



PRODUKSI TRIACETIN DENGAN PROSES ESTERIFIKASI GLISEROL DAN ASAM ASETAT MENGUNAKAN KATALIS ASAM SULFAT

Ika Windrianto K . H, Hantoro Satriadi ^{*)}

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058

Abstrak

Biodiesel merupakan salah satu energi alternatif yang diharapkan dapat menggantikan bahan bakar diesel. Gliserol merupakan produk dengan produksi biodiesel dari reaksi transesterifikasi. Gliserol saat diesterifikasi dengan asam asetat untuk membentuk triacetin. Kegunaan triacetin sangat baik untuk makanan dan non makanan. Untuk bahan makanan, triacetin dapat digunakan sebagai bahan aroma dalam permen, minuman dari susu, minuman ringan dan permen karet. Adapun non-makanan dapat digunakan untuk pelarut pada parfum, tinta cetak, pelarut dalam rasa, plasticizer untuk resin selulosa, polimer dan co-polimer, bahkan dapat digunakan sebagai bahan aditif bahan bakar untuk mengurangi knocking di mesin mobil. Dalam penelitian ini akan diperoleh kondisi optimum pembuatan triacetin. Volume total gliserol dan asam asetat 600 ml, kecepatan pengadukan 100 rpm dan berat katalis adalah 5% berat gliserol. Dalam penelitian ini proses analisis kualitatif dengan menggunakan instrumen FTIR telah mendeteksi adanya produk triacetin. Selain itu analisis kuantitatif yang diperoleh dalam kondisi optimum menghasilkan rasio mol reagen gliserol dan asam asetat 1:7 dengan temperatur 120⁰C pada menit ke-5 dengan nilai konversi sebesar 67,6323%.

Kata kunci: Gliserol, Asam Asetat, Esterifikasi, Triacetin, Konversi

Abstract

Biodiesel is one alternative energy that is expected to replace diesel fuel. Glycerol is a by product of biodiesel production from transesterification reaction. Glycerol when esterified with acetic acid to form triacetin. Triacetin usability very much both for food and non food. For groceries, triacetin can be used as a fragrance ingredient in candy, beverages from milk, soft drinks and chewing gum. As for the non-food materials can be used for solvent triacetin on perfumes, printing ink, solvent in flavor, plasticizer for cellulose resin, polymer and co-polymers, it can even be used as fuel additives to reduce knocking in car engines. In this study will be obtained under optimum conditions of manufacture of triacetin. Glycerol and total volume of 600 ml acetic acid, stirring speed of 100 rpm and the catalyst was 5 wt% glycerol. In this study the process of qualitative analysis using FTIR instrument has detected the existence of triacetin product. Besides the quantitative analysis obtained under optimum conditions resulted in mole ratio of reagents 1:7 glycerol and acetic acid to a temperature of 120⁰C at 5 minutes with the conversion rate of 67.6323 %.

Keywords: Glycerol, Acetic Acid, Esterification, Triacetin, Conversion

1. Pendahuluan

Biodiesel merupakan salah satu energi alternatif yang diharapkan dapat mengganti bahan bakar solar. Biodiesel adalah bahan bakar yang terdiri dari campuran mono-alkyl ester dari rantai panjang asam lemak, dan terbuat dari sumber yang terbarui seperti minyak nabati atau lemak hewan. Proses produksi biodiesel ada dua yaitu proses esterifikasi dan proses transesterifikasi. Esterifikasi adalah proses yang mereaksikan asam lemak bebas (FFA) dengan alkohol yang menghasilkan metil ester asam lemak (FAME) dan air sedangkan transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol (methanol/etanol) yang menghasilkan metil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters / FAME*) atau biodiesel dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping.

^{*)} Penulis Penanggung Jawab

Gliserol adalah produk samping produksi biodisel dari reaksi transesterifikasi. Gliserol (1,2,3 propanetriol) merupakan sesuatu yang tidak berwarna, tidak berbau dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis (Pagliaro dan Rossi., 2008). Gliserol bila diesterifikasi dengan asam asetat akan membentuk *triacetin*. Kegunaan *triacetin* sangat banyak baik untuk keperluan bahan makanan maupun non makanan. Untuk bahan makanan, *triacetin* dapat digunakan sebagai bahan aroma pada permen (gula-gula), minuman dari susu, minuman ringan dan permen karet. Sedangkan untuk bahan non makanan *triacetin* dapat digunakan untuk pelarut pada parfum, tinta cetak, pelarut pada aroma, plastisizer untuk resin selulosa, polimer dan ko-polimer, bahkan dapat digunakan sebagai bahan aditif bahan bakar untuk mengurangi knocking pada mesin mobil (Nuryoto dkk., 2010).

