

PENGARUH TEMPERATUR DAN WAKTU PADA PEMBUATAN PLASTISIZER DENGAN REAKSI EPOKSIDASI MINYAK LIMBAH IKAN PATIN

Nessa Selvianny, Dian Fajrin, Elda Melwita*

*Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Sriwijaya
Jl. Raya Inderalaya – Prabumulih KM. 32 Inderalaya 30662
Email : e_melwita@yahoo.com

Abstrak

Plastisizer merupakan senyawa adiktif yang ditambahkan kepada polimer untuk menambah kelenturan dan kelunakan. Selama ini, plastisizer yang digunakan umumnya berasal dari minyak bumi, namun plastisizer juga dapat dibuat dari minyak hewani seperti minyak limbah ikan patin. Limbah dari lemak ikan patin dapat digunakan sebagai bahan baku dengan harga produksi rendah dan ketersediaan yang melimpah di pasar ikan. Penelitian ini bertujuan untuk membuat plastisizer yang ramah lingkungan dan mengetahui perbandingan temperatur dan waktu pada pembuatan plastisizer dengan reaksi epoksidasi menggunakan minyak limbah ikan patin. Parameter yang diamati terdiri dari bilangan oksiran, densitas, dan viskositas. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi yang optimal dalam pembuatan plastisizer diperoleh pada suhu 60°C selama 4 jam. Karakteristik plastisizer yang dihasilkan telah memenuhi standar plastisizer komersial dengan bilangan oksiran 4,06%, nilai viskositas 22,7 mPa s, dan specific gravity 0,92807 gr/cm³. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa penggunaan minyak limbah ikan patin sangat sesuai sebagai bahan baku dengan harga rendah untuk produksi plastisizer.

Kata kunci : plastisizer, epoksidasi, minyak, ikan patin

Abstract

Plasticizer is an additive compound that is added to the polymer for increasing the flexibility and softness. Currently, plasticizer is used generally from petroleum, but plasticizer can also be made from animals oils such as waste catfish oil. Waste catfish fat can be used as a raw material with low cost production and the availability is huge in the fish market. This study aims to make an environmentally friendly plasticizer and to know the ratio of temperature and time on the making of plasticizer with epoxidation reaction using waste catfish oil. The parameters observed consist of oxirane number, density and viscosity. The results showed that the optimal conditions in the making of plasticizer was obtained at 60°C for 4 hours. Characteristics of plasticizers produced in this study meet the standards of commercial plasticizers with 4,06% oxirane numbers, 22,7 mPa s viscosity and specific gravity is 0,92807 gr/cm³. The results of this study showed that use of waste catfish oil is very suitable as low cost feedstock for plasticizer production.

Keywords : plasticizer, epoxidation, oil, catfish

1. PENDAHULUAN

Plastisizer merupakan bahan tambahan atau sering disebut zat aditif yang digunakan dalam pembuatan plastik dan ditambahkan ke dalam bahan polimer untuk meningkatkan kelunakan, kelenturan, dan pemanjangan polimer. Plastisizer pada umumnya diproduksi menggunakan bahan baku turunan minyak bumi dan turunan ester. *Diocetyl phthalate* merupakan plastisizer turunan ester yang sering ditambahkan pada *polyvinyl chloride* (PVC),

akan tetapi dapat mengakibatkan timbulnya sel kanker dari migrasi senyawa aromatik dalam jumlah besar. Plastisizer komersil yang digunakan di dunia pada tahun 2010 mencapai 6 juta ton pertahun. Kebutuhan akan pemakaian plastisizer diperkirakan akan mengalami peningkatan rata-rata 3% setiap tahunnya (Haryono, 2005).

