

PEMANFAATAN GLISEROL HASIL SAMPING PEMBUATAN BIODESEL DARI MINYAK JELANTAH SEBAGAI BAHAN SINTESIS GLISEROL ASETAT

(THE UTILIZATION OF GLYCEROL, BIODIESEL SIDE PRODUCT OF USED COOKING OIL AS GLYCEROL ACETATE MATERIAL SYNTHESIS)

Nelly Fadliyani dan Sri Atun

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta
Jl. Colombo No. 1 Yogyakarta
e-mail: Atun_1210@yahoo.com

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan gliserol dari hasil samping pembuatan biodiesel dari minyak jelantah sebagai bahan baku sintesis gliserol asetat, mengkarakterisasi hasil sintesis berdasarkan data spektroskopi IR dan GCMS. Sintesis gliserol asetat dilakukan dengan metode refluks selama 50 menit pada suhu 80 °C. Gliserol hasil samping pembuatan biodiesel dari minyak jelantah yang telah dimurnikan direaksikan dengan asam asetat anhidrid pada suhu 80°C selama 50 menit. Hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan spektroskopi IR dan GCMS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa gliserol hasil sintesis merupakan campuran dari gliserol 1-monoasetat dan gliserol 2-monoasetat, berupa cairan berwarna kuning dengan titik didih 145-148 °C, larut sempurna dalam etanol dan tidak larut dalam n-heksan. Spektrum IR senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya gugus C=O karbonil, C-O ester, -OH, dan C-H alifatik; serta spektrum GCMS hasil sintesis menunjukkan campuran dua senyawa gliserol monoasetat dengan SI (*Similiar Index*) sebesar 97 dan 93.

Kata kunci: esterifikasi, gliserol asetat

Abstract

*The research aimed at using glycerol of biodiesel synthesis side product from used cooking oil as glycerol acetate material synthesis, and charactering synthesized material based on data of IR spectroscopy and GCMS. The method used to synthesize glycerol acetate was reflux during 50 minute at 80 °C. Glycerol from biodiesel synthesis side product from used cooking oil was purified with acetic anhydride reacted at 80 °C, for 50 minutes. The synthesis product was characterized by IR and GCMS spectroscopies. The result of this research shows that glycerol derived from synthesizing glycerol 1-monoacetate and glycerol 2-monoacetate in the form of yellow liquid with 145-148 °C boiling point, soluble in ethanol and insoluble in n-hexane. IR spectrum shows the presence of C=O carbonyl, C-O ester, -OH, and C-H aliphatic group; GCMS spectrum shows a mixture from two glycerol monoacetate with SI (*Similiar Index*) of 97 and 93.*

Keywords: esterification, glycerol acetate

PENDAHULUAN

Minyak jelantah merupakan minyak yang dihasilkan dari sisa penggorengan

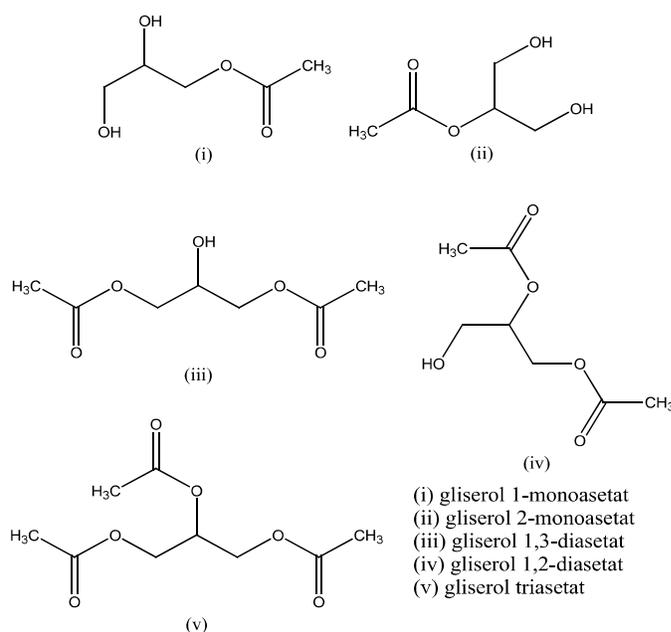
atau minyak goreng bekas pakai yang telah mengalami perubahan struktur dan telah rusak. Minyak yang telah rusak akan

menghasilkan warna dan bau yang tidak enak, serta kerusakan sebagian vitamin dan asam lemak essensial yang terdapat dalam minyak (Ketaren, 1986). Minyak jelantah dapat dijadikan biodiesel melalui transesterifikasi yang menghasilkan metil ester atau biodiesel dengan produk samping gliserol (Hambali, 2006).

