

PEMBUATAN GLISEROL TRIBENZOAT DARI GLISEROL (HASIL SAMPING INDUSTRI BODIESEL) DENGAN VARIASI RASIO REAKTAN DAN TEMPERATUR REAKSI

Endah Kusuma Rastini, Jimmy, Wahyuda Auwalani, Nur Aini Setiawati

Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Nasional Malang
Jln. Bendungan Sigura-gura No. 2 Malang 65145
Telp 0341-551431; Fax. 0341-553015; e-mail : j_roring@yahoo.com

Abstrak

Gliserol merupakan hasil samping produksi biodiesel yang perlu diolah menjadi produk turunannya untuk memaksimalkan pemanfaatannya. Keberadaan gliserol akan melimpah saat produksi biodiesel berkembang. Meskipun gliserol bukan merupakan zat yang beracun, buangan limbah gliserol dengan volume yang besar tetap akan menimbulkan dampak yang serius bagi lingkungan dan kesehatan sehingga diperlukan usaha diversifikasi gliserol menjadi berbagai product urunannya untuk meningkatkan konsumsinya. Proses esterifikasi gliserol merupakan salah satu metode yang banyak digunakan dalam konversi gliserol. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji lebih lanjut proses reaksi gliserol dan asam benzoat dengan menggunakan katalis asam klorida untuk mendapatkan kondisi optimum proses produksi gliserol tribenzoat dengan variasi temperatur dan rasio reaktan (gliserol dan asam benzoat). Penelitian dilakukan dengan mereaksikan antara asam benzoat yang larut dalam metanol dengan gliserol dan asam klorida sebagai katalis dalam reaktor berpengaduk dengan tekanan 3 atm, kecepatan pengadukan 100 rpm, volume reaktor 500 mL, waktu reaksi 60 menit, dan katalis 7%. Variabelnya adalah temperatur (50, 65, 70, 80, 90 °C) dan rasio mol gliserol/asam benzoate (1:3; 1:3,5; 1:5 dan 1:7). Kondisi optimum terjadi pada rasio reaktan 1:5 dan temperatur 70 °C yang menghasilkan massa gliserol tribenzoat sebesar 55,48 g, yield terhadap gliserol sebesar 5,44 dan yield terhadap reaktan total hasil reaksi sebesar 77,87%.

Kata kunci: gliserol, gliserol tribenzoat, hasil samping biodiesel, rasio reaktan, temperatur.

MAKING GLYCEROL TRIBENZOAT FROM GLYCEROL (BODIESEL INDUSTRIAL BY PRODUCT) IN TEMPERATURE AND REACTANT RATIO VARIATION

Abstract

Glycerol is a byproduct of biodiesel production that needs to be processed into derivatives in order to maximize utilization. The existence of glycerol will overflow when developing biodiesel production. Although glycerol is not toxic, waste disposal glycerol with large volumes will continue to pose a serious impact on the environment and health so that the necessary diversification of glycerol into various derivatives to increase their consumption. Glycerol esterification process is one method that is widely used in the conversion of glycerol. This study aims to assess further reaction process glycerol and benzoic acid using hydrochloric acid catalyst to obtain optimum conditions glyceroltribenzoatproduction process with variations in temperature and the ratio of reactants (glycerol and benzoic acid). The study was conducted by reacting the benzoic acid with glycerol dissolved in methanol and hydrochloric acid as a catalyst in a stirred tank reactor with a pressure of 3 atm, stirring speed of 100 rpm, the reactor volume of 500 mL, the reaction time of 60 minutes, and the catalyst 7%. Variable is the temperature (50, 65, 70, 80, 90 °C) and the mole ratio of glycerol/acid benzoate (1: 3; 1: 3.5; 1: 5 and 1:7). The optimum conditions occur in reactant ratio of 1: 5 and the temperature 70 °C that produce glycerol tribenzoat of 55.48 g, yield on glycerol amounted to 5.44 and the 77.87% yield of the reaction product of reactants total.

Keyword: by product of biodiesel, glycerol, glycerol tribenzoat, reactant ratio, temperature.