Triacetin dapat diproduksi dari reaksi gliserol dan asam asetat menggunakan katalisator. Pembuatan *triacetin* dengan mereaksikan gliserol dan asam asetat telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya. Leonardo dkk, (2010) mempelajari reaksi gliserol dengan asam asetat pada suhu 120⁰C selama 120 menit dengan memvariasikan katalis, perbandingan molar asam asetat dan gliserol 4:1 dengan berat katalis 2 mmol dengan asam asetat menggunakan katalis berupa zeolit beta, diperoleh konversi sebesar 94 % dengan selektivitas 4 %, dengan katalis berupa K-10 diperoleh konversi sebesar 100 % dengan selektivitas 6 %, dengan katalis berupa niobium phosphate diperoleh konversi sebesar 100 % dengan selektivitas 7 %, dengan katalis berupa amberlyst-15 diperoleh konversi sebesar 100 % dengan selektivitas 24 %. Balaraju dkk, (2010) telah melakukan esterifikasi gliserol dan asam asetat menggunakan katalis tungstophosphoric acid (TPA) dan niobic acid (Nb₂O₅), konversi tertinggi diperoleh pada katalis 25 % TPA/ Nb₂O₅ dengan berat 200 mg, temperatur 120⁰C selama 4 jam dengan perbandingan mol gliserol dan asam asetat 1:5 diperoleh konversi sebesar 98 % dengan selektivitas 98 %. Xiaoyuan dkk, (2010) mereaksikan gliserol dan asam asetat dengan perbandingan mol 1:6 selama 4 jam pada temperatur 115⁰C menggunakan katalis amberlyst-35 sebesar 0,5 gram diperoleh konversi sebesar 100 % dengan selektivitas 25 %. Padigapati dkk, (2010) telah melakukan esterifikasi antara gliserol dan asam asetat dengan perbandingan molar pereaksi 1:6 selama 3 jam pada temperatur 393 K serta memvariasikan katalis dengan jumlah 5 % berat gliserol diperoleh konversi pada katalis ZrO₂ sebesar 86 %, TiO₂-ZrO₂ sebesar 93 %, WO_x/TiO₂-ZrO₂ sebesar 100 % dan MoO_x/TiO₂-ZrO₂ sebesar 100 %. Ferreira dkk, (2009) mereaksikan 2 gram gliserol dengan 20 ml asam asetat menggunakan katalis 0,2 gram dodecamolybdophosphoric-NaUSY selama 3 jam pada temperatur 120⁰C diperoleh konversi sebesar 68 % dengan selektivitas 2 %. Ferreira dkk, (2011) mereaksikan gliserol dengan asam asetat dengan perbandingan molar 1:16 selama 3 jam pada temperatur 120⁰C menggunakan katalis 0,2 gram dodecatungstophosphoric acid diperoleh konversi sebesar 86 % dengan selektivitas 11 %. Jagadeeswaraiiah dkk, (2010) telah mereaksikan gliserol dengan asam asetat dengan perbandingan molar 1:5 selama 4 jam pada temperatur 120⁰C berat katalis 0,2 gram TPA/Cs₂-ZrO₂ diperoleh konversi sebesar 93 % selektivitas 17 %.

Katalis yang digunakan oleh peneliti - peneliti sebelumnya belum pernah ada yang menggunakan katalis asam sulfat. Sedangkan asam sulfat bersifat sebagai katalis juga dapat menyerap air sehingga dapat digunakan sebagai katalis untuk produksi *triacetin*. Dengan kelebihan sifat higroskopis, diharapkan air yang dilepaskan dapat diserap sehingga reaksi dapat berjalan ke arah produk, dengan demikian konversi akan meningkat.

2. Bahan dan Metode Penelitian

Material:

Bahan yang digunakan adalah gliserol, asam asetat, asam sulfat, NaOH dan aquadest. Sebagai pendekatan dipakai gliserol teknis dengan kadar 90 % dengan densitas sebesar 1,25 gr/ml. Asam asetat dan asam sulfat yang digunakan adalah pa dengan kadar 99 %. NaOH yang digunakan adalah pa dengan kadar 99 %.

