

KAJIAN AWAL PENGARUH WAKTU REAKSI DAN RASIO MOLAR ASAM OLEAT DENGAN BUTANOL TERHADAP SIFAT FISIKO KIMIA PLASTISIZER BUTIL OLEAT

Mers Selly dan Nirwana
Laboratorium Teknologi Bahan Alam dan Mineral
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau
Kampus Binawidya UR Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
mers_selly@yahoo.com

ABSTRACT

Esterification reaction is a reaction between fatty acids or carboxylic acids with alcohols to esters. Fatty acid (oleic acid) sourced from palm oil. One alternative to increase the economic value of palm oil is oleic acid esterification into oleic butyl known as plasticizers. Plasticizer additives are compounds added to polymers to improve its flexibility and workabilitas. This study aims to study the effect of reaction time and molar ratio of the plasticizer synthesis oleic butyl and identify the plasticizer oleic butyl. In this study, the first step is preparation H-Zeolite catalyst, then synthesis of plasticizer butyl oleic esterification using natural zeolite catalysts were activated to H-zeolites with variables in the reaction time (6, 9 and 12 hours) and the molar ratio of oleic acid and butanol (1: 6, 1: 9 and 1:12) with the permanent variable stirring speed of 200 rpm, 108-112 ° C of temperature and the catalyst were 15% oleic acid-based. From the test results obtained 0.862 specific gravity, viscosity of 8.39 mPa and showed that the specific gravity and viscosity of the resulting plasticizer has commercial plasticizer standard namely 0.862 to 0.928 and from 8.2 to 9.4. Optimal operating conditions obtained in this research is the molar ratio of 1:12, reaction time 12 hours resulted in a conversion reaction of 76.73%.

Keywords: Esterifikasi, H-zeolite, Oil, Plasticizer

PENDAHULUAN

Kelapa sawit merupakan salah satu komoditas yang penting di daerah Indonesia karena peranannya yang cukup besar dalam mendorong perekonomian rakyat, terutama bagi petani perkebunan. Hasil olahan kelapa sawit yang dominan adalah CPO yang akan di olah lagi menjadi produk – produk turunan oleokimia. Sementara CPO yang diolah menjadi oleokimia atau produk hilir baru mencapai 9%. Padahal, kalau CPO diolah menjadi oleokimia atau produk hilir, nilai tambahnya bisa mencapai 300%^[1]. Salah satu contoh oleokimia adalah asam oleat, stearat,

palmitat, gliserol, margarin, plastisizer, dan yang lainnya.

Plastisizer adalah senyawa aditif yang ditambahkan kedalam polimer untuk meningkatkan fleksibilitas dan kemungkinan untuk digunakan^[2]. Penggunaan plastisizer di dunia pada tahun 2010 mencapai 6 juta ton pertahun dan diprediksikan meningkat rata-rata 3% setiap tahunnya. Plastisizer komersil yang digunakan untuk bahan tambahan pembuatan plastik, yang di produksi dengan bahan baku minyak bumi menimbulkan dampak negatif yaitu adanya migrasi senyawa aromatik dari PVC dalam jumlah besar dapat mengakibatkan timbulnya sel

kanker. Hal ini membuat industri plastisizer mencari bahan baku alternatif^[2]. Alternatif lain yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan plastisizer yaitu minyak nabati (minyak sawit, minyak kedelai, dan *rice oil*) dan minyak hewani.

Komponen minyak kelapa sawit terdiri dari asam lemak yang berbeda-beda yaitu asam palmitat 44,3%, asam oleat 38,7%, asam linoleat 10,5%, asam stearat 4,6%, asam miristat 1%, dan lainnya 0,9%^[3]. Berdasarkan komposisi asam lemak pada minyak sawit tersebut, dapat dikatakan bahwa asam palmitat dan asam oleat merupakan asam lemak yang terbesar dalam minyak sawit sehingga dapat dimanfaatkan menjadi produk hilir lebih bernilai.