PENDAHULUAN

Gliserol merupakan hasil samping produksi biodiesel yang perlu diolah menjadi produk turunannya untuk memaksimalkan pemanfaatannya. Keberadaan gliserol akan melimpah saat produksi biodiesel berkembang. Meskipun gliserol bukan merupakan zat yang beracun, buangan limbah gliserol dengan volume yang besar tetap akan menimbulkan dampak yang serius bagi lingkungan dan kesehatan sehingga diperlukan usaha diversifikasi gliserol menjadi berbagai produk turunannya untuk meningkatkan konsumsinya. Proses esterifikasi gliserol merupakan salah satu metode yang banyak digunakan dalam konversi gliserol. Gliserol dapat dirubah menjadi gliserol asetat, gliserol karbonat, gliserol tribenzoat dan sebagainya. Pada penelitian ini dipilih gliserol tribenzoat karena selain memiliki reaksi yang sederhana bahan baku pembuatannya mudah didapatkan dan juga memiliki banyak kegunaan atau manfaat diantaranya sebagai *edible coating*, bahan *plasticizer*, bahan peningkat sifat adhesive dan lain-lain. Oleh karena itu diperlukan usaha atau penelitian lebih lanjut untuk memperbesar konversi gliserol tribenzoat. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji lebih lanjut proses reaksi gliserol dan asam benzoat dengan menggunakan katalis asam klorida untuk mendapatkan kondisi optimum proses produksi gliserol tribenzoat dengan variasi temperatur dan rasio reaktan (gliserol dan asam benzoat).

Prasetyo, A.E., dkk.(2012), melakukan penelitian tentang esterifikasi gliserol dengan asam benzoat menggunakan katalis asam sulfat dengan variabel berubah temperatur, perbandingan mol asam benzoat dengan gliserol dan waktu operasi. Didapatkan konversi paling baik adalah 64,165% pada rasio mol gliserol dan asam benzoat 1:3 dengan temperatur 60 °C dan waktu 30 menit. Abdurrakhman, dkk., (2013), juga melakukan penelitian tentang esterifikasi gliserol dengan asam benzoat menggunakan katalis asam klorida dengan variabel berubah temperatur, perbandingan mol dan konsentrasi katalis didapatkan *yield* paling tinggi sebesar 71,87% pada dengan temperatur 65 °C, rasio mol antara asam benzoat/gliserol 3,5:1 dan konsentrasi katalis terhadap gliserol 7%, dan dengan menggunakan variabel tetap volume sistem 500 mL dan kecepatan pengadukan 100 rpm. Salah satu cara untuk memperbesar konversi reaksi adalah dengan memperbesar temperatur untuk reaksi yang berjalan secara endotermis, menambahkan katalis dan memperbesar konsentrasi reaktan. Namun apabila memperbesar temperatur tersebut harus diikuti dengan memperbesar tekanan agar reaktan yang memiliki titik didih di bawah suhu operasi, dalam penelitian ini metanol masih dalam fase cair (Gunawan, dkk., 2013).

METODE PENELITIAN

Penelitian dilakukan dengan mereaksikan antara asam benzoat yang larut dalam metanol dengan gliserol dan asam klorida sebagai katalis dalam reaktor berpengaduk dengan tekanan 3 atm, kecepatan pengadukan 100 rpm, volume reaktor 500 mL, waktu reaksi 60 menit, volume gliserol 8,1 mL, volume metanol 490,3 mL dan katalis HCl 32% sebanyak 1,6 mL. Variabelnya adalah temperatur (50, 65, 70, 80, 90 °C) dan rasio mol gliserol/asam benzoat (1:3; 1:3,5; 1:5 dan 1:7).

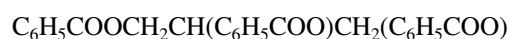
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis kuantitatif dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia ITN Malang dengan cara gravimetri sehingga didapatkan *yield* reaksi dari setiap sampel yang direaksikan. Analisis kualitatif dilakukan di Fakultas Farmasi Universitas Airlangga Surabaya dengan menggunakan instrumen FTIR (Fourier Transform Infra Red) sehingga dapat diketahui gugus fungsi produk.

