

PENGARUH KOMPOSISI KATALIS ZEOLIT ALAM DAN KECEPATAN PENGADUKAN PADA PROSES PEMBUATAN ISOBUTIL OLEAT DARI ASAM OLEAT DENGAN ISOBUTANOL

Joko Nugroho, Irdoni H.S, 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 oleic by esterification of oleic acid and isobutanol using H-Zeolit as the catalyst, to determine mixing speed and variation composition catalyst that produce highest reaction conversion, to compare physic attributes among the product. In this research, the variation of mixing speed were 150 rpm, 175 rpm, 200 rpm, 225 rpm and 250 rpm and the composition catalyst were 5%, 10%, and 15% of based sample reactant. With fixed variable are reaction temperature 100 °C, time reaction 5 hours and compare between oleic acid and isobutanol 1:6. Catalyst H-Zeolit, oleic acid and isobutanol reacted at batch reactor with agitation as long 5 hours. From product analysis showing that mixing speed and composition catalyst affect the product conversion reaction. The best operation condition is at mixing speed is 200 rpm and composition catalyst 15% that produce 56.44% reaction conversion. The physical and chemical properties from the product meet the commercial raw material of plasticizer.

Keywords: Esterification, isobutanol, isobutyl oleic, oleic acid

1. Pendahuluan

Penganekaragaman produk minyak sawit di Indonesia masih terbatas pada umumnya produsen minyak sawit hanya menjual produknya dalam bentuk minyak sawit mentah (MSM) dan minyak makan. Salah satu alternatif yang bisa dilakukan agar dapat memberikan nilai tambah dari minyak sawit adalah pembuatan isobutil oleat.

Pembuatan isobutil oleat dapat dilakukan secara esterifikasi. Pada umumnya sintesa ester dapat dilakukan dengan dua cara yaitu secara esterifikasi dan transesterifikasi. Untuk reaksi esterifikasi biasanya menggunakan katalis asam sedangkan reaksi transesterifikasi menggunakan katalis basa atau alkali. isobutil oleat dari asam oleat diperoleh dengan mereaksikan asam oleat dan isobutil alkohol menjadi ester asam lemak berupa isobutil oleat. Faktor yang mempengaruhi rendemen ester yang dihasilkan pada reaksi esterifikasi adalah rasio molar, komposisi dan jenis katalis yang digunakan, suhu reaksi, waktu reaksi dan kecepatan pengadukan.

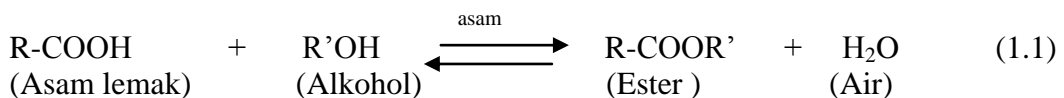
Dalam penelitian ini akan dilakukan pembuatan isobutil oleat secara esterifikasi dengan mereaksikan asam oleat dan alkohol berantai karbon yang lebih panjang yaitu isobutil alkohol, dengan menggunakan katalis zeolit alam

yang teraktivasi menjadi H-zeolit yang telah terbukti efektif dalam mengkatalisis asam lemak menjadi ester. Selain itu, faktor kecepatan pengadukan juga berperan penting dalam proses pereaksian pada esterifikasi plastisizer. Diharapkan memperoleh hasil konversi reaksi yang optimum dan mendapatkan kondisi operasi terbaik pada proses pembuatan isobutil oleat.

Metode sintetik yang digunakan untuk memperoleh isobutil oleat dalam bentuk ester oleat secara esterifikasi selama ini menggunakan katalis komersil yang cukup mahal seperti asam sulfat (H_2SO_4), asam nitrat (HNO_3), asam klorida (HCL) dan asam-asam lainnya. Salah satu alternatif katalis yang dapat digunakan secara esterifikasi adalah zeolit alam yang teraktivasi menjadi H-zeolit yang terbukti telah efektif dalam mengkatalisis reaksi esterifikasi asam lemak. Katalis zeolit alam merupakan katalis heterogen, sehingga mudah dalam proses pemisahan dari campuran produk dan dapat menghemat biaya proses.