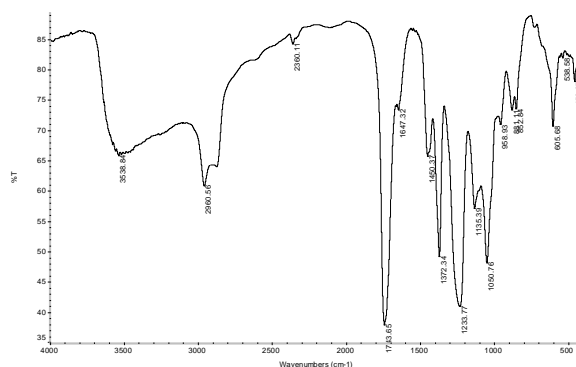
Esterifikasi Gliserol:

Penelitian dilakukan dengan cara memanaskan gliserol dan asam asetat ditempat yang terpisah. Setelah mencapai temperatur yang diinginkan kemudian memasukkannya ke dalam labu leher tiga beserta asam sulfat, dan mengatur temperatur sesuai dengan yang diinginkan. Setelah menit ke-5 mengambil sampel kemudian memasukkannya ke dalam lemari pendingin, demikian seterusnya hingga menit ke-60. Proses analisa dengan cara analisa kualitatif dan kuantitatif. Analisa kualitatif menggunakan alat FTIR untuk membuktikan adanya *triacetin*. Sedangkan analisa kuantitatif menggunakan metode titrasi acidi alkali dengan NaOH 0,5 N sebagai penitran untuk mencari nilai konversi gliserol.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Analisa Kualitatif dengan Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisa ini dimaksudkan untuk mengetahui ada tidaknya kandungan *triacetin* yang terdapat di dalam sampel. Hasil analisa FTIR dapat dilihat pada Gambar 1 dan 2 berikut.



Gambar 1. Spektra IR Sampel

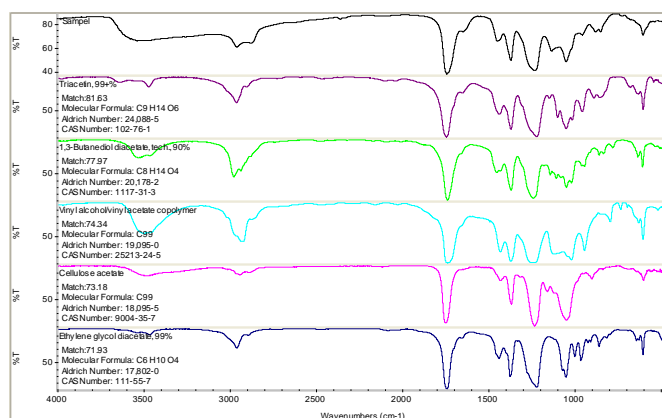
Dari Gambar 1 dapat diperoleh grup gugus fungsi dari beberapa senyawa diantaranya adalah seperti terlihat pada Tabel 1 berikut.

Tabel 1. Panjang Gelombang Hasil Spektra IR Sampel

Wavenumber (cm ⁻¹)	Group
538,58	C-Br
605,68	C-Cl
852,84	C-C
881,1	C-C
958,93	C-C
1050,76	C-F
1135,39	C-F
1233,77	C-F
1372,34	CH ₃ -, -CH ₂ -
1450,37	CH ₃ -, -CH ₂ -
1647,32	C=C
1743,65	C=O (ester)
2960,56	C-H (aliphatic)
3538,84	O-H (phenolic, hydrogen bonding)

(Vogel, 1989)

Triacetin memiliki gugus fungsi CH₃COOCH₂CH(CH₃COO)CH₂(CH₃COO) yang tergolong dalam grup ester dengan panjang gelombang 1700 – 1750 cm⁻¹ (Vogel, 1989). Dari Tabel 1 di atas dapat dilihat bahwa hasil Spektra IR Sampel terdapat panjang gelombang 1743,65 cm⁻¹ yang tergolong dalam grup ester. Hal ini membuktikan bahwa di dalam sampel terdapat *triacetin*.