Hasil analisis FTIR terdiri dari 3 (tiga) macam kriteria yang akan disesuaikan dengan hasil spektra yaitu sangat identik, cukup identik, dan tidak identik. Dari ketiga kriteria tersebut, 19 sampel yang di analisis kualitatif menggunakan FTIR memiliki hasil “sangat identik” hanya ada satu sampel yang memiliki hasil “cukup identik”. Sehingga dapat dibuktikan bahwa produk yang dihasilkan adalah gliserol karbonat. Berikut akan diberikan spektra IR standard yang diambil dari jurnal yang menjadi referensi serta hasil analisis FTIR yang memiliki kriteria sangat identik (sampel dengan rasio 1:3 dan 65 °C). Jika melihat bentuk spektra dan titik-titik puncak dari hasil analisis diatas dapat terlihat bahwa hasil spektra atau hasil uji FTIR sama dengan hasil spektra standard gliserol tribenzoat. Prasetyo, A.E., dkk. (2012), mengatakan bahwa gliserol tribenzoat memiliki gugus fungsi:



Gugus fungsi ini tergolong dalam grup ester, dalam penelitiannya hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa hasil spektra IR sampel, ada panjang gelombang pada 1687,02 cm^{-1} dan panjang gelombang tersebut mendekati dalam grup ester. Abdurrakhman, dkk., (2013), mengatakan pula gliserol tribenzoat memiliki gugus fungsi:



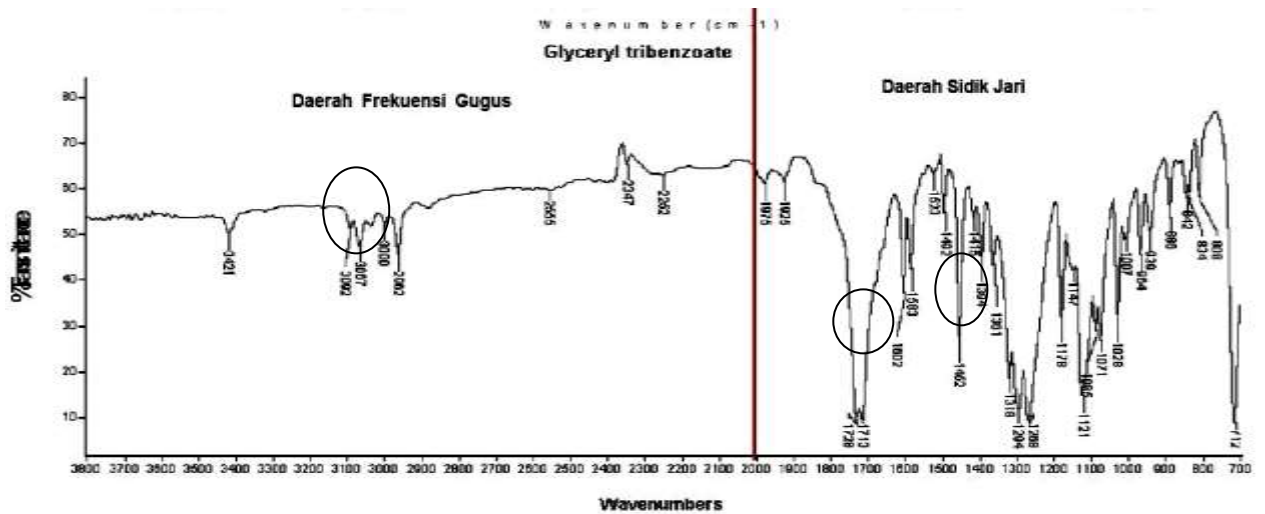
Gugus fungsi ini tergolong dalam grup ester dengan panjang gelombang pada daerah sidik jari yaitu $\pm 1750 \text{ cm}^{-1}$, dalam penelitiannya hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa hasil spektra IR

sampel terdapat panjang gelombang 1757 cm^{-1} dan panjang gelombang tersebut mendekati dalam grup ester. Lalu diperkuat lagi dengan pernyataan Abdurrahman dkk 2013, dimana spektra mempunyai penyesuaian yang tetap (*close match*) di daerah tersebut, serta dikaji lebih lanjut di daerah frekuensi gugus yaitu pada $3168,23\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan gugus aromatik.