Pada penelitian ini dilakukan penambahan dan perbedaan komposisi katalis, bertujuan untuk meningkatkan konversi reaksi. Dari masalah yang telah di rumuskan diatas, perlu untuk melakukan reaksi esterifikasi asam oleat dan isobutanol dengan menggunakan katalis zeolit alam yang teraktivasi menjadi H-zeolit dengan perbandingan mol asam oleat dengan isobutanol 1:6. Dengan variasi kecepatan pengadukan 150 rpm , 175 rpm, 200 rpm, 225 rpm dan 250 rpm juga variasi katalis 5%, 10%, 15 % dari berat asam oleat pada suhu $100^{\circ}C$ dengan lama reaksi 300 menit. tujuan dari penelitian ini adalah membuat isobutil oleat dari asam oleat dan isobutanol secara esterifikasi dengan menggunakan katalis zeolit alam yang teraktivasi. Dan mempelajari pengaruh dari komposisi katalis zeolit alam dan kecepatan pengadukan yang digunakan untuk esterifikasi isobutil oleat dari asam oleat.

Isobutil oleat yang berasal dari minyak nabati dapat dibuat dari alkohol dengan asam lemak secara esterifikasi, pembuatan plastisizer secara esterifikasi dapat dilakukan menggunakan katalis asam seperti, asam sulfat, asam klorida, asam nitrat (katalis homogen) dan zeolit (heterogen). . Secara umum reaksi esterifikasi dapat ditulis:



Faktor-faktor yang berpengaruh pada reaksi esterifikasi antara lain :

1. Waktu reaksi
2. Pengadukan
3. Katalisator
4. Suhu reaksi

2. Metoda Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah : asam Oleat, isobutanol, zeolit alam, aquades, indikator pp, asam oksalat 0,1 N, dan KOH 0,1 N ammonium klorida (NH_4CL) 1 N , Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: pengaduk, piknometer, kondensor, corong pisah, erlenmeyer,

gelas ukur, gelas piala, corong, pipet tetes, pipet volume, labu leher tiga, termometer dan kertas saring, oven, viscometer oswald, buret, water batch, penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, yaitu :

2.1 Tahap Preparasi Katalis

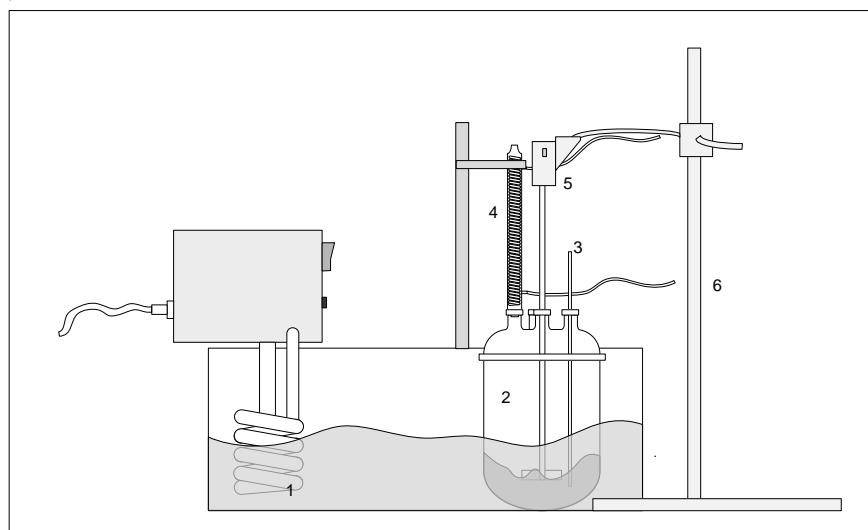
Bahan katalis adalah zeolit alam yang didapat dari supplier yang kemudian di aktivasi dengan pertukaran ion dengan NH_4Cl_2 serta kalisinasi menjadi H-Zeolit. Katalis yang digunakan di variasikan dengan perbandingan berat mol 5%, 10%, dan 15% terhadap berat sampel.

