

## Pengaruh Waktu Reaksi dan Komposisi Katalis Zeolit Alam Pada Pembuatan Plastisizer Isobutil Stearat

\*Jerry, Nirwana, Irdoni, \*\*SalamunQaulan

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik – Universitas Riau  
Kampus Binawidya Km. 12,5 SimpangBaru, Pekanbaru 28293  
Telp/Fax. (+62761)65593/(+62761)63279.  
unsalam@gmail.com

### Abstrak

Produksi plastisizer dari minyak nabati sampai saat ini masih sangat terbatas, untuk itu perlu mengembangkan plastisizer berbasis minyak nabati. Plastisizer minyak nabati dapat disintesis secara esterifikasi menggunakan katalis asam. Kebanyakan reaksi esterifikasi menggunakan katalis homogen asam seperti  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$  dan  $HCl$  yang sulit untuk dipisahkan dari produk. Alternatif katalis yang dapat digunakan untuk reaksi esterifikasi adalah zeolit alam, yang telah terbukti efektif untuk reaksi esterifikasi dan merupakan katalis heterogen yang mudah dipisahkan dari produk hasil reaksi. Pada penelitian ini bertujuan untuk mensintesis plastisizer isobutil stearat secara esterifikasi menggunakan katalis zeolit alam yang teraktivasi menjadi H-Zeolit, dan mempelajari pengaruh waktu reaksi dan komposisi katalis, Variasi komposisi katalis Zeolit Alam yang digunakan 5, 10 dan 15% berat berbasis berat asam stearat dan waktu reaksi 180, 240, 300 dan 360 menit, dengan variabel tetapnya adalah temperatur  $100^{\circ}C$ , perbandingan molar asam stearat terhadap isobutanol 1:6 dan kecepatan pengadukan 175 rpm. Dari uji hasil esterifikasi memperlihatkan bahwa komposisi katalis dan waktu reaksi berpengaruh pada saat kesetimbangan reaksi belum tercapai. Kondisi operasi optimal yang diperoleh pada komposisi katalis 10% dan waktu reaksi 300 menit dengan konversi reaksi 60,26% mol. Karakteristik plastisizer yang didapatkan memenuhi standar plastisizer komersil, dengan nilai viskositas 3207,19 M.Pa.s dan specific gravity sebesar 0,828.

**Kata Kunci:** Esterifikasi, Isobutilstearat, Plastisizer, Zeolit alam

\* Peneliti dan Pembimbing

\*\*Penyampai atau Pembicara

### 1. Pendahuluan

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 akan terjadi pengurangan gaya akumulasi intermolekul rantai panjang, yang menyebabkan terjadinya kelenturan, kelunakan dan pemanjangan akan bertambah (Sadi dan Purboyo, 1996).

Asam stearat adalah fraksinasi dari minyak nabati yaitu salah satunya dari CPO. Minyak atau asam stearat nabati sebagai bahan baku untuk pembuatan plastisizer sangat prospek di Indonesia, mengingat sumber minyak nabati di Indonesia sangat berlimpah. Pada tahun 2010 Indonesia menghasilkan CPO sebesar 21 juta ton dan meningkat lagi pada tahun 2011 menjadi 22 juta ton (ICN, 2012). Dengan adanya plastisizer yang berbasis dari minyak nabati, akan meningkatkan nilai tambah CPO (*crude palm oil*), yang selama ini hanya dijadikan minyak goreng dan fraksinasi lainnya.

Konversi asam lemak yang berasal dari minyak nabati menjadi plastisizer dapat dilakukan secara

esterifikasi menggunakan katalis asam. Peneiliti sebelumnya, Sern dkk (2008) telah melakukan esterifikasi asam palmitat dengan isobutanol dengan perbandingan molar 1:3 dengan katalis asam sulfat sebesar 2 % berat berbasis asam palmitat. Marchetti (2008) juga melakukan esterifikasi asam oleat dengan isopropanol menggunakan katalis zeolit alam. Susanto dan Nasikin (2008) melakukan esterifikasi asam lemak dengan oktanol menggunakan katalis zeolit alam yang teraktivasi sebanyak 2 % berat berbasis asam lemak.

Menurut Sadi dan Purboyo (1996) semakin panjang rantai karbon plastisizer yang digunakan, maka produk akan mempunyai sifat elastisitas dan kelenturan akan semakin baik. Isobutil stearat memiliki rantai karbon yang lebih panjang dari isopropil oleat dan isobutil palmitat. Katalis berupa asam yang telah dikomersialkan kurang efektif di bandingkan dengan zeolit alam.