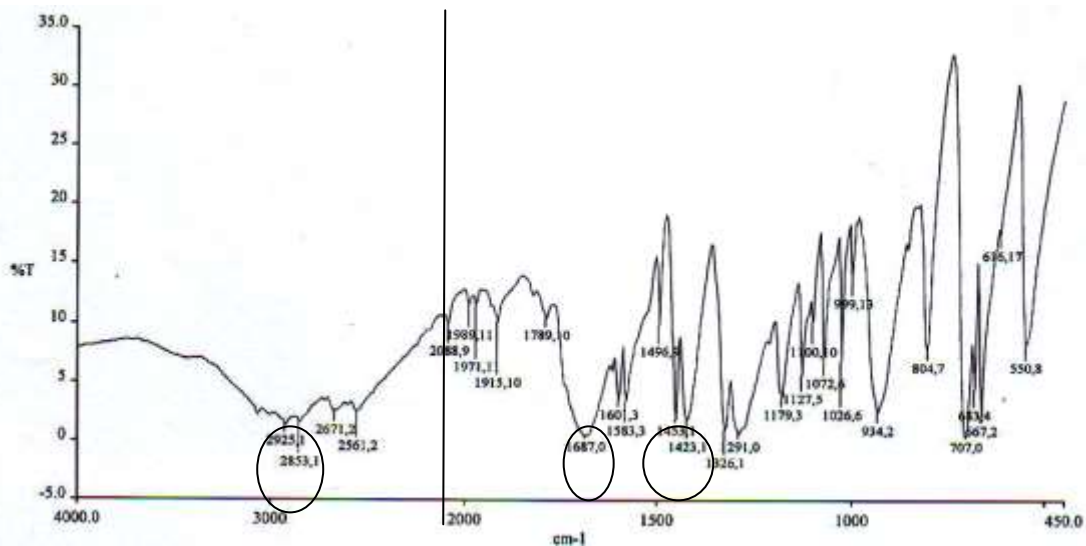
Jika melihat hasil analisis FTIR penelitian ini tidak jauh berbeda dengan hasil analisis FTIR penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Prasetyo, A.E., dkk. (2012), dan Abdurrahman, dkk., (2013). Pada penelitian ini hasil analisis FTIR untuk Gambar 2 menunjukkan bahwa hasil spektra IR sampel terdapat panjang gelombang $1687,0\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan senyawa ester dan hasil tersebut sama dengan hasil analisis yang dilakukan Prasetyo, A.E., dkk. (2012), yang mendapat panjang gelombang $1687,02\text{ cm}^{-1}$ dan *close match* dengan hasil analisis 18 sampel yang

lain. Selain identik dengan panjang gelombang milik Prasetyo, A.E, dkk 2012, $1687,0\text{ cm}^{-1}$ panjang gelombang yang didapatkan pada hasil analisis ($1687,02$ dan $1687,0\text{ cm}^{-1}$) yang menyatakan gugus ester tersebut identik dengan panjang gelombang atau frekuensi yang didapatkan dari jurnal mengenai spektra IR oleh Kristianingrum, S, 2010, dimana dalam jurnal tersebut dikatakan bahwa senyawa ester terletak pada frekuensi antara 1650 cm^{-1} .