Indonesia memiliki hasil laut yang melimpah khususnya ikan patin. Selama ini bagian dari ikan patin yang sering dikonsumsi oleh manusia pada umumnya adalah bagian

daging. Beberapa bagian yang tidak dimanfaatkan seperti jeroan (isi perut) mencapai 67% dari banyaknya ikan patin yang diolah. Untuk mengurangi banyaknya limbah yang dapat mencemari lingkungan, maka bagian jeroan ikan patin yang banyak mengandung lemak ikan dimanfaatkan sebagai sumber minyak bahan baku alternatif pembuatan zat pemlastis (plastisizer).

Tujuan dari penelitian ini yaitu membuat plastisizer (senyawa epoksi) dari minyak limbah ikan patin, uji karakteristik plastisizer dari minyak limbah ikan patin dan mempelajari pengaruh temperatur dan waktu dalam reaksi epoksidasi terhadap plastisizer yang dihasilkan.

2. METODE PENELITIAN

Penelitian ini terbagi dalam tiga tahap yaitu ekstraksi minyak limbah ikan patin, pembuatan plastisizer (senyawa epoksi) dan analisis bahan baku dan produk.

Ekstraksi Minyak Limbah Ikan Patin

Sampel berupa limbah ikan patin diambil jeroan (isi perut), lalu dilakukan pencucian hingga bersih dengan menggunakan air. Limbah ikan yang telah bersih dihaluskan dengan menggunakan blender. Untuk mendapatkan minyak ikan patin, limbah ikan patin sebanyak 75 gram dipanaskan dengan 100 ml pelarut etil asetat pada suhu 70°C selama 1 jam. Larutan minyak tersebut dievaporasi dengan menggunakan *rotary evaporator* untuk memisahkan minyak ikan patin yang sudah terekstrak dari pelarut etil asetat, sehingga didapatkan minyak ikan patin.

Pembuatan Plastisizer (senyawa epoksi)

Reaksi epoksidasi dilakukan dengan memasukkan minyak limbah ikan patin sebanyak 50 gram ke dalam labu leher tiga 500 ml yang dilengkapi termometer dan kondensor. Sejumlah 8,26 ml hidrogen peroksida 30% ditambahkan asam asetat glasial 4,47 ml dan asam sulfat 96% sebanyak 2% berat minyak sawit ke dalam campuran dan dikocok. Menambahkan larutan asam perasetat ke dalam labu leher tiga yang berisi minyak. Memanaskan, mengaduk dan menjaga suhu campuran sesuai dengan variabel suhu operasi dengan *hot plate* selama variabel waktu operasi. Campuran dipanaskan dengan variasi suhu 40°C, 50°C, 60°C dan 70°C selama waktu bervariasi yakni 2 jam, 3 jam, 4 jam, dan 5 jam.

Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan kemudian dicampurkan dengan larutan NaHCO₃ jenuh didalam corong pemisah

untuk mengurangi sisa asam hasil reaksi. Selanjutnya dilakukan proses pencucian menggunakan aquadest sebanyak 100–200 ml. Proses netralisasi (penambahan larutan NaHCO₃ jenuh) dan pencucian dengan aquadest dilakukan hingga pH campuran hasil reaksi mencapai netral.

Analisa Bahan Baku dan Produk

a) Penentuan Bilangan Oksiran (ASTM D1652)

Sampel sebanyak 0.3 – 0.5 gram (± 0.0001 gram) ditimbang, lalu dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 50 mL, kemudian dilarutkan dalam 10 ml asam asetat glasial. Setelah itu ditambahkan indikator kristal ungu sebanyak 5 tetes (maksimum 0.1 ml), lalu dititrasi dengan larutan HBr 0.1 N sampai berwarna hijau kebiruan selama 30 detik.

b) Penentuan Densitas (SNI-06-4085-1996)

Siapkan piknometer, pipet tetes, dan neraca analitik. Tuangkan beberapa sampel ke dalam beker gelas. Timbang berat kosong dari piknometer dengan menggunakan neraca analitik, catat hasil pengamatannya. Isi piknometer kosong dengan sampel hingga penuh, kemudian timbang kembali dan catat hasil pengamatannya.