Pada umumnya yang mempengaruhi suatu reaksi atau yield adalah suhu, tekanan, konsentrasi, waktu reaksi, pengadukan, dan katalis. Pada penelitian ini akan dikaji Pengaruh Waktu Reaksi dan Komposisi Katalis Zeolit Alam Pada Pembuatan Plastisizer Isobutil Stearat.

## 2. Metodologi

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah : asam Stearat, isobutanol, etanol, zeolit alam, aquades, indikator pp, asam oksalat 0,1 N, KOH 0,1 N, dan Ammonium klorida (NH<sub>4</sub>Cl) 1 N .

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini, yakni : pengaduk, piknometer, kondensor, corong pisah, erlenmeyer, gelas ukur, gelas piala, corong, pipet tetes, pipet gondok, reaktor, termometer dan kertas saring, oven, *viscometer oswald*, dan *Water Bacth*.

### 2.1 Persiapan Katalis H-Zeolit

250 gram zeolit alam dimasukkan kedalam labu leher tiga ukuran 500 ml, lalu dicampurkan dengan NH<sub>4</sub>Cl 1 N sampai zeolit tersebut terendam. Selanjutnya diaduk selama 50 jam dengan kecepatan 100 rpm Setelah itu disaring menggunakan kertas saring. Kemudian, residu dicuci menggunakan aquades dan disaring. Residu zeolit dimasukkan kedalam furnace untuk dibakar pada suhu 550 °C selama 6 jam.

### 2.2 Sintesa isobutil stearat

Asam Stearat sebanyak 30 g, dimasukkan kedalam labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk, selanjutnya dipanaskan didalam *water batch* pada suhu 100°C. Katalis H-zeolit divariasikan dengan komposisi (5, 10 dan 15 %) dari berat asam stearat dimasukkan kedalam labu, suhu dijaga pada 100°C. Isobutanol sebanyak 59 ml, dimasukkan ke dalam reaktor, direaksikan pada waktu (180, 240, 300, dan 360 menit). Kemudian, campuran reaksi yang diperoleh disaring untuk memisahkan katalis. Filtrat dimasukkan kedalam corong pisah, untuk didiamkan selama 30 menit. Setelah didiamkan selama 30 menit, akan terbentuk dua lapisan, bagian atas terdiri dari air, dan alkohol, sedangkan bagian bawah adalah ester dan sisa asam lemak.

### 2.3 Analisa Hasil

#### 2.3.1 Penentuan Kadar Asam Lemak

Sampel ditimbang dan dicatat beratnya, lalu dimasukkan dalam erlenmeyer 250 ml. Alkohol 95% sebanyak 100 ml ditambahkan kedalam erlenmeyer berisisampel. Panaskan larutan pada suhu ±50°C, Kemudian ditambahkan indicator PP. Larutan dititrasi dengan KOH, sampai terjadi perubahan warna merah jambu. Penentuan kadar asam dapat dihitung dengan rumus :

$$\text{Kadar Asam} = \frac{\text{ml KOH} \times \text{N KOH} \times \text{BM Asam Lemak}}{10 \times \text{Berat sampel}} \%$$

$$\text{Konversi reaksi} = \frac{\text{Kadar Asam Awal} - \text{Kadar Asam Akhir}}{\text{kadar Asam Awal}} \times 100\%$$

#### 2.3.2 Penentuan Viskositas

Pergunakan viscometer Oswald yang bersih. Letakkan viskometer dalam termostat pada posisi vertikal. dimasukkan (10-15 ml) cairan yang akan diukur viskositasnya kedalam reservoir A (lihat Gambar A.1), Atur termostat pada suhu yang dikehendaki (40°C), biarkan viskometer dan isinya selama 5 menit untuk mencapai suhu termostat. Cairan dihisap melewati reservoir B, sedikit di atas garis m, kemudian ditutup dengan menggunakan tangan, agar cairan tidak turun. Lepaskan tangan, untuk menurunkan cairan. dicatat waktu yang diperlukan cairan untuk mengalir dari m ke n. lakukan pengerjaan ini beberapa kali. Viskositas kinematis cairan dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan:

$$\mu = \frac{t \cdot \rho}{t_0 \cdot \rho_0} \mu_0$$

#### 2.3.3 Penentuan Berat Jenis

Bersihkan dan keringkan piknometer didalam oven, setelah didinginkan di dalam desikator lalu ditimbang untuk mendapatkan berat piknometer kosong. Isi piknometer dengan cairan yang akan ditentukan densitasnya, lalu ditutup hingga meluap dan tidak ada gelembung udara. Setelah ditutup, kemudian piknometer dengan isinya direndam di dalam bak air (*water bath*) bersuhu 40°C dan biarkan pada suhu konstan selama 10 menit. Piknometer diangkat dari air dan dikeringkan, kemudian piknometer bersama isinya ditimbang Sedangkan massa jenis cairan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$(\rho) = \frac{(\text{Bobot piknometer} + \text{cairan}) - (\text{bobot piknometer kosong})}{\text{Volume Cairan}}$$