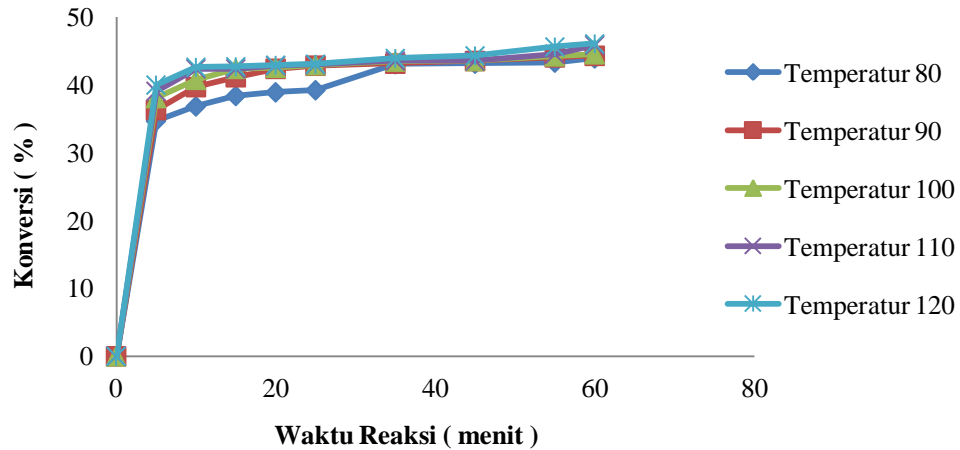


Gambar 2. Kemiripan Library

Dari Gambar 2 di atas dapat dilihat bahwa dari kemiripan library beberapa senyawa diperoleh bahwa Spektra IR Sampel memiliki kemiripan tertinggi dengan *triacetin* sebesar 81 %. Hal ini membuktikan bahwa di dalam sampel terdapat *triacetin*.

3.2. Analisa Kuantitatif

Dari hasil penelitian pada perbandingan mol pereaksi gliserol dengan asam asetat 1:3 dengan temperatur 80, 90, 100, 110 dan 120^oC dihasilkan nilai konversi seperti terlihat pada Gambar 3 berikut.



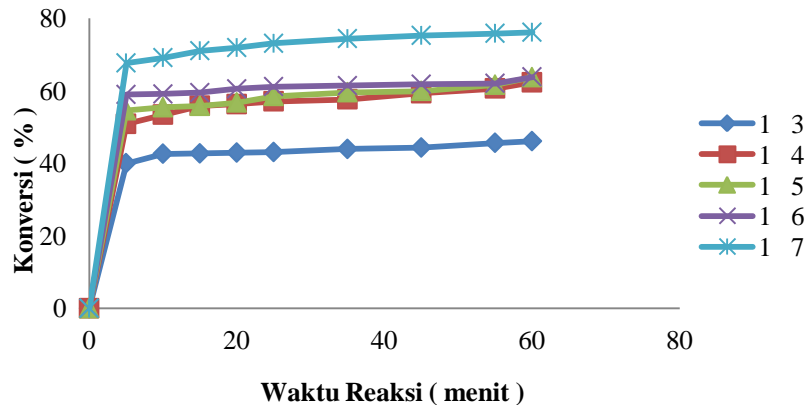
Gambar 3 Grafik Hubungan Antara Temperatur Reaksi dan Konversi pada perbandingan mol Pereaksi 1:3

Dari Gambar 3 di atas dapat diketahui bahwa nilai konversi pada temperatur 80°C hingga temperatur 120°C mengalami kenaikan. Hal ini terjadi karena dengan semakin tinggi temperatur reaksi, kecepatan reaksi juga semakin meningkat. Hal ini sesuai dengan persamaan Arrhenius 1 berikut:

$$k = A.e^{-E/RT} \quad (1)$$

Jika nilai temperatur reaksi semakin tinggi, maka kecepatan reaksi akan bertambah besar sehingga konversi yang diperoleh semakin besar pula. Dari Gambar 3 di atas dapat juga diketahui bahwa nilai konversi pada menit ke-0 hingga menit ke-60 mengalami kenaikan. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu reaksi maka konversi semakin besar akibat kesempatan pereaksi untuk saling bertumbukan semakin besar (Levenspiel, 1999).

Dari hasil penelitian pada temperatur 120°C dengan perbandingan mol pereaksi gliserol dengan asam asetat 1:3; 1:4; 1:5; 1:6; dan 1:7 dihasilkan nilai konversi seperti terlihat pada Gambar 4 berikut.