Pemanfaatan turunan minyak sawit untuk produk lain dapat diolah dari minyak sawit kasar dan minyak inti sawit dengan menggunakan beberapa proses kimia. Salah satu proses kimia yang dapat digunakan adalah esterifikasi. Reaksi esterifikasi adalah reaksi asam lemak atau asam karboksilat dengan alkohol. Esterifikasi minyak sawit menggunakan katalis asam telah banyak dilakukan untuk memperoleh *fatty acid alkyl ester*^[4]. Alkil yang ada di *fatty acid alkyl ester* tergantung dengan alkohol yang direaksikan dalam reaksi esterifikasi, sehingga produk yang dihasilkan dari reaksi ini bisa beragam sesuai dengan alkohol yang digunakan^[5].

Plastisizer butil oleat dapat disintesis dengan reaksi esterifikasi dan katalis yang digunakan adalah katalis H-Zeolit. Gunawan (2012) telah melakukan penelitian tentang plastisizer yang berbahan baku asam oleat dengan alkohol isobutanol dan menggunakan katalis H-Zeolit^[6]. Selain itu menurut Nasikin (2006) zeolit alam yang diaktifasi menjadi H-Zeolit merupakan katalis asam yang mampu mengkatalisasi asam lemak dengan alkohol^[7].

Dari uraian diatas, maka peneliti berkeinginan untuk melakukan penelitian mengenai pembuatan plastisizer secara esterifikasi dengan mereaksikan asam oleat dan butanol menggunakan katalis H-Zeolit. Selain sebagai teknologi alternatif sintesis plastisizer yang aman, diharapkan juga plastisizer ini memiliki keunggulan-

keunggulan seperti: tidak beracun, dapat terdegradasi secara biologi dan lebih efektif dalam penggunaannya dibandingkan plastisizer berbahan baku minyak bumi.

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mempelajari pengaruh waktu reaksi dan rasio molar pada sintesa plastisizer butil oleat dan mengidentifikasi plastisizer butil oleat.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan Kimia, Peralatan Dan Instrumentasi

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini yaitu $C_{18}H_{34}O_2$, zeolit alam, $C_4H_{10}O$, $C_2H_2O_4$, aquades, indikator pp, KOH, NH_4Cl 1N, HF 3% dan HCl 6N. Sedangkan alat yang digunakan terdiri dari: reaktor, *stirrer* dan *rotor, oil batch*, kondensor *liebig*, termometer, erlenmeyer, corong pisah, gelas ukur, pH meter, oven, *furnace*, piknometer, buret, *viscometer oswald*, pipet tetes, batang pengaduk dan kertas saring. Berikut ini gambar rangkain alat reaktor untuk pembuatan plastisizer butil oleat.

Variabel Penelitian

Variabel tetap dengan suhu reaksi 108-112°C untuk reaksi pembuatan butil oleat, komposisi katalis 15% berbasis berat asam oleat dan kecepatan pengadukan pada 200 rpm.

Variabel tidak tetap yaitu lama waktu reaksi (6 jam, 9 jam, 12 jam) dan perbandingan molar (1:6, 1:9, 1:12).

Persiapan Katalis H-Zeolit

Zeolit alam 250 g di haluskan hingga mencapai ukuran 100 mesh. Zeolit alam yang sudah mengalami perlakuan awal di rendam dengan larutan HF 3% selama 30 menit. Kemudian dicuci dengan aquades sampai pH 7 (netral) dan di keringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 24 jam. Selanjutnya zeolit di rendam dan di aduk kedalam larutan HCl 6N selama 30 menit pada temperatur 50°C. Kemudian disaring dan di cuci dengan aquades berulang kali sampai pH 7, dikeringkan pada temperatur

130°C selama 3 jam dalam oven. Zeolit alam di rendam dalam larutan NH_4Cl 1N pada temperatur 90°C selama 1 minggu sambil diaduk didalam *water bath*. Lakukan penyaringan dengan kertas saring dan pompa vakum, cuci zat tersebut dengan aquades sampai air aquades mencapai pH 7. Setelah disaring, zeolit alam di keringkan pada suhu 105 – 110 °C dengan oven selama 30 menit dan di kalsinasi dengan *furnace* pada suhu 500 °C selama 5 jam (gunanya untuk mengaktifasikan zeolit alam menjadi H-Zeolit)^[8].

