilkan

Pada penelitian ini diperoleh karakteristik seperti pada Tabel 1 berikut:

Tabel 1. Karakteristik isobutil oleat yang dihasilkan

Waktu Reaksi	Perbandingan Molar	Bilangan Penyabunan (mg KOH)	<i>Specific Gravity</i>	Kadar Air (% berat)	Viskositas
3 Jam	1:2	169,27	0,85	0,6%	1,58
3 Jam	1:3	164,92	0,84	1,0%	1,77
3 Jam	1:4	163,85	0,84	0,4%	1,88
3 Jam	1:6	160,72	0,84	0,6%	1,90
3 Jam	1:9	156,39	0,84	0,8%	1,98
4 Jam	1:2	164,65	0,84	0,4%	1,74
4 Jam	1:3	167,15	0,83	0,4%	1,77
4 Jam	1:4	160,76	0,85	0,9%	1,92
4 Jam	1:6	159,28	0,84	0,6%	1,95
4 Jam	1:9	147,14	0,84	1,4%	2,04
5 Jam	1:2	163,54	0,84	0,6%	1,78
5 Jam	1:3	167,38	0,85	0,3%	1,80
5 Jam	1:4	163,68	0,84	0,6%	1,93
5 Jam	1:6	155,20	0,85	0,3%	1,99
5 Jam	1:9	158,79	0,85	1,2%	2,04
6 Jam	1:2	168,07	0,85	0,2%	1,78
6 Jam	1:3	164,07	0,84	0,3%	1,83
6 Jam	1:4	161,75	0,84	1,5%	1,95
6 Jam	1:6	154,74	0,84	0,4%	2,00
6 Jam	1:9	153,72	0,84	0,8%	2,03

Produk ester yang dihasilkan pada penelitian ini dilakukan analisa sifat fisik dan kimia untuk dibandingkan dengan sifat kimia dari plastisizer komersil. Sifat fisik dan kimia ester yang dianalisa adalah bilangan penyabunan, *Specific Gravity*, Kadar Air dan Viskositas. Bilangan penyabunan produk yang dihasilkan bervariasi dari 147,14 mg KOH sampai 169,27 mg KOH dimana masih dalam rentang standar plastisizer komersil yaitu antara 133 mg KOH sampai 172 mg KOH. Sedangkan untuk *Specific Gravity* memenuhi standar plastisizer komersil yaitu antara 0,83 sampai 0,85.

Viskositas dari produk yang dihasilkan juga pada rentang 1,58 sampai 2,04 mPas yang dapat memenuhi standar plastisizer komersil. Sedangkan kadar air produk ditemukan 0,4-1,5 persen berat diatas dari standar plastisizer komersil. Hal ini disebabkan karena produk yang dihasilkan belum begitu murni sehingga perlu dilakukan pemurnian lebih lanjut agar mendapatkan hasil kadar air yang lebih rendah.

3.4. Regresi linear ganda pemodelan hasil

Dengan dipergunakannya dua variable bebas yaitu waktu reaksi dan perbandingan molar maka dapat digunakan regresi linear ganda untuk pemodelan

konversi reaksi. Regresi linear berganda dengan bentuk umum yaitu $Y = a + b_1X_1 + b_2X_2$ dimana:

Y	= Konversi reaksi
X ₁	= Waktu
X ₂	= perbandingan molar
A,b ₁ ,b ₂	= konstanta

Dari hasil regresi linear didapatkan data $a = 17,149$, $b_1 = 2,166$, $b_2 = 3,801$ sehingga didapatkan formula yaitu:

$$Y = 2,166 * X_1 + 3,801 * X_2 + 17,149$$

Setelah dilakukan pengujian didapatkan R² sebesar 87,14% menunjukkan bahwa 87,14% proporsi keragaman nilai peubah Y (konversi reaksi (%)) dapat dijelaskan oleh nilai peubah X₁ (waktu reaksi) dan X₂ (perbandingan molar) melalui hubungan linier. Sisanya sebesar 12,86% dijelaskan oleh faktor lainnya.