c) Penentuan Viskositas (ASTM 445)

Siapkan viskometer dan sampel. Siapkan *beaker glass* 500 ml, isi dengan air lalu panaskan di atas *hot plate* hingga suhu pengukuran viskositas yang diinginkan (pada kondisi ini, suhu pemanasan air mencapai 40°C). Isi viskometer dengan sampel memenuhi bulatan bola pada viskometer. Celup viskometer kedalam *beaker glass* berisi air yang sedang dipanaskan. Hisap sampel menggunakan bola hisap hingga melebihi garis batas 1. Catat waktu alir sampel ketika melewati garis 1 hingga garis 2 dengan *stopwatch*.

d) Penentuan Bilangan Asam (AOAC 1995)

Buat larutan indikator PP 1% dengan mengencerkan 0.025 gram kristal PP dengan alkohol 95% sebanyak 50 ml. Buat alkohol netral dengan mentitrasi etanol 95% menggunakan NaOH 0.1 N hingga pH mencapai 7. Masukkan kurang lebih 5 gram sampel minyak yang akan diuji ke dalam erlenmeyer 250 mL. Tambahkan 50 mL alkohol netral 95% dan panaskan campuran larutan sambil dikocok selama 10 menit untuk melarutkan asam lemak bebasnya. Dinginkan sampel yang telah dipanaskan, kemudian tambahkan 5 tetes

indikator PP 1%. Sampel kemudian dititrasi dengan larutan NaOH 0.1 N, hingga larutan berubah warna menjadi merah jambu yang tidak hilang dalam setengah menit. Catat volume NaOH yang digunakan untuk menetralkan asam lemak bebas dalam minyak.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Minyak Limbah Ikan Patin

Minyak limbah ikan patin didapat dengan proses ekstraksi limbah ikan patin yang berupa jeroan (isi perut). Hasil analisis kandungan minyak ikan patin dapat terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Analisis Minyak Limbah Ikan Patin

Karakterisasi	Nilai
Densitas, gr/cm ³	0,93114
Viskositas, poise	0,262
Bilangan oksiran, wt%	0,416

Bilangan asam	0,992
---------------	-------

Karakteristik Plastisizer (Senyawa Epoksi)

Karakteristik plastisizer epoksi secara komersil harus memenuhi standar seperti pada Tabel 2. Pada penelitian ini dihasilkan karakteristik plastisizer seperti pada Tabel 3, menunjukkan bahwa 16 sampel yang diuji viskositas, *specific gravity* dan bilangan oksiran memenuhi sebagian dari standar plastisizer komersial.

Tabel 2. Karakteristik Plastisizer Epoksi

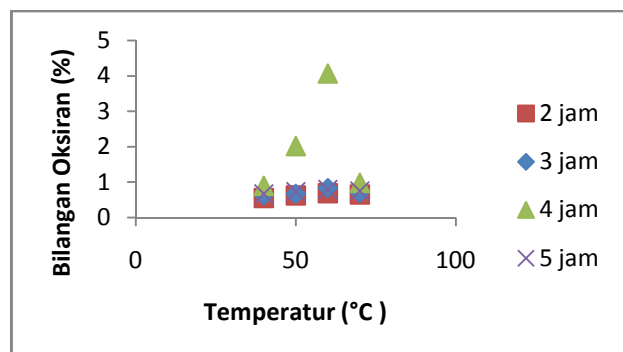
Karakteristik Plastisizer	Nilai
Titik beku, °C	0 – (-22)
Titik didih, °C	260
Viskositas 20°C, poise	0,2 – 8,8
Specific gravity, 20°C	0,927 – 1,04
Bilangan oksiran, wt%	3,5 – 9