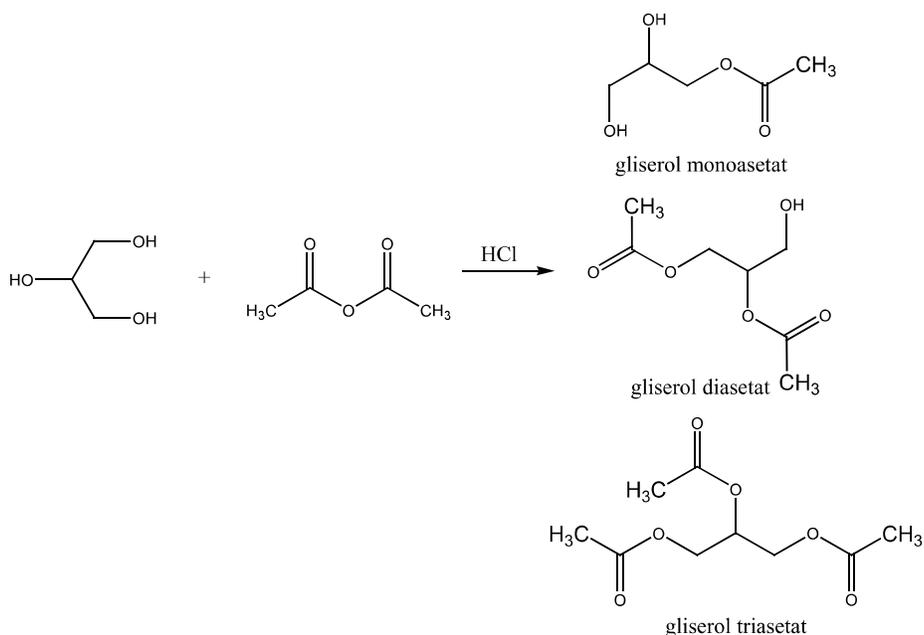
Gliserol merupakan senyawa alkohol dengan gugus hidroksil berjumlah 3 dan dikenal dengan nama 1,2,3 propanetriol (Fessenden & Fessenden, 1982). Gliserol merupakan cairan yang tidak berwarna, tidak berbau dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis (Pagliaro & Michele, 2008). Gliserol tidak hanya menjadi produk samping atau limbah melainkan dapat dijadikan sesuatu yang bermanfaat dan menambah nilai ekonomi. Hal ini dapat

dilakukan dengan memodifikasi gliserol menjadi derivat gliserol (Prasetyo, Widhi, & Widayat, 2012).

Widayat, *et al.* (2013) telah melakukan sintesis triasetat dengan proses curah, dimana kecepatan pengadukan sebesar 100 rpm dan katalis asam sulfat adalah 5% berat gliserol dengan memperoleh hasil terbaik yaitu pada perbandingan mol pereaksi gliserol dan asam asetat 1:7, suhu 120 °C dan waktu 50 menit. Rastegari & Ghaziaskar (2014) telah melakukan sintesis monoasetat dan menunjukkan bahwa kondisi optimum terjadi pada suhu 100 °C dengan perbandingan mol asam asetat dan gliserol adalah 1:1. Gliserol asetat (Gambar 1) diperoleh melalui esterifikasi gliserol dengan asam asetat atau turunannya seperti asam asetat anhidrida yang menghasilkan gliserol monoasetat,



Gambar 1. Beberapa Struktur Gliserol Asetat



Gambar 2. Reaksi Pembentukan Gliserol Asetat

gliserol diasetat atau gliserol triasetat (Rezayat & Ghaziaskar, 2010). Gliserol monoasetat dan gliserol diasetat berfungsi sebagai bahan baku poliester sedangkan gliserol triasetat digunakan sebagai aditif bahan bakar dan pelembab dalam kosmetik. Reaksi pembentukan gliserol asetat dapat dijelaskan dalam Gambar 2.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui senyawa derivat gliserol dari sintesis antara gliserol yang diperoleh dari hasil samping pembuatan biodisel dengan asam asetat anhidrida serta mengetahui karakteristiknya berdasarkan spektroskopi IR dan GCMS.

METODE PENELITIAN

Satu set alat refluks (terdiri dari labu leher tiga, pendingin balik, termometer dan magnetic stirrer), labu distilat, pendingin

liebig, pompa vakum, spektrometer IR (*Nicolet Avatar 360 IR*) dan spektrometer GCMS (*GCMS QP2010 SE*). Sebagai bahan digunakan gliserol hasil samping pembuatan biodisel dari minyak jelantah yang telah dimurnikan, asam asetat anhidrida p.a merck, dan HCL p.a merck.