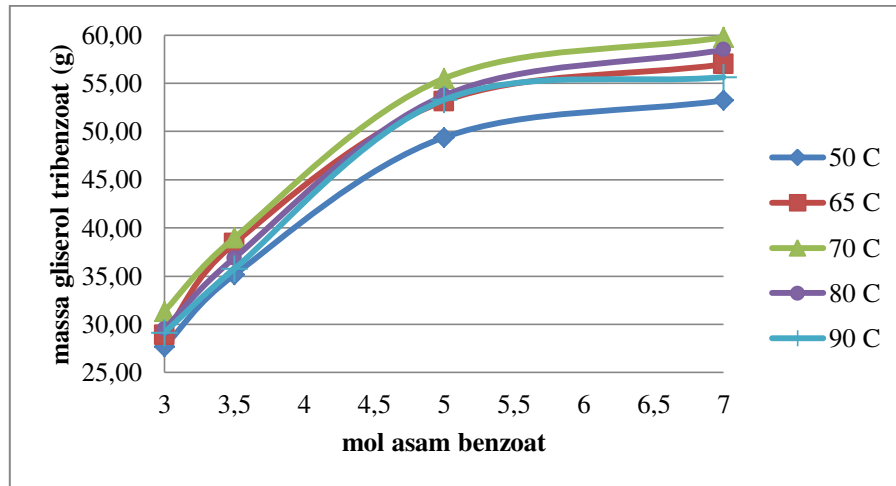
Hasil analisis kuantitatif didapatkan *yield* reaksi terhadap gliserol dan asam benzoat tertinggi pada sampel dengan rasio reaktan 1:5 dan pada suhu $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan massa gliserol tribenzoat 55,48 gram dan *yield* 77,87%. Sedangkan hasil yang terendah terletak pada sampel dengan rasio 1:3 dan suhu $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan massa 27,68 gram dan *yield* 59,12%.



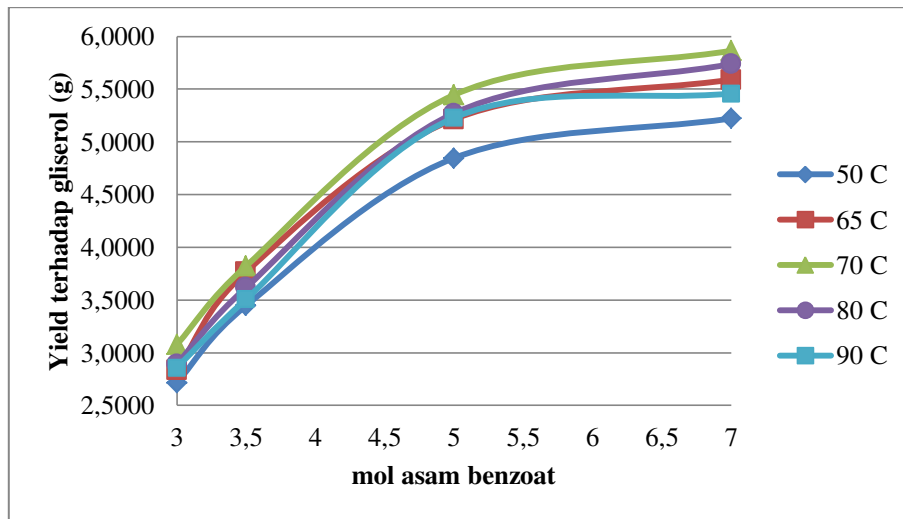
Gambar 1. Spektra IR standar gliserol tribenzoat (Abdurrahman *et al*, 2013)



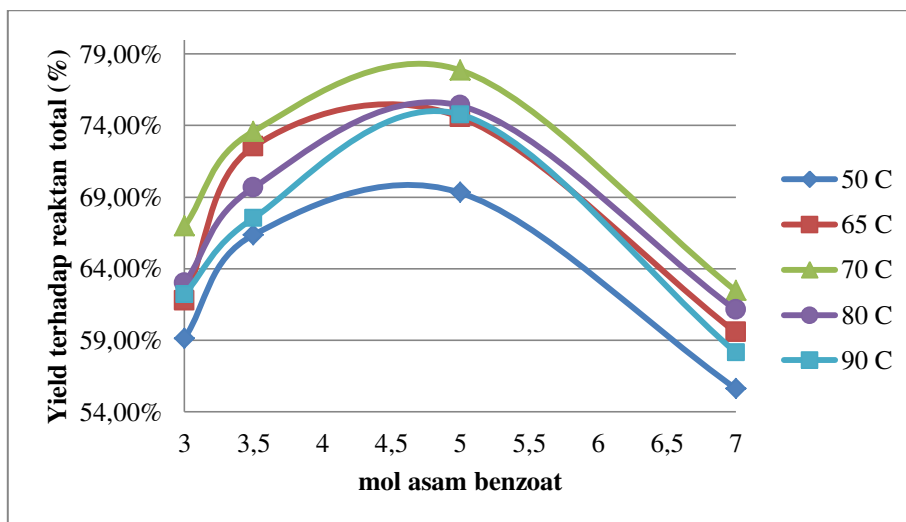
Gambar 2. Hasil uji FTIR sampel dengan rasio 1:3 dan $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ (sangat identik)