Sintesa Butil Oleat

Asam oleat dimasukkan sebanyak 30 gr ke dalam reaktor yang dilengkapi pengaduk, selanjutnya dipanaskan sampai suhu 108-112°C selama 15 menit dengan menggunakan *oil bath*. Kemudian masukkan katalis H-Zeolit kedalam reaktor yang dikomposisikan 15% berbasis berat asam oleat, selanjutnya tambahkan butanol yang divariasikan dengan perbandingan molar (asam oleat dan butanol) 1:6, 1:9, dan 1:12. Lakukan reaksi esterifikasi pada temperatur 110 °C dengan kecepatan pengadukan 200 rpm dan waktu reaksi yang telah di variasikan selama 6 jam, 9 jam, dan 12 jam. Hasil reaksi dimasukkan kedalam corong pisah dan didiamkan selama 24 jam, maka akan terbentuk dua lapisan (filtrat dan

endapan). Dimana filtrat ini berupa butil oleat yang kemudian dicuci dengan aquades^[6].

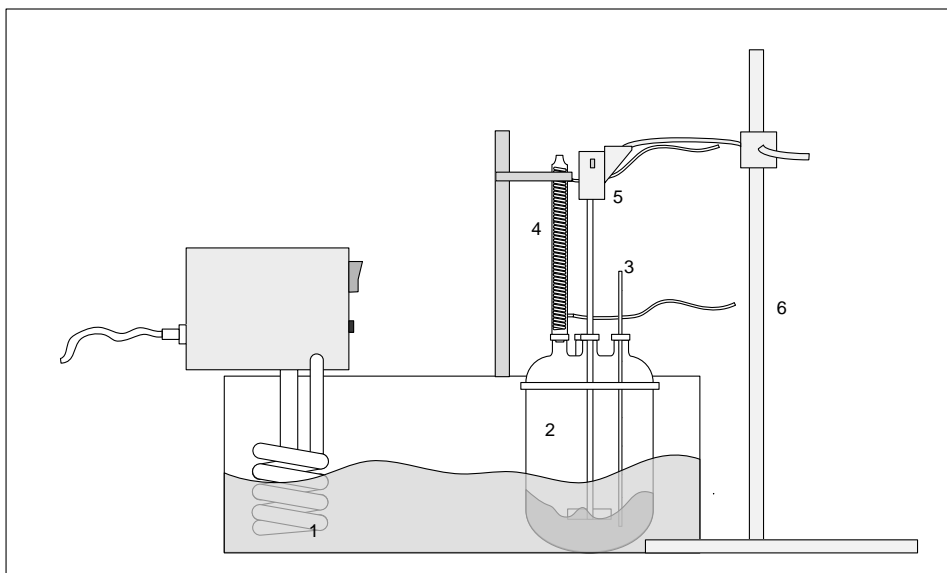
HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Plastisizer

Pengujian asam lemak alkil ester (plastisizer) yang dihasilkan terdiri dari sifat fisika dan kimia. Pengujian sifat fisika terdiri dari pengukuran *specific gravity* dan viskositas. Sedangkan untuk sifat kimia dilakukan pengujian bilangan asam dan bilangan penyabunan.

Sifat Fisika dan Kimia

Sifat fisika yang dilakukan diantaranya densitas dan viskositas. Sedangkan sifat kimia yaitu bilangan asam dan bilangan penyabunan. Bilangan asam dan bilangan penyabunan dilakukan dengan metode titrasi. Pengukuran densitas dilakukan dengan menggunakan piknometer dan viskositas dilakukan dengan menggunakan *viscometer oswald*. Karakteristik plastisizer harus memenuhi standar seperti pada Tabel 1. Sedangkan pada penelitian ini dihasilkan karakteristik plastisizer seperti pada Tabel 2.