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

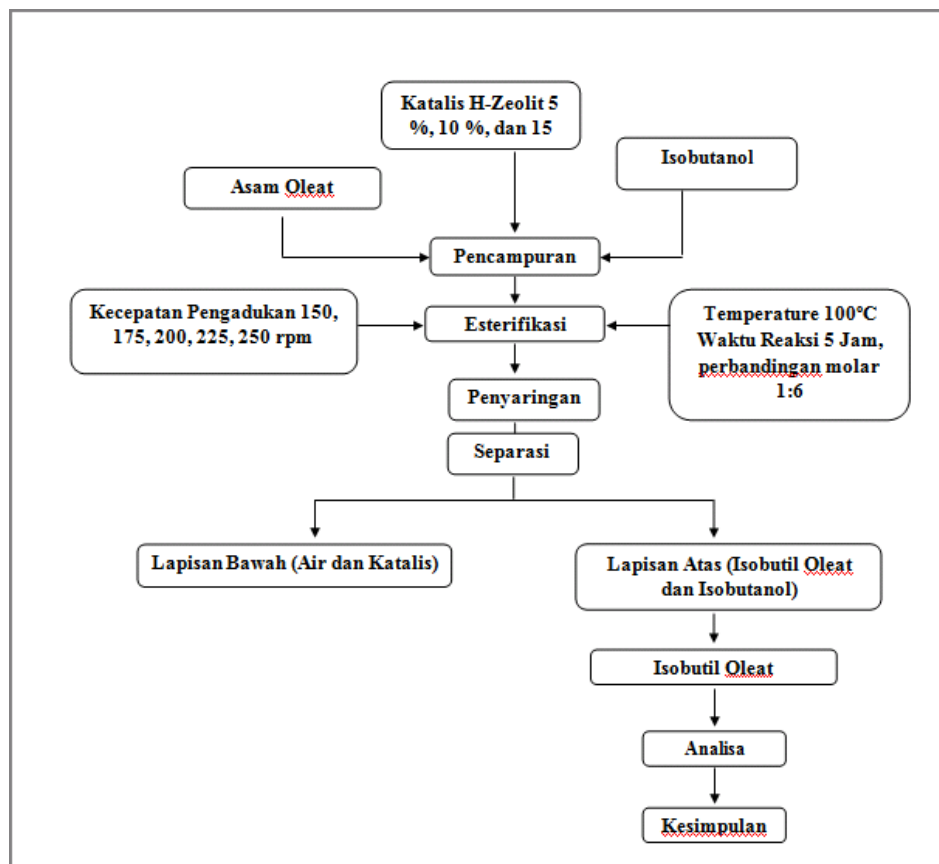
Reaksi esterifikasi dilakukan pada reaktor berpengaduk dengan suhu reaksi $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama waktu 5 jam. Asam oleat dimasukan ke reaktor dan juga katalis H – Zeolit sampai suhu sudah 100°C , kemudian dimasukkan isobutanol dengan perbandingan molar antara asam oleat dan isobutanol 1:6, dalam penelitian ini dilakukan variasi komposisi katalis 5%, 10% dan 15% serta variasi variabel lainnya yaitu kecepatan pengadukan pada 150 rpm, 175 rpm, 200 rpm, 225 rpm dan 250 rpm. Pengambilan sampel dilakukan ketika sudah 5 jam bereaksi 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