Gambar 3. Hubungan rasio reaktan terhadap massa gliserol tribenzoat pada berbagai temperatur

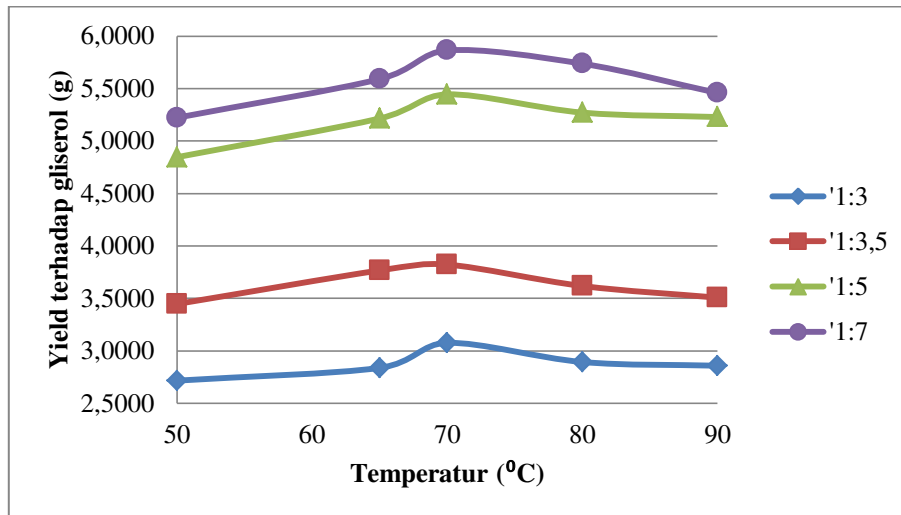


Gambar 4. Hubungan rasio reaktan dengan *yield* terhadap gliserol pada berbagai temperatur

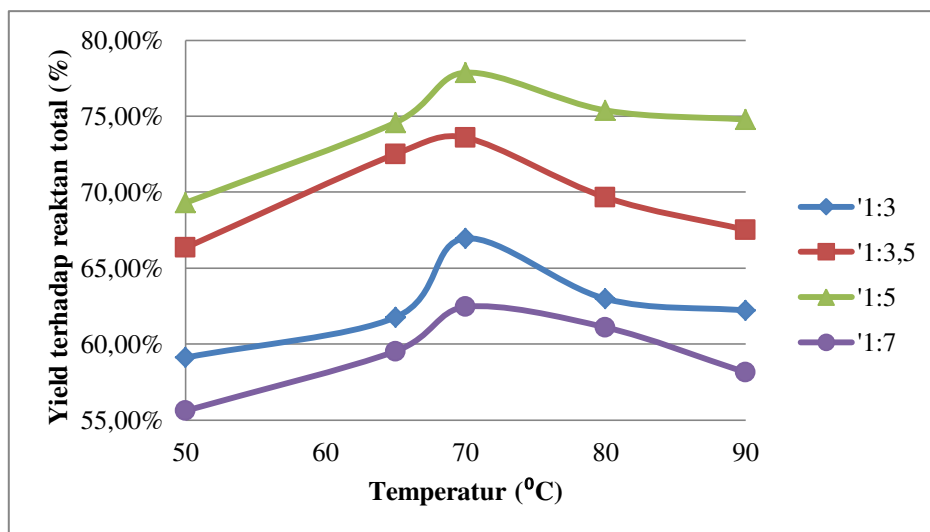


Gambar 5. Hubungan rasio reaktan dengan *yield* reaksi terhadap reaktan total pada berbagai temperatur

Endah Kusuma Rastini, Jimmy, Wahyuda Auwalani, Nur Aini Setiawati: pembuatan gliserol tribenzoat dari gliserol (hasil samping industri biodiesel) dengan variasi rasio reaktan dan temperatur reaksi