Tabel 3. Karakteristik Plastisizer yang Dihasilkan

Variabel	Viskositas (poise)	Specific Gravity (gr/cm ³)	Bilangan Oksiran (%)
2 jam	40°C	0,264	0,554
	50°C	0,281	0,624
	60°C	0,238	0,692
	70°C	0,249	0,656
3 jam	40°C	0,216	0,635
	50°C	0,216	0,671
	60°C	0,228	0,832
	70°C	0,223	0,703
4 jam	40°C	0,219	0,896
	50°C	0,219	2,016
	60°C	0,227	4,060
	70°C	0,224	0,980
5 jam	40°C	0,293	0,672
	50°C	0,329	0,736
	60°C	0,344	0,796
	70°C	0,275	0,754

Pengaruh Temperatur Reaksi terhadap Bilangan Oksiran Senyawa Epoksi

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, pengaruh temperatur reaksi terhadap bilangan oksiran dari senyawa epoksi yang dihasilkan tersaji dalam bentuk grafik dengan hasil sebagai berikut.



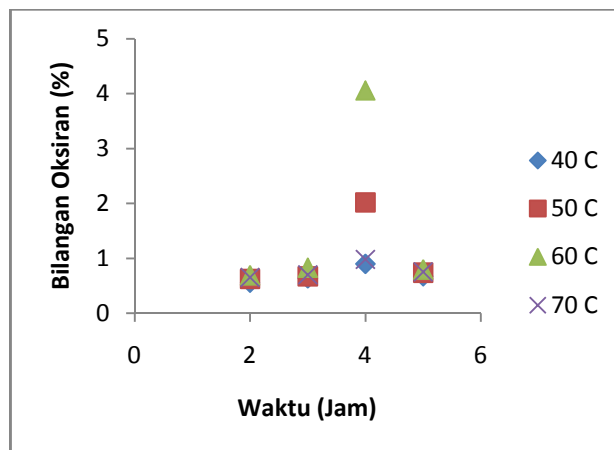
Gambar 1. Pengaruh Temperatur Reaksi terhadap Bilangan Oksiran

Pada gambar 1 terlihat bahwa kenaikan temperatur mempengaruhi nilai oksiran senyawa epoksi yang dihasilkan. Dapat dilihat pada waktu reaksi 2 jam, nilai oksiran senyawa epoksi temperatur 40°C meningkat dari 0,554 menjadi 0,624 pada temperatur 50°C. Kenaikan bilangan oksiran ini diikuti pada temperatur 60°C dan 70°C yaitu masing-masing sebesar 0,692 dan 0,656. Pada waktu 3, 4 dan 5 jam, bilangan oksiran senyawa epoksi pada suhu 40°C, 50°C, 60°C, dan 70°C juga mengalami peningkatan. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur reaksi, nilai oksiran yang dihasilkan semakin besar. Meningkatnya bilangan oksiran ini disebabkan oleh semakin banyaknya molekul-molekul yang bergerak akibat kenaikan temperatur. Pergerakan molekul-molekul ini menyebabkan kontak antara zat-zat pereaksi yang dalam hal ini kontak antara minyak ikan patin, hidrogen peroksida, asam asetat dan asam sulfat semakin besar sehingga menghasilkan senyawa epoksi yang lebih banyak.

Reaksi epoksidasi minyak limbah ikan patin berjalan optimal pada temperatur 60°C selang waktu 4 jam dengan bilangan oksiran sebesar 4,060. Namun pada temperatur 70°C terjadi penurunan bilangan oksiran pada masing-masing variabel waktu. Hal ini disebabkan oleh reaksi epoksidasi yang berjalan tidak sempurna. Pada suhu 65-100°C asam sulfat yang digunakan sebagai katalis memiliki kemampuan untuk mendegradasi gugus oksiran melalui reaksi samping hidrosilasi dan pembentukan senyawa keton. Degradasi gugus oksiran oleh asam sulfat menyebabkan reaksi epoksidasi berjalan tidak optimal yang ditandai dengan menurunnya bilangan oksiran.

Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Bilangan Oksiran Senyawa Epoksi

Prinsip Le Chatelier menyatakan bahwa pergeseran kesetimbangan suatu reaksi reversibel dipengaruhi oleh temperatur, perbedaan konsentrasi reaktan, volume reaktan, dan tekanan, sedangkan lama waktu reaksi tidak mempengaruhi pergeseran kesetimbangan reaksi. Waktu reaksi digunakan untuk mengetahui waktu tercapainya kesetimbangan reaksi. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, pengaruh waktu reaksi terhadap bilangan oksiran dari senyawa epoksi diperoleh hasil sebagai berikut.



Gambar 2. Pengaruh Waktu Reaksi terhadap Bilangan Oksiran

Dari gambar 2 dapat dilihat bahwa bilangan oksiran senyawa epoksi mengalami peningkatan bersamaan dengan semakin lamanya waktu reaksi. Pada waktu 2 jam temperatur 40°C nilai oksiran meningkat dari 0,554 menjadi 0,635 pada waktu 3 jam, begitu juga pada waktu 4 jam yakni menjadi 0,896. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu reaksi maka kontak antara molekul-molekul senyawa yang bereaksi semakin banyak. Hal ini menyebabkan semakin banyak ikatan rangkap pada minyak (dalam hal ini digunakan minyak limbah ikan patin) yang dioksidasi oleh asam perasetat, menunjukkan konversi produk senyawa epoksi yang dihasilkan juga semakin meningkat yang ditandai dengan meningkatnya bilangan oksiran.

Pada masing-masing suhu, terjadi penurunan angka oksiran pada selang waktu 4-5 jam. Penurunan angka oksiran ini menandakan bahwa reaksi epoksidasi tidak berjalan optimal. Reaksi pembentukan asam perasetat merupakan reaksi reversibel, sehingga apabila reaksi kesetimbangan telah tercapai, bertambahnya waktu tidak akan memperbesar konversi asam asetat menjadi perasetat, asam perasetat yang telah terbentuk akan terdekomposisi kembali menjadi asam asetat. Hal ini mengakibatkan oksidasi ikatan rangkap pada minyak limbah ikan patin oleh asam perasetat tidak berjalan optimal.

4. KESIMPULAN

1. Plastisizer dapat dibuat menggunakan bahan baku alternatif dari minyak limbah ikan patin dengan reaksi epoksidasi.
2. Karakteristik plastisizer yang dihasilkan dari minyak limbah ikan patin memenuhi standar plastisizer komersial.
3. Semakin tinggi temperatur dan semakin lama waktu dalam reaksi epoksidasi, maka bilangan oksiran senyawa epoksi yang dihasilkan akan semakin besar.

4. Senyawa epoksi yang terbentuk menandakan kenaikan nilai bilangan oksiran yang menunjukkan bahwa senyawa epoksi yang dihasilkan juga akan semakin besar.
5. Bilangan oksiran optimum dicapai pada temperatur 60°C dalam waktu 4 jam dengan nilai 4,06 % yang memenuhi standar plastisizer epoksi komersial.