Gambar 2.Diagram alir tahapan penelitian

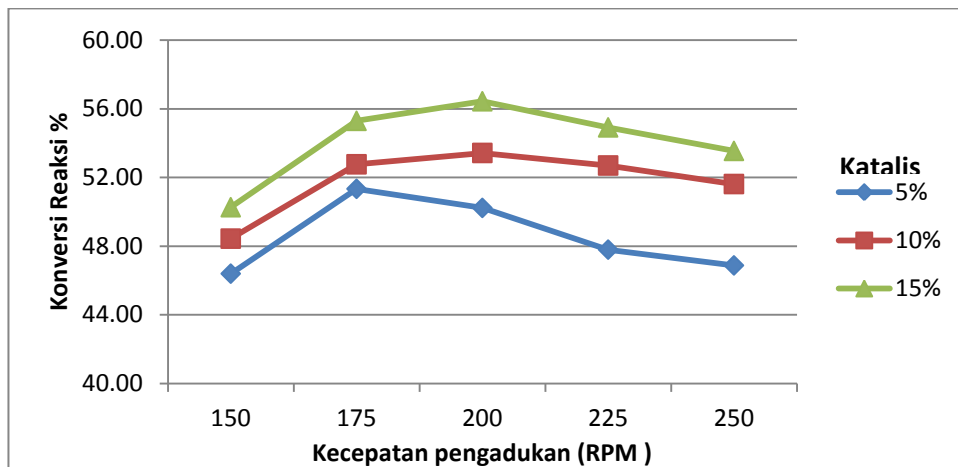
2.4 Analisa Reaktan dan Produk

Produk reaksi yang diperoleh berupa isobutil oleat, kemudian dilakukan analisa sifat fisika (uji viskositas dan densitas) dan kimia produk (kadar asam lemak produk) untuk mendapatkan data dan melihat pengaruh dari variasi komposisi katalis yang digunakan dan kecepatan pengadukan, pengujian kadar asam lemak produk merupakan dasar dalam perhitungan konversi reaksi .

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pengaruh Komposisi Katalis

Proses esterifikasi bertujuan untuk mengubah asam oleat menjadi produk berupa isobutil oleat. Untuk mempercepat konversi reaksi pada proses esterifikasi diperlukan katalisator, dimana adsorpsi reaktan ke katalis dipengaruhi oleh perbedaan konsentrasi katalis dengan reaktan. Pada penelitian yang telah dilakukan, reaksi esterifikasi dilakukan dengan menggunakan katalis H-Zeolit yaitu sebesar 15 %, 10 % dan 5% (berbasis berat asam oleat). Kondisi operasi dijalankan pada temperatur 100 °C dengan variasi kecepatan pengadukan 150, 175, 200, 225 dan 250 rpm. Perbandingan rasio asam oleat : isobutanol adalah 1 : 6. Reaksi esterifikasi berlangsung selama 5 jam.



Gambar 3. Pengaruh komposisi katalis dan kecepatan pengadukan pada Proses pembuatan isobutil oleat.

Dari Gambar 3 menunjukkan bahwa adanya pengaruh komposisi katalis H-zeolit pada reaksi esterifikasi asam oleat dengan isobutanol. Pada komposisi katalis 15% dengan kecepatan pengadukan 200 rpm menunjukkan kondisi yang optimal dengan konversi reaksi 56,44 %, sedangkan pada komposisi katalis 10 % konversi reaksi optimum sebesar 53,43 % dengan kecepatan pengadukan 200 rpm . Konversi reaksi pada komposisi katalis 5 % dan kecepatan pengadukan 175 rpm menunjukkan konversi yang optimum dengan konversi sebesar 51,34% . Dari grafik bisa dilihat konversi tertinggi adalah dengan katalis 15 % dan kecepatan pengadukan 200 rpm sebesar 56,44 % konversinya, yang paling rendah adalah katalis 5 % dengan kecepatan pengadukan 150 rpm konversi reaksi hanya sebesar 46,40 %.

Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi kecepatan reaksi, maka semakin besar kecepatan reaksi yang berarti penambahan katalis berfungsi mempercepat reaksi, Tetapi pada titik tertentu saat katalisator mempunyai konsentrasi tinggi tetapi konversi yang dihasilkan turun, hal ini disebabkan pada jalannya proses reaksi semakin banyak alkohol yang bereaksi dengan asam membentuk ester sehingga alkohol berkurang. Konsentrasi reaktan sebanding dengan laju reaksi maupun konstanta kecepatan reaksi, sehingga apabila konsentrasi reaktan semakin kecil, maka konstanta kecepatan reaksi juga semakin kecil (Setyawardhani, 2005).

Berdasarkan hasil penelitian dengan melakukan variasi komposisi katalis, maka penggunaan katalis yang optimum untuk reaksi esterifikasi antara asam oleat dan isobutil alkohol yaitu dengan komposisi katalis sebesar 15 % (berbasis berat asam oleat) dan kecepatan pengadukan 200 rpm menghasilkan konversi sebesar 56,44%.

3.2 Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Dari Gambar 3 menunjukan bahwa pada kecepatan pengadukan 200 rpm dengan katalis 15 % memberikan hasil konversi yang optimum sebesar 56,44 %, sedangkan untuk kecepatan pengadukan 150 rpm memberikan hasil yang optimum dengan katalis 15 % konversi sebesar 50,27 %., Pada kecepatan

pengadukan 175 rpm dengan katalis 15 % memberikan hasil optimum sebesar 55,30%, Pada kecepatan pengadukan 225 rpm dengan katalis 15 % hasil optimum yang didapat 54.92% dan dengan kecepatan pengadukan 250 rpm katalis 15 % memberikan hasil sebesar 53.5%.

Sesuai dengan peneliti sebelumnya untuk menganalisa pengaruh dari difusi eksternal terhadap transfer massa dari reaktan ke permukaan katalis, maka kecepatan pengadukan divariasikan pada $n_1 = 180$ rpm dan $n_2 = 480$ rpm dengan kondisi operasi yang sama, memperlihatkan konversi asam oleat sebagai fungsi waktu di pengaruhi oleh kecepatan pengadukan, tetapi tidak terlalu signifikan perbedaan dari konversinya. Hal tersebut menunjukkan kecepatan pengadukan juga berfungsi atau berpengaruh untuk mempercepat reaksi, sehingga membantu untuk menghasilkan produk dengan konversi yang tinggi. Penggunaan kecepatan pengadukan yang sesuai dapat menghasilkan energi sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat untuk mencapai kesetimbangan reaksi. Suatu zat dapat bereaksi dengan zat lain jika partikel-partikelnya saling bertumbukan, sehingga tumbukan yang terjadi akan menghasilkan energi untuk memulai terjadinya reaksi. Terjadinya tumbukan tersebut disebabkan karena partikel-partikel zat selalu bergerak dengan arah tidak beraturan.

Tumbukan antar partikel yang disebabkan oleh pengaruh dari kecepatan pengadukan yang diberikan dalam reaksi tidak semuanya akan menghasilkan kecepatan reaksi yang optimum, akan tetapi hanya pengadukan yang sesuai dengan reaksi akan menghasilkan energi dari tumbukan antar partikel pada saat reaksi berlangsung. Terlihat pada konversi yang kecil pada kecepatan pengadukan 150 rpm dengan menggunakan katalis yang sama dibandingkan dengan konversi optimum kecepatan pengadukan 200 rpm yaitu 51, 79 %. Hal ini disebabkan pembentukan isobutil oleat pada kecepatan 150 rpm tumbukan yang terjadi antar partikel belum efektif sehingga reaksinya belum secara keseluruhan bergerak ke kanan atau konversinya belum maksimal.