Gambar 6. Hubungan antara temperatur dengan *yield* terhadap gliserol pada berbagai perbandingan rasio reaktan



Gambar 7. Hubungan antara temperatur dengan *yield* terhadap reaktan total pada berbagai rasio reaktan

Gambar 3 menunjukkan massa terbesar terletak pada rasio 1:7 temperatur 70 °C yakni 59,75 gram, namun penulis memilih massa terbaik pada 1:5 temperatur 70 °C karena didapatkan massa produk yang tidak jauh berbeda yakni 55,48 gram. Dipilih massa terbaik pada titik 1:5 dan 70 °C dikarenakan alasan efisiensi bahan, karena pada 1:7 asam benzoat yang digunakan terlalu banyak namun tidak menunjukkan perubahan massa yang signifikan. Selain itu, *yield* terhadap reaktan total (gliserol dan asam benzoat) terbesar tercapai pada kondisi tersebut. Pembahasan mengenai *trendline* pada Gambar 4 yakni hubungan antara rasio

reaktan antara gliserol dan asam benzoat dengan *yield* (terhadap gliserol). Secara teori semakin besar perbandingan mol reaktan akan semakin besar pula frekuensi reaktan bertumbukan dan semakin besar pula *yield* yang dihasilkan. Dalam penelitian ini juga didapatkan hal yang demikian yaitu semakin besar rasio reaktan antara gliserol dan asam benzoat semakin besar pula *yield* yang dihasilkan. Penulis menambahkan *yield* (terhadap gliserol) karena sebenarnya asam benzoat merupakan variabel bebas yang selalu berubah-ubah sehingga tidak dapat digunakan sebagai acuan yang tetap dalam penentuan *yield* hasil reaksi.

Pembahasan mengenai *trendline* Gambar 5, yakni hubungan antara rasio reaktan antara gliserol dan asam benzoat dengan *yield* (terhadap reaktan total) hasil reaksi pada berbagai temperatur. Secara teori semakin besar rasio reaktan yang diberikan semakin besar pula *yield* reaksi yang akan dihasilkan hal ini dikarenakan semakin besar frekuensi reaktan yang bertumbukan. Namun pada penelitian ini didapatkan hasil yang optimum pada rasio reaktan 1:5 dan suhu 70 °C, hal ini dikarenakan pada rasio reaktan 1:7 terlalu banyak asam benzoat yang dibutuhkan, sehingga semakin banyak asam benzoat yang tidak bereaksi dan akan mempengaruhi *yield* reaksi yang dihasilkan sangat rendah. Dimana *yield* reaksi merupakan perbandingan antara massa produk (gliserol tribenzoat) dengan massa reaktan (gliserol dan asam benzoat). Selain itu pada rasio reaktan 1:7 didapatkan massa gliserol tribenzoat yang hampir sama dengan massa gliserol tribenzoat yang didapat dari rasio reaktan 1:5 dari hal ini menunjukkan bahwa rasio reaktan terbaik 1:5 dengan alasan efisiensi proses. Hal ini semakin diperkuat dengan hasil atau *yield* (%) terhadap gliserol dan asam benzoat pada berbagai temperatur dengan hasil tertinggi selalu pada rasio reaktan 1:5.

Pembahasan mengenai *trendline* pada Gambar 6 yakni hubungan antara temperatur dengan *yield* terhadap gliserol dan Gambar 7 yakni hubungan antara temperatur dengan *yield* reaksi terhadap massa reaktan total pada berbagai macam rasio reaktan. Secara teori bahwa semakin tinggi temperatur maka partikel-partikel akan semakin reaktif bergerak sehingga semakin memperbesar kemungkinan terjadi tumbukan antara partikel. Apabila partikel-partikel terlalu reaktif bergerak maka tidak memperkecil kemungkinan jika reaksi akan bergeser kembali ke kiri atau ke arah reaktan kembali pada waktu yang telah ditetapkan yaitu 60 menit. Jadi diperkirakan pada suhu 80 °C dan 90 °C produk yang telah terbentuk terlalu reaktif pula untuk bergerak sehingga menggeser kembali ke arah reaktan dikarenakan reaksi berjalan secara *reversible* atau bolak-balik.