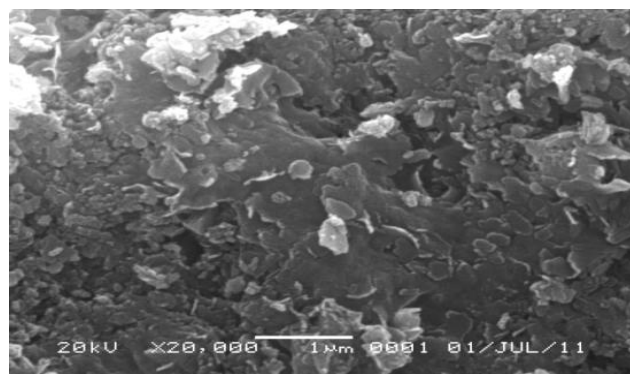
Perhitungan spesifik graviti dengan menggunakan persamaan berikut:

$$G = \frac{\rho_{\text{produk}}}{\rho_{\text{air}}}$$

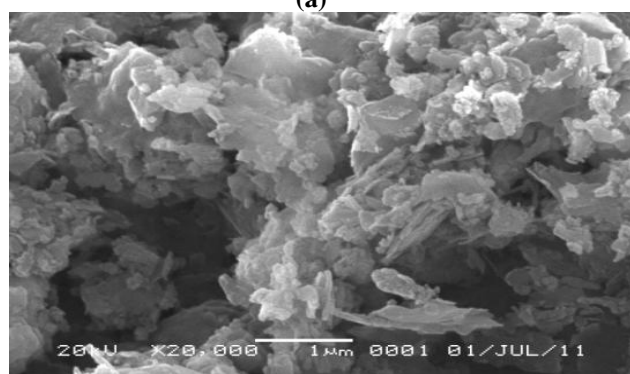
## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Hasil Pencitraan Zeolit Alam yang teraktivasi

Pencitraan Zeolit dengan SEM (*spectrofotometer electron machine*) dapat dilihat pada gambar berikut:



(a)



(b)

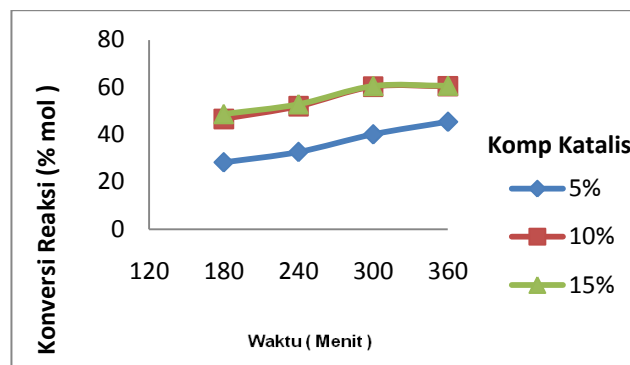
**Gambar 1.** Hasil Pengamatan Morfologi H-Zeolit dengan SEM. (a) Hasil Pencitraan Zeolit Alam sebelum diaktifasi. (b) Hasil Pencitraan Zeolit Alam yang telah diaktifasi menjadi H-Zeolit

Dari gambar 1 (a) dan gambar (b) dapat dilihat bahwa hasil pencitraan menunjukkan H-zeolit (sesudah aktivasi) mempunyai luas permukaan pori yang lebih besar dibandingkan dengan luas permukaan zeolit alam (sebelum diaktifasi), sehingga aktivitas H-Zeolit akan lebih baik bila dibandingkan dengan katalis yang belum diaktifasi.

### 3.2 Pengaruh Waktu Reaksi pada Sintesis Isobutil Stearat

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. Hasil penelitian ini, menunjukkan adanya pengaruh waktu sampai reaksi ini tercapai kesetimbangan. Pengaruh waktu reaksi dapat dilihat pada Gambar 2.