Pada kecepatan pengadukan 250 rpm dengan katalis 15 % terjadi penurunan konversi begitu juga dengan kecepatan pengadukan 225 rpm dengan katalis 5% dan katalis 10 % terjadi penurunan konversi isobutil oleat. Pengadukan yang cepat seperti halnya pada kecepatan pengadukan 250 rpm pada katalis 15% dan kecepatan pengadukan pada 200 rpm pada katalis 5% dan 10%, menyebabkan reaksi bergerak ke kiri atau berbalik ke reaksi awal secara perlahan-lahan sehingga konversinya menjadi kecil. Dengan demikian, kecepatan pengadukan 200 rpm dengan katalis 15 % merupakan kecepatan pengadukan yang optimum dalam proses esterifikasi isobutil oleat dengan menggunakan katalis H-Zeolit. Hal ini dikarenakan pada proses esterifikasi untuk kecepatan pengadukan tersebut telah mengalami konversi secara optimum menjadi produk (Susanto, 2008).

3.3 Karakteristik Isobutil Oleat yang Dihasilkan

Karakteristik isobutil oleat yang dihasilkan dari penelitian ini dilihat bahwa viskositas, *spesifik gravity* dan bilangan penyabunan isobutil oleat yang dihasilkan dapat memenuhi plastisizer ester komersil. Dari semua kondisi operasi yang digunakan, karakteristik isobutil oleat yang diperoleh sesuai dengan *range* standar plastisizer ester, yang mana standar plastisizer ester komersil dengan nilai

viskositas 0,9 – 26,5 mPa.s, nilai *specific gravity* 0,81 – 0,96, dan nilai penyabunan 133 -172.

Tabel 1. Karakteristik isobutil oleat yang dihasilkan

No	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Katalis (%)	Volume KOH Titrasi (ml)	Kandungan Asam Lemak Bahan Baku (%)	Kandungan Asam Lemak Produk (%)	Konversi Reaksi (%)	Viskositas (M.Pa.s)	Specific Gravity	Densitas (g/ml)	Bilangan Penyabunan (mg KOH)
1	150	5	17,9	91,16	48,86	46,4	1,48	0,841	0,835	157,2
2	175	5	14,7	91,16	44,35	51,34	1,63	0,841	0,834	161,3
3	200	5	16,5	91,16	45,37	50,23	1,8	0,846	0,840	163
4	225	5	15,3	91,16	47,58	47,80	1,63	0,839	0,833	159,9
5	250	5	16,4	91,16	48,43	46,88	1,8	0,847	0,840	155,9
6	150	10	15,7	91,16	46,99	48,44	1,56	0,841	0,835	160,3
7	175	10	16	91,16	43,06	52,77	1,79	0,840	0,833	161,6
8	200	10	14,6	91,16	42,45	53,43	1,61	0,828	0,821	161,7
9	225	10	15	91,16	43,12	52,70	1,80	0,846	0,840	160,4
10	250	10	14,5	91,16	44,1	51,62	1,87	0,845	0,838	164,7
11	150	15	17,1	91,16	45,33	50,27	1,63	0,841	0,834	163,7
12	175	15	17,4	91,16	40,75	55,30	1,73	0,850	0,843	166,4
13	200	15	14,6	91,16	39,71	56,44	1,94	0,839	0,839	165,2
14	225	15	14	91,16	41,1	54,9	1,8	0,846	0,841	165,2
15	250	15	14,9	91,16	42,35	53,55	1,47	0,838	0,831	167,8

3.4 Regresi linear ganda pemodelan hasil

Dengan dipergunakannya dua variable bebas yaitu katalis % dan kecepatan pengadukan rpm 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
- X1 = Katalis
- X2 = Kecepatan pengadukan
- A,b1,b2 = konstanta

Dari hasil regresi linear didapatkan data $a = 43,269$, $b_1 = 0,556$, $b_2 = 0,013$ sehingga didapatkan formula yaitu:

$$Y = 0,556 * X_1 + 0,013 * X_2 + 43,269$$

Setelah dilakukan pengujian didapatkan R^2 sebesar 59,75% menunjukkan bahwa 59,75% proporsi keragaman nilai peubah Y (konversi reaksi (%)) dapat dijelaskan oleh nilai peubah X1 (Katalis %) dan X2 (perbedaan kecepatan pengadukan) melalui hubungan linier. Sisanya sebesar 40,25% dijelaskan oleh faktor lainnya.