Gambar 1. Rangkaian Reaktor untuk Pembuatan Butil Oleat^[6] Keterangan :1. Pemanas dan *Oil Bath* 2. Reaktor 3. Termometer 4. Kondenser 5. Pengaduk 6.Statif.

Tabel 1. Karakteristik Plastisizer Ester

Karakteristik Plastisizer	Nilai
Berat Molekul (gr/mol)	338,6 - 382,6
Titik beku, °C	-35 - -27
Titik didih, °C	395
Viskositas 20°C, mPa s	8,2 - 9,4
Specific gravity, 20°C	0,862-0,928

Sumber : Wypych (2004)^[9]

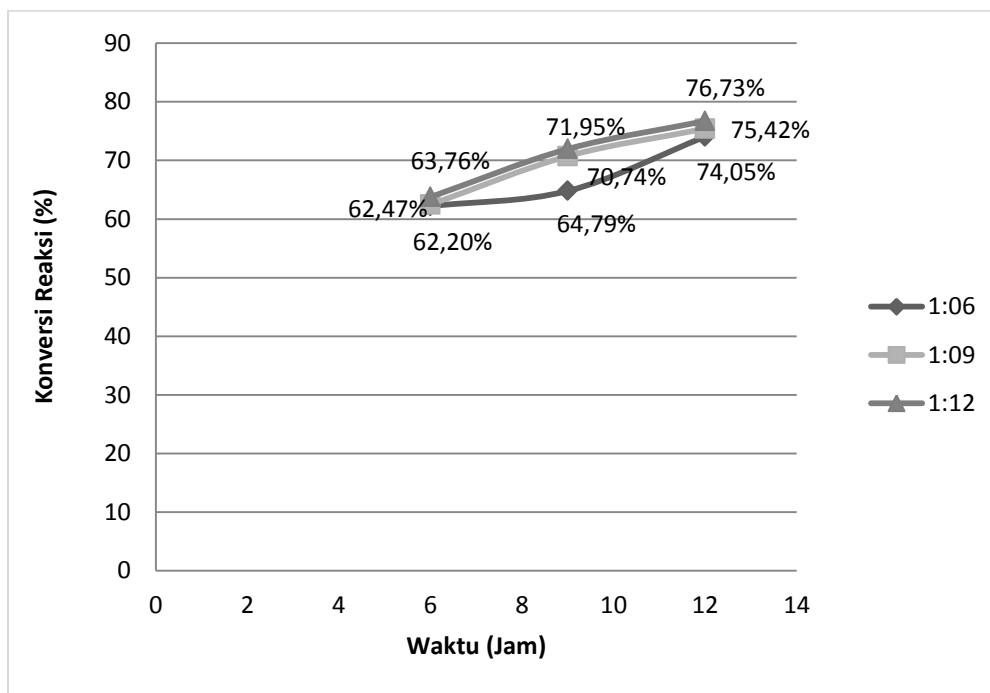
Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Reaksi Esterifikasi Butil Oleat

Menurut 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.

Pada penelitian ini waktu reaksi memiliki peran penting untuk pembentukan produk. Semakin lama waktu reaksi maka konversi akan bertambah sampai tercapainya kesetimbangan reaksi yang dapat dilihat pada Gambar 2. Grafik menunjukkan bahwa waktu reaksi 12 jam merupakan waktu optimal untuk semua perbandingan molar reaktan. Pada perbandingan molar 1:6 kesetimbangan reaksi tercapai dengan konversi reaksi sebesar 74,05%. Untuk perbandingan 1:9 yaitu 75,42%. Sedangkan perbandingan molar 1:12 didapatkan sebesar 76,73%. Perubahan konversi reaksi tidak naik terlalu signifikan, hal ini terjadi karena kesetimbangan reaksi telah terjadi pada waktu reaksi 12 jam.