Gambar 4 Grafik Hubungan Antara Perbandingan mol Pereaksi dan Konversi

Dari Gambar 4 di atas dapat diketahui bahwa nilai konversi pada perbandingan mol gliserol dan asam asetat 1:3 hingga 1:7 mengalami kenaikan. Hal ini disebabkan karena esterifikasi merupakan reaksi dapat balik, sehingga jika salah satu reaktan dibuat berlebih, maka reaksi akan bergeser ke arah kanan dan bertumbuhnya antar molekul semakin besar yang mengakibatkan konversi semakin besar pula (McKetta, 1977). Dari Gambar 4 di atas dapat juga diketahui bahwa kondisi optimum dihasilkan pada perbandingan mol pereaksi gliserol terhadap asam asetat 1:7 temperatur 120°C menit ke-5 dengan nilai konversi sebesar 67,6323 % .

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan diperoleh konversi yang tinggi. Hal ini dapat dibandingkan dengan hasil penelitian terdahulu seperti yang terlihat pada Tabel 2 berikut.

Tabel 2 Hasil penelitian pembuatan triacetin

Peneliti	Konversi	Selektifitas
Leonardo dkk, (2010)	100 %	24 %
Balaraju dkk, (2010)	98 %	98 %
Xiaoyuan dkk, (2010)	100 %	25 %
Padigapati dkk, (2010)	100 %	-
Ferreira dkk, (2009)	68 %	2 %
Ferreira dkk, (2011)	86 %	11 %
Jagadeeswarai dkk, (2010)	93 %	17 %

4. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan bahwa dengan mereaksikan gliserol dan asam asetat menggunakan katalis asam sulfat 5 % berat gliserol selama 1 jam diperoleh kondisi optimum pada perbandingan mol pereaksi gliserol dan asam asetat 1:7 temperatur 120°C menit ke-5 dengan nilai konversi sebesar 67,6323 %.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Bapak Ir. Hantoro Satriadi, MT selaku Dosen Pembimbing, Dr. Widayat, ST, MT selaku pembimbing teknis, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI) yang telah membantu mendanai penelitian ini dan Semua pihak yang telah banyak membantu dalam proses penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Balaraju. M, P. Nikhitha, K. Jagadeeswaraiah, K. Srilatha, P.S. Sai Prasad, N. Lingaiah., 2010. *Acetylation of Glycerol to Synthesize Bioadditives over niobic acid Supported.*
- Ferreira. P, I.M. Fonseca, A.M. Ramos, J. Vital, J.E. Castanheiro., 2009. *Esterification of Glycerol With Acetic Acid. Over Dodecamolybdophosphoric acid Encaged in USY Zeolite.*
- Ferreira. P, I.M. Fonseca, A.M. Ramos, J. Vital, J.E. Castanheiro., 2011. *Acetylation of Glycerol Over Heteropolyacids Supported On Activated Carbon.*
- Jagadeeswaraiah.K, M. Balaraju, P.S. Sai Prasad, N. Lingaiah., 2010. *Selective Esterification of Glycerol to Bioaddives Over Heteropoly Tungstate Supported On Cs-containing Zirconia Catalysts.*
- Levenspiel, Octave., 1999. *Chemical Reaction Engineering 3th edition.* Department of Chemical Engineering Oregon State University, New York.
- Liao. Xiaoyuan, Yulei Zhu, Sheng-Guang Wang, Hongmei Chen, Yongwang Li., 2010. *Theoretical Elucidation of acetylating Glycerol With Acetic Acid and Acetic Anhydride.*
- McKetta, J. J, and Cunningham, W. A., 1977. *Encyclopedia of Chemical Processing and Design vol 2.* Marcel Dekker, Inc, New York.
- Nuryoto, Sulistyono, H., Rahayu S.S., Sutijan., 2010. *Uji Performa Katalisator Resin Penukar Ion Untuk Pengolahan Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menjadi Triacetin.* Seminar Rekayasa Kimia Dan Proses 2010.
- Pagliaro, Mario., Rossi, Michele., 2008. *The Future of Glycerol: New Uses of a Versatile Raw Material.* RSC Green Chemistry Book Series.
- Reddy. Padigapati S., Putla Sudarsanam, Gangadhara Raju, Benjaram M. Reddy., 2010. *Synthesis of Bio-additives: Acetylation of Glycerol Over Zirconia-based Solid Acid Catalysts.*
- Silva. Leonardo N, Valter L.C, Goncalves, Claudio J.A. Mota., 2010. *Catalytic Acetylation of Glycerol With Acetic Anhydride.*
- Vogel, A. I., 1989. *Textbook of Quantitative Chemical Analysis 5th edition.* Longman Scientific and Technical, New York.