4. Kesimpulan dan Saran

4.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil yang telah diperoleh dari penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Isobutil oleat dapat disintesis secara esterifikasi menggunakan katalis H-Zeolit.
2. Penggunaan katalis yang optimal untuk reaksi esterifikasi antara asam oleat dengan isobutil alkohol yaitu dengan komposisi katalis sebesar 15 % (berbasis berat asam oleat), untuk isobutil oleat dengan konversi reaksi 56,44 %
3. Penggunaan kecepatan pengadukan yang optimum untuk reaksi esterifikasi isobutil oleat yaitu dengan kecepatan pengadukan 200 rpm dengan katalis 15 % (berbasis berat asam oleat), untuk isobutil oleat dengan konversi reaksi 56,44 %
4. Karakteristik isobutil oleat pada penelitian ini memenuhi standart plastisizer ester adalah dengan nilai viskositas 1,48 – 1,94 mPa.s, nilai *specific gravity* 0,825 – 0,850 dan nilai penyabunan 155 -165.

4.2 Saran

Dari penelitian ini dapat disarankan untuk melakukan reaksi esterifikasi dengan menggunakan variasi jenis alkohol yang digunakan dan asam lemak agar dapat diperoleh hasil ester yang lebih baik konversinya.

5. Daftar Pustaka

- 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.
- Ghozali, M., 2008. *Penentuan Kondisi Optimum Proses Isobutil Oleat*, Skripsi, Fakultas Teknik, Program Studi Teknik Kimia, Universitas Indonesia, Depok.
- Isramar, Z. 2011. Pengaruh komposisi katalis zeolit alam pada pembuatan plastisizer isobutil laurat, skripsi, univeristas riau
- Jerry, 2012. Pengaruh Waktu Reaksi dan Komposisi Katalis Zeolit Alam Pada Pembuatan Plastisizer Isobutil Stearat, skripsi, univeristas riau.
- Leniasti, 2008. *Konversi Asam Lemak Sawit Distilat Menjadi Biodiesel Menggunakan Katalis Ni.Mo/Al₂O₃*, Pekanbaru, Prosiding Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2008
- Nasikin, M.A, 2004. *Perengkahan katalitik Fasa Cair Minyak Sawit Menjadi Biogasolin*, Palembang, Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia
- Saptiana, dan Wulandari, 2010, Pembuatan Biodiesel dari dedak secara esterifikasi.skripsi.Univeritas Diponogoro

- Setyawardhani D.A, 2005. Kinetika Reaksi Esterifikasi Asam Formiat dengan Etanol Pada Variasi Suhu dan Konsentrasi Katalis, Lab dasar Teknik Kimia UNS Solo, Vol 4 no 2 hal 64 – 70.
- Susanto, B, H dan M, Nasikin. 2008, *Reaksi Esterifikasi Asam Oleat dengan Alkohol Rantai Panjang Berkatalis Zeolit Untuk Memproduksi Plumas Dasar Bio*, Pekanbaru, Prosiding Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2008
- Triwulandari, Evi dan Haryono.2008. *Sintesis Plastisizer Isobutil Oleat Sebagai Bahan Substitusi PVC*. Serpong: Jurnal Polimer LIPI, edisi 2: 10 - 19
- Zahrina, I. dan Sunarno, 2006, *Kajian Awal Esterifikasi Asam Lemak Bebas Yang Dikandung Minyak Sawit Mentah pada Katalis Zeolit Sintesis*, Pekanbaru, Prosiding Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2006