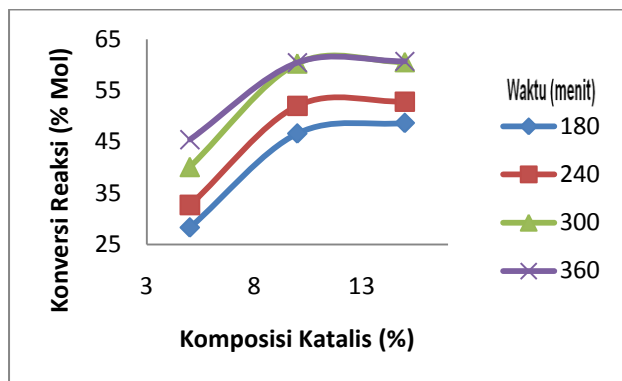


**Gambar 2.** Grafik Pengaruh Waktu Reaksi Pada Pembuatan Isobutil Stearat

Dari Gambar 2 menunjukkan bahwa reaksi telah mencapai kesetimbangan pada menit ke 300 dengan komposisi katalis 10 dan 15% dengan konversi reaksi sebesar 60,26% mol untuk komposisi katalis 10% dan konversi reaksi sebesar 60,53% mol untuk komposisi katalis 15%. Pada komposisi katalis 5% masih belum tercapainya kesetimbangan reaksi pada menit ke 300. Penambahan katalis akan mempercepat terjadinya kesetimbangan reaksi, sehingga pada komposisi katalis 10 dan 15% lebih cepat tercapai kesetimbangan reaksi dibandingkan dengan komposisi katalis 5%.

### 3.3 Pengaruh Komposisi Katalis H-Zeolit pada Sintesis Isobutil Stearat

Secara teoritis reaksi katalitis melalui beberapa tahapan yaitu, [1] Adsorpsi, [2] Pembentukan *activated complex*, [3] 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, perbedaan tekanan dan perbedaan suhu. Pada penelitian ini menunjukkan adanya pengaruh komposisi katalis yang dapat dilihat pada Gambar 3 berikut:



**Gambar 3. Grafik Pengaruh Komposisi Katalis Pada Esterifikasi Isobutil Stearat Dengan Isobutanol**

Dari Gambar 3 menunjukkan bahwa adanya pengaruh komposisi katalis H-zeolit pada reaksi esterifikasi asam stearat dengan isobutanol. Pada komposisi katalis 10% sudah menunjukkan kondisi yang optimal dengan konversi reaksi 60,26%, sedangkan pada komposisi katalis 15% konversi reaksi sebesar 60,53%. Konversi reaksi pada komposisi katalis 10% dengan komposisi katalis 15% tidak ada perbedaan yang signifikan. Pada komposisi katalis 10% reaksi sudah tercapai kesetimbangan pada waktu 300 menit.

Pada komposisi katalis 5%, konversi reaksi hanya sebesar 40,12% mol dengan waktu reaksi 300 menit. Pada komposisi katalis 5%, jumlah katalis belum mampu untuk mempercepat tercapainya kesetimbangan reaksi, dan dapat dilihat juga pada Gambar 3, dengan

komposisi katalis 5% masih terjadi peningkatan konversi reaksi pada menit ke 300. Fungsi katalis adalah menurunkan energi aktiva, sehingga dapat mempercepat kinetika reaksi dan juga dapat mempercepat tercapainya kesetimbangan.

Jumlah komposisi katalis yang besar juga akan mempengaruhi proses adsorpsi pada reaksi katalisis. Semakin besar jumlah katalis, akan semakin banyak pula reaktan yang teradsorpsi oleh katalis. Jika reaktan banyak yang teradsorpsi, maka reaksi akan berjalan lebih cepat, sehingga kesetimbangan reaksi akan cepat tercapai.

Pada komposisi katalis 10 dan 15% tidak ada perbedaan yang signifikan pada waktu reaksi 300 dan 360 menit, hal ini dapat terjadi karena reaksi telah tercapai kesetimbangan. Katalis tidak dapat mempengaruhi pergeseran kesetimbangan reaksi, fungsi katalis hanya mempercepat tercapainya kesetimbangan reaksi.

### 3.4 Karakteristik Plastisizer Yang Dihasilkan

**Tabel 1. Karakteristik Plastisizer Ester Asam lemak**

| Karakteristik plastisizer | Nilai         |
|---------------------------|---------------|
| Titik beku, °C            | 7 – 29        |
| Titik didih °C            | 315,6 – 398,9 |
| Viskositas 40°C, mPa s    | 900 - 26.500  |
| Kadar Air, wt %           | 0,05 – 0,13   |
| Specific gravity, 40°C    | 0,81 – 0,96   |

Sumber: Wypich (2004)