Prasetyo, A.E., dkk. (2012), mengatakan bahwa apabila suatu reaksi kimia yang berlangsung terdapat laju reaksi dan konsentrasi pereaksi pun berkurang. Beberapa waktu kemudian reaksi dapat berkesudahan, artinya semua pereaksi habis bereaksi. Namun pada reaksi ini tidak berkesudahan dan pada seperangkat kondisi tertentu, konsentrasi pereaksi dan produk reaksi menjadi tetap. Reaksi yang demikian disebut dengan reaksi reversibel dan kesetimbangan. Pada reaksi semacam ini produk reaksi yang terjadi akan bereaksi membentuk kembali pereaksi.

Dari hasil membandingkan antara teori yang ada mengenai tumbukan partikel dengan pernyaa-

taan Prasetyo, A.E., dkk. (2012), dapat disimpulkan bahwa penyebab pada temperatur 80 °C dan 90 °C didapatkan *yield* yang lebih rendah dikarenakan tumbukan yang terlalu besar yang akan menyebabkan pada waktu tertentu reaksi dapat berkesudahan secara lebih cepat dari pada waktu yang telah ditetapkan bila dibandingkan dengan temperatur yang lebih rendah, dan diperkirakan waktu saat reaksi berkesudahan tersebut kurang dari 60 menit sehingga reaksi akan bergeser kembali ke arah reaktan dan dapat mempengaruhi *yield* hasil reaksi. Hal ini membuktikan kesetimbangan reaksi terletak pada temperatur 70 °C dengan waktu 60 menit, hal ini diperkuat dimana *yield* atau massa gliserol tribenzoat hasil reaksi akan mengalami penurunan semua pada berbagai rasio reaktan mol antara gliserol dan asam benzoat pada suhu 80 °C dan 90 °C. Berarti dapat disimpulkan bahwa kondisi temperatur terbaik terletak pada 70 °C.

SIMPULAN

Kondisi optimum terjadi pada rasio reaktan 1:5 dan pada temperatur 70 °C yang menghasilkan masa gliserol tribenzoat sebesar 55,48 g, *yield* terhadap gliserol sebesar 5,44 g dan *yield* terhadap reaktan total hasil reaksi sebesar 77,87%. Hal ini menunjukkan kenaikan *yield* bila dibandingkan dengan penelitian sebelumnya. Jadi bisa dikatakan penelitian ini yang semula bertujuan untuk optimalisasi proses pembuatan gliserol tribenzoat dari gliserol dan asam benzoat ini berhasil yang ditandai dengan kenaikan *yield* bila dibandingkan dengan penelitian yang sebelumnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdurrahman., Rifianto, Y., dan Widayat. (2013) "Studi Awal Proses Pembuatan Glycerol Tribenzoat Dari Gliserol Dan Asam Benzoat Dengan Menggunakan Katalis Asam Klorida." Jurnal Teknologi Kimia dan Industri Vol 2, No 3, 30-36
- Gunawan, F., Gunawan, I., Palinggi, S., Ayucitra, A., dan Ismadji, S. (2013) "Konversi Lumpur Aktif Menjadi Biodiesel Dengan Proses Subkritis Tanpa Katalis Secara Insitu" Jurnal Teknik Kimia Universitas Widya Mandala Surabaya
- Kristianingrum, S. (2010) "Spektroskopi Inframerah" Jurnal Universitas Negeri Yogyakarta Vol 2 No 5
- Prasetyo, A. E., Widhi, A., dan Widayat. (2012) "Proses Reaksi Gliserol dan Asam Benzoat dengan Menggunakan Katalis Asam Sulfat."

Endah Kusuma Rastini, Jimmy, Wahyuda Auwalani, Nur Aini Setiawati: pembuatan gliserol tribenzoat dari gliserol (hasil samping industri biodiesel) dengan variasi rasio reaktan dan temperatur reaksi

Jurnal Teknologi Kimia dan Industri Vol 1, No 1, 118-123.