DAFTAR PUSTAKA

- Ackman, R.G. 1982. *Fatty Acid Composition in Fish Oil*. London: Academic Press
- Allundaru, Revina dan Tanty Wisley Sitio. 2010. *Studi Kinetika Reaksi Epoksidasi Minyak Sawit*. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, Vol. 2, No. 2: 216-219
- Astawan, M. 1998. *Teknik Ekstraksi dan Pemanfaatan Minyak Ikan Untuk Kesehatan*. *Jurnal Ulasan Ilmiah (Buletin Teknologi dan Industri Pangan)*, Vol. 9 (1): 44-46
- Carlson, R.D. 1985. *Chemical Epoxidation of Natural Unsaturated Epoxy Seed Oil From Verononia*. *JAOCS* 62 (5): 924-939
- Deliana, Risky dan Nirwana. 2013. *Transesterifikasi Minyak Limbah Ikan Patin Menggunakan Isobutanol dengan Variasi Jumlah Katalis dan Waktu Reaksi*. *Jurnal Teknobiologi*, Vol IV No.2: 131-136
- Escrig, Pilar De Frutos, and Martin, Jose Miguel Campos, (2000), *Process for Epoxidation of Olefinic Compound with Hydrogen Peroxide*, U.S. Patent No. 6,160,138
- Gall, R.J. 1995. *Epoxy Compound From Unsaturated Fatty Acid Ester*. *Industrial and Engineering Chemistry* 47 (1): 147-148
- Gan, L.H., Goh, S.H., and Ooi, K.S., (1995), *Effects of Epoxidation on the Thermal Oxidative Stabilities of Fatty Acid Esters Derived from Palm Olein*, *JAOCS*, vol. 72, pp. 439 – 442
- Garnaik, B. Swaminathan Sivaram. 1996. *A Study of Polimer Plastisizer Interaction by ¹³C CP/MAS NMR Spectroscopy*, *Macromoleculs*.29
- Harper, Ca. 1999. *Modern Plastic Handbook*. McGraw-Hill
- Haryono, A, 2005, *Pengembangan Plastisizer Pengganti DOP dari Turunan Minyak Sawit*, Laporan Akhir Kumulatif Program Penelitian dan Pengembangan IPTEK, LIPI, Bandung
- Hastarini, Ema, dkk. 2012. *Karakteristik Minyak Ikan Dari Limbah Pengolahan Filet Ikan Patin Siam (Pangasius hypophthalmus) Dan Patin Jambal (Pangasius djambal)*. *Agritech*, Vol. 32, No. 4, November 2012
- Kirk-Othmer, *Encyclopedia of Chemical Technology*, vol.9, pp.251-255
- Maloney, James O. 2008. *Perry's Chemical Engineers' Handbook 8th Edition*. The McGraw-Hill Companies, Inc.: Unites States of America
- Meier, L. Muller, H. 1990. *Plastic Additives Handbook 3rd ed*. Hanser Publisher: Munich German
- Nirwana. 2013. *Karakterisasi Fatty Acid Alkyl Ester dari Minyak Limbah Ikan Patin dengan Isooktanol*. *Jurnal Teknobiologi*, Vol. IV, No.2: 83-89
- Nugrahani, Ratri Ariatmi. 2009. *Parameter Kinetika dan Termodinamika Proses Epoksidasi Minyak Jarak Pagar (Jatropha Curcas L.) menggunakan Hidrogen Peroksida*. ISBN 978 – 979 – 98300 – 1 – 2
- Pena, J R. M. Hidalgo and C Mijahgos. 2000. *Plastification of Poly (Vinyl Chloride) by Polymer Blending*. *J. Appl. Polym Sct.* 75, 1303-1321
- Pine, Hendrickson, Cram, Hammond. 1988. *Kimia Organik 2 Terbitan Keempat*. Terjemahan oleh Roehyati Joedodibroto. Bandung: Penerbit ITB
- Sanjaya, I Gede dan Puspita, Tyas. 2011. *Pengaruh Penambahan Khitosan dan Plasticizer Gliserol pada Karakteristik Plastik Biodegradable dari Pati Kulit Singkong*. *Laboratorium Pengolahan Industri Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri ITS*
- Sinaga, Mersi Suriani, 2007. *Pengaruh Katalis H₂SO₄ pada Reaksi Epoksidasi Metil Ester PFAD (Palm Fatty Acid Distillate)*. *Jurnal Teknologi Proses*, 6 (1) Januari 2007: 70 – 74 ISSN 1412-7814
- Swern D., et al. 1945. *Fractionation of Tallow Fatty Acid, Preparation of Purified Oleic Acid and inedible Olive Oil Substitute, Oil and Soap*. CRC Press: USA
- Winarno, F.G. 1992. *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama
- Wypych, G. 2004. *Handbook of Plasticizer*. US :Chemtech Publishing, Inc.