Peneliti sebelumnya Triwulandari dan Haryono (2008) menyatakan bahwa setelah waktu reaksi mencapai kesetimbangan^[10], konversi tidak akan bertambah lagi. Hal yang sama juga dialami oleh Susanto dan Nasikin (2008) yang melakukan esterifikasi asam oleat dengan oktanol menggunakan katalis H-Zeolit^[11].



Gambar 2. Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Reaksi Esterifikasi Asam Oleat dengan Butanol

Tabel 2. Karakteristik Plastisizer Produk

Rasio Molar	Waktu Reaksi (jam)	Viskositas 20°C (Mpa.S)	Specific Gravity 20°C	Konversi
1:06	6	9,00	0,872	62,2
	9	9,29	0,868	62,47
	12	9,33	0,868	63,76
1:09	6	8,73	0,865	64,79
	9	8,69	0,865	70,74
	12	8,85	0,864	71,95
1:12	6	8,21	0,864	74,05
	9	8,26	0,862	75,42
	12	8,39	0,862	76,73

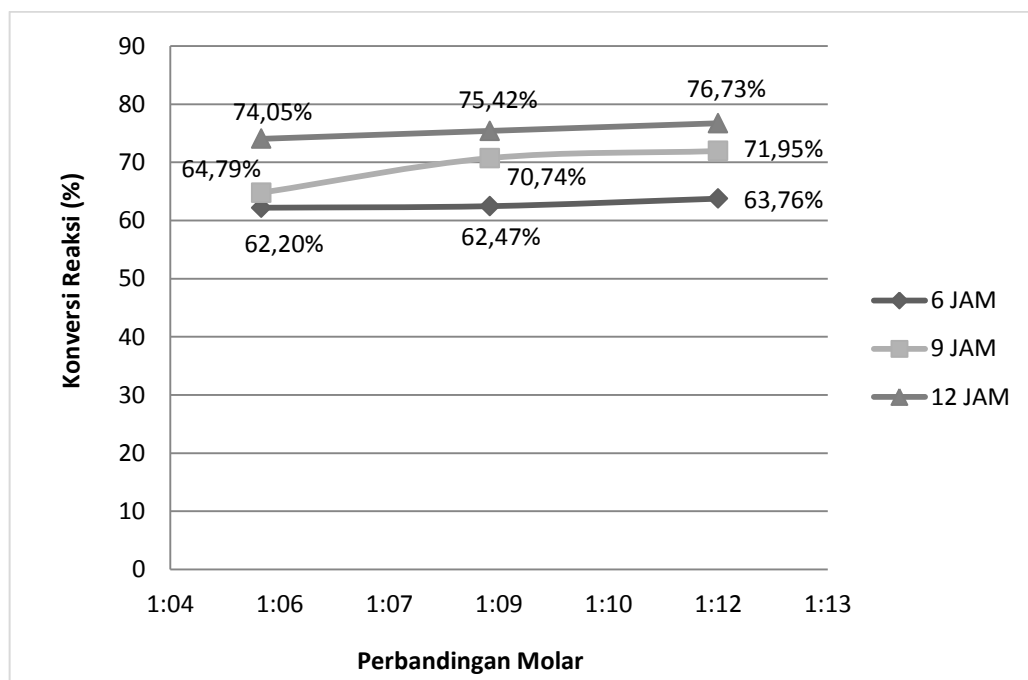
Sumber: Hasil Uji Lab.Kimia organik FT- UR, 2014

Pengaruh Perbandingan Molar Terhadap Reaksi Esterifikasi Butil Oleat

Perbandingan molar reaktan merupakan salah satu parameter penting yang dapat mempengaruhi konversi dari reaksi esterifikasi. Karena reaksi esterifikasi adalah reaksi reversibel, maka jika diberikan alkohol berlebih dapat mengarahkan kesetimbangan kearah pembentukan ester/produk. Untuk mencapai kesetimbangan reaksi yang lebih

cepat, maka penggunaan alkohol (butanol) berlebih merupakan salah satu solusinya¹².