**Tabel 2. Karakteristik Plastisizer yang dihasilkan**

| Komposisi Katalis (%) | Waktu Reaksi (menit) | Viskositas 400C, (mPa.S) | Spec.Gravity |
|-----------------------|----------------------|--------------------------|--------------|
| 5                     | 180                  | 3211.99                  | 0.827        |
| 10                    | 180                  | 3234.07                  | 0.827        |
| 15                    | 180                  | 3216.86                  | 0.833        |
| 5                     | 240                  | 3205.42                  | 0.827        |
| 10                    | 240                  | 3264.60                  | 0.823        |
| 15                    | 240                  | 3266.71                  | 0.829        |
| 5                     | 300                  | 3205.03                  | 0.828        |
| 10                    | 300                  | 3207.19                  | 0.828        |
| 15                    | 300                  | 3244.73                  | 0.822        |
| 5                     | 360                  | 3222.04                  | 0.829        |
| 10                    | 360                  | 3296.04                  | 0.831        |
| 15                    | 360                  | 3296.04                  | 0.827        |

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa viskositas dan *spesifik gravity* plastisizer yang dihasilkan memenuhi plastisizer komersil yang dihasilkan. Bila dibandingkan dengan MSDS ( material safety data sheet ) dengan nilai densitas 0,827 (20<sup>0</sup>C), maka dapat dikatakan plastisizer ini adalah isobutyl stearat.

### Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan, Plastisizer Isobutil Stearat dapat disintesis secara esterifikasi menggunakan katalis H-Zeolit Pada penelitian ini, kondisi optimal proses sintesis isobutil stearat menggunakan katalis H-Zeolit adalah pada komposisi katalis 10%, waktu reaksi 300 menit, menghasilkan konversi reaksi sebesar 60,26% mol. Karakteristik plastisizer isobutil stearat pada penelitian ini telah memenuhi standar plastisizer komersil, dengan nilai viskositas 3207,19 mPa.s dan *specific gravity* 0,828.

### Daftar Pustaka

- Bradin, D.S., 1996. Biodiesel Fuel, *US PATENT No. US. 5.578.090*
- Brady, I.E dan J.R. Holum, 1988. *Fundamentals of Chemistry*, 3<sup>rd</sup> Edition. Singapura : John Wiley & Sons.
- Ditjen Perkebunan. 2010. Produksi CPO Indonesia 2010. [www.deptan.go.id](http://www.deptan.go.id) 17 januari 2010.
- Geankoplis, L. 1990. *transport process and unit operation* 3th edition. Toronto: Mac Graw Hill
- Kateran. 1989. *Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI Press
- Lepper, H., Friesenhagen, L., 1986. *Process for the Production of Fatty Acid Esters of Short- Chain Aliphatic Alcohols from Fats and/or Oils Containing Free Fatty Acids. US : 4.608.202*
- Marchetti, J.M. 2008. *Comparison different heterogenous Catalysts and Dufferents Alcohols For The Esterification Reaction of Oleic Acid*. Argentina: elseiver Fuel Jurnal.
- Marsubowo. 2008. *Produksi Biodiesel dari Minyak Jarak Pagar ALB tinggi*. Serpong: Jurnal Energi LIPI.
- Nasikin, M., A, dkk, 2004. *Perengkahan katalitik Fasa Cair Minyak Sawit Menjadi Biogasolin*. Palembang : Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia
- Obrien, R.D., 1998. *Fats and Oils Formulating and Processing for Applications*. US : Technomic Publishing Company, Inc
- Richardson James T, 1989. *Principles of Catalyst Development*. Plenum Press. New York.
- Sadi, S dan G, Purboyo, 1996. *Konsep Agroindustri Untuk Produksi Plasticizer dari Minyak Sawit Secara Terpadu*. Warta PPKS, Vol 4 (2) : 75-83.
- Satterfield Charles N, 1991. *Heterogeneous Catalysis in Industrial Practice*. 2<sup>nd</sup> ed, McGraw Hill, Inc.
- Searn, C dkk 2008. *Synthesis of Stearate Acid-Based Ester and Their Effect of Palm Oil Ester*. Journal of Palm Oils Research, Vol 20
- 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 Maryono. 2008. *Sintesis Plastisizer Isobutil Oleat Sebagai Bahan Substitusi PVC*. Serpong: Jurnal Polimer LIPI
- Wypich, G, 2004. *Handbook of Plasticizer*. US : Chemtech Publishing, Inc
- Zahrina, I. dan Sunarno, 2006. *Kajian Awal Esterifikasi Asam lemak Yang Dikandung Minyak Sawit Mentah pada Katalis Zeolit Sintesis*. Pekanbaru : Prosiding Seminar Nasional Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia 2006.