4. Kesimpulan dan Saran

4.1. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan,

1. Plastisizer Isobutil Oleat dapat disintesis secara esterifikasi menggunakan katalis H-Zeolit.
2. Pada penelitian ini, kondisi proses sintesis isobutil oleat menggunakan katalis H-Zeolit yang menghasilkan konversi tertinggi adalah waktu reaksi 4 Jam dengan perbandingan mol 1:9 menghasilkan konversi reaksi sebesar 62,2%.
3. Karakteristik plastisizer isobutil oleat pada penelitian ini telah memenuhi standar plastisizer komersil, dengan nilai viskositas 1,58 – 2,04 mPa.s dan specific gravity 0,84 – 0,85.
4. Dari hasil analisa regresi linear berganda didapatkan hasil R² sebesar: 87,14% yang artinya perbandingan molar dan waktu reaksi berpengaruh cukup signifikan terhadap konversi reaksi yang dihasilkan.

4.2. Saran

Dari penelitian ini dapat disarankan untuk melakukan pemurnian lebih lanjut dari hasil produk yang dihasilkan dan melakukan analisa menggunakan instrumentasi untuk mengetahui karakteristik dari produk yang dihasilkan. Produk yang dihasilkan dapat dicoba untuk diaplikasikan sebagai plastisizer.

5. Daftar Pustaka

- [1] Fransisco, D, 2007. Pengaruh Kecepatan Pengadukan pada Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar (*Jatropha Curcas Linneaus*) dengan Menggunakan Katalis Abu Tandan Sawit, *Skripsi*, Pekanbaru, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, UNRI.
- [2] Ghozali, M., 2008. Penentuan Kondisi Optimum Proses Isobutil Oleat, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Program Studi Teknik Kimia, Universitas Indonesia, Depok.
- [3] Debora, P., 2008, Konversi Asam Lemak Sawit Distilat Menjadi Biodiesel Menggunakan Katalis Zeolit Sintetis, *Skripsi*, Universitas Riau
- [4] Nasir, G., 2012, Produksi CPO Indonesia 2011, <http://www.bumn.go.id/ptpn5/publikasi/2011-produksi-cpo-indonesia-mencapai-23-9-juta-ton/>, 23 Juli 2012.

- [5] Emanuel, C., 2011, Plasticizer Market Update, *22nd Annual Vinyl Compounding Conference*, 22nd edition, 4.
- [6] Emanuel, C, 2007, Plasticizer based on renewable resources, *the 18th National Rubber Conference 2007*, 18th edition, 7.
- [7] Isramar, Z. 2011, Pengaruh Komposisi Katalis Zeolit Alam pada Pembuatan Plastisizer Isobutil Laurat, *Skripsi*, Univeristas Riau
- [8] Jerry, 2012, Pengaruh Waktu Reaksi dan Komposisi Katalis Zeolit Alam Pada Pembuatan Plastisizer Isobutil Stearat, *Skripsi*, Universitas Riau
- [9] Ketaren, S., 1986, *Pengantar Teknologi Minyak Dan Lemak Pangan*, UI Press, Jakarta.
- [10] Kurniawan, D., 2008, *Regresi Linier*, Forum Statistika, Jakarta
- [11] Leniasti, 2008. Konversi Asam Lemak Sawit Distilat Menjadi Biodiesel Menggunakan Katalis Ni.Mo/Al₂O₃, Pekanbaru, Prosiding *Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2008*
- [12] Mellan, I., 1963, *Industrial Plasticizer*, Pergamon Press Book, New York, 302p.
- [13] Nasikin, M., 2004, Perengkahan katalitik Fasa Cair Minyak Sawit Menjadi Biogasolin, *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*, Volume 7, 42-56
- [14] Sadi, S., dan Purboyo, 1996, Konsep Agroindustri Untuk Produksi Plasticizer dari Minyak Sawit Secara Terpadu, *Warta PPKS*, Vol 4 (2) , 75-83.
- [15] Septiana, W., 2010, Pembuatan Biodiesel dari dedak secara esterifikasi, *Skripsi*, Universitas Diponegoro.
- [16] Susanto, B., H. dan M. Nasikin, 2008, Reaksi Esterifikasi Asam Oleat dengan Alkohol Rantai Panjang Berkatalis Zeolit Untuk Memproduksi Plumas Dasar Bio, Prosiding *Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2008*, 58-62.
- [17] Triwulandari, E., dan Haryono. 2008. Sintesis Plastisizer Isobutil Oleat Sebagai Bahan Substitusi PVC. *Jurnal Polimer LIPI*, 8 (3), 40-45.
- [18] Wypich, G., 2004, *Handbook of Plasticizer*, Chemtech Publishing, Inc, United States
- [19] Zahrina, I., dan Sunarno, 2006, Kajian Awal Esterifikasi Asam Lemak Bebas Yang Dikandung Minyak Sawit Mentah pada Katalis Zeolit Sintesis, *Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2006*