Hasil dari penelitian ini, menunjukkan adanya pengaruh pemberian alkohol berlebih pada proses sintesis plastisizer menggunakan asam oleat. Dapat dilihat Gambar 3 pada perbandingan molar 1:6 memberikan hasil yang tertinggi dengan waktu reaksi 12 jam yaitu 74,05%.



Gambar 3. Pengaruh Perbandingan Molar Reaktan terhadap Reaksi Esterifikasi Butil Oleat

Untuk perbandingan molar 1:9 didapatkan hasil yang tertinggi sebesar 75,42% dengan waktu reaksi 12 jam. Sedangkan untuk perbandingan molar 1:12 dengan hasil konversi reaksi tertinggi yaitu 76,73% dengan waktu reaksi 12 jam. Dari penelitian yang dilakukan didapatkan bahwa perbandingan asam oleat dan butanol 1:12 dengan waktu reaksi 12 jam menghasilkan produk dengan konversi reaksi paling tinggi. Menurut Nasikin (2008)^[7], apabila reaksi telah tercapai kesetimbangan penambahan konsentrasi reaktan tidak akan berdampak pada hasil konversi reaksi.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian pengaruh waktu reaksi dan rasio molar pada sintesa plastisizer butil oleat dapat disimpulkan bahwa :

1. Pada penelitian didapat konversi tertinggi sebesar 76,73% diperoleh pada perbandingan asam oleat dengan butanol sebesar 1:12, waktu reaksi 12 jam, kecepatan pengadukan 200 rpm, komposisi katalis 15% dan temperatur 108-112°C.
2. Karakteristik plastisizer butil oleat yang dihasilkan yaitu dengan nilai *specific gravity* (20°C) 0,862 dan viskositas 8,39 mPa s.

DAFTAR PUSTAKA

1. Syahza, Almasdi. 2000. Potensi Pembangunan Industri Hilir Kelapa Sawit di Daerah Riau. Pekanbaru : P2TP2 Universitas Riau.
2. Haryono, A., 2006. Pengembangan Plastisizer Pengganti DOP dari Turunan Minyak Sawit. Bandung : Pusat Informasi dan Dokumentasi IPTEK LIPI LIPI.
3. Departemen Perindustrian Indonesia, 2007. *Gambaran Sekilas Industri Minyak Kelapa Sawit*. Jakarta.
4. Handayani, A.S., Marsudi, S., Nasikin, M dan Sudibandriyo, M. 2006. Reaksi Esterifikasi Asam Oleat dan Gliserol Menggunakan Katalis Asam. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. Edisi Oktober, pp 102-105.
5. Manurung, R. 2006. Transesterifikasi Minyak Nabati. *Jurnal Teknologi Proses*. Januari: 47-52. Medan.
6. Gunawan. 2012. Pengaruh Waktu Reaksi dan Perbandingan Molar pada Proses Pembuatan Isobutil Oleat dengan Katalis Zeolit Alam. Skripsi. Pekanbaru: Universitas Riau.
7. Nasikin. 2006. Perengkahan katalitik Fasa Cair Minyak Sawit Menjadi Biogasolin. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia*. Palembang 19-20 Juli. KKR 08-1.
8. Trisunaryanti, W., Triwahyuni, E., dan Sudiono, S. 2005. Preparasi Modifikasi dan Karakteristik Katalis Ni-MO/Zeolit dan MO-Ni/Zeolit Alam. *TEKNOIN*, Vol 10, No.4, pp 269-282.
9. Wypych, G. 2004. *Handbook of Plasticizer*. US : Chemtech Publishing, Inc.
10. Triwulandari, Evi dan Haryono. 2008. Sintesis Plastisizer Isobutil Oleat Sebagai Bahan Substitusi PVC. Serpong: *Jurnal Polimer LIPI*, edisi 2: 10 – 19.
11. 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*.
12. Wulandari, D., dan Septiana, O. 2010. Proses Pembuatan Biodiesel dari Dedak dan Methanol dengan Esterifikasi In Situ. Skripsi, Semarang : Universitas Diponegoro.