Gliserol sebanyak 6,87 gram (0,07 mol) dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan dipanaskan sampai suhu 80°C. Asam asetat anhidrida sebanyak 7,61 gram (0,07 mol) dipanaskan dalam *erlenmeyer* sampai suhu 80°C. Asam asetat anhidrida dicampur dengan gliserol di dalam labu leher tiga kemudian asam klorida ditambahkan sebanyak 5% dari berat gliserol. Proses dilanjutkan dengan pengadukan dan pemanasan serta mulai dicatat sebagai waktu ke nol. Campuran direfluks pada rentang

suhu 80 °C selama 50 menit. Hasil reaksi selanjutnya didinginkan dan ditimbang. Hasil reaksi yang telah dingin kemudian didistilasi vakum dan ditimbang. Senyawa hasil esterifikasi dianalisis menggunakan spektrometer IR (*Nicolet Avatar 360 IR*) dan spektrometer GC-MS (*GCMS QP2010 SE*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Gliserol Asetat

Penelitian ini diperoleh produk senyawa gliserol asetat dengan ciri-ciri berupa cairan berwarna kuning, tidak volatil, berbau menyengat, larut sempurna dalam etanol dan tidak larut dalam n-heksan. Gliserol asetat terdiri dari gliserol 1-monoasetat; gliserol 2-monoasetat; gliserol 1,3-diasetat; gliserol 1,2-diasetat dan gliserol triasetat. Penelitian ini menghasilkan senyawa yang mirip dengan

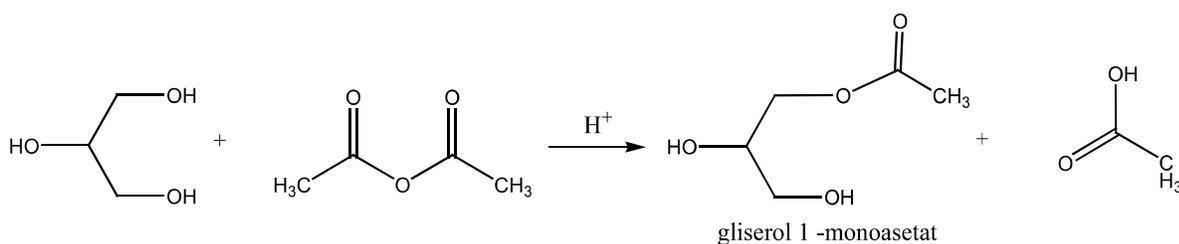
senyawa gliserol monoasetat seperti yang ditunjukkan dari spektrum GCMS. Terdapat dua puncak pada spektrum GCMS yang menunjukkan senyawa gliserol monoasetat. Maka, perkiraan yang terbentuk dari hasil reaksi yaitu senyawa gliserol 1-monoasetat dan senyawa gliserol 2-monoasetat. Reaksi pembentukan senyawa gliserol 1-monoasetat disajikan pada Gambar 3.

Mekanisme reaksi pembentukan gliserol 1-monoasetat disajikan pada Gambar 4a-4d. Reaksi pembentukan senyawa gliserol 2-monoasetat disajikan dalam Gambar 5.

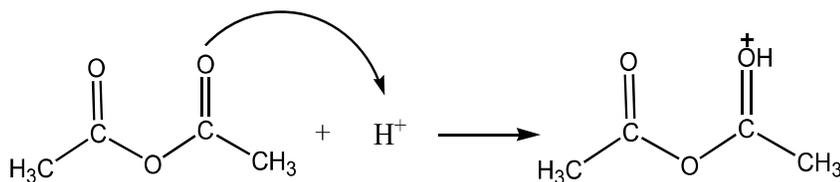
Karakterisasi Senyawa Hasil Sintesis

Spektrum IR senyawa hasil sintesis ditunjukkan dalam Gambar 6.

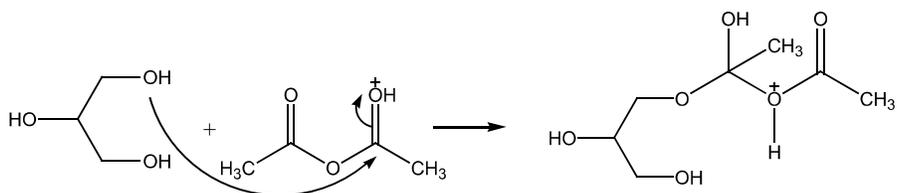
Spektrum IR senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya gugus C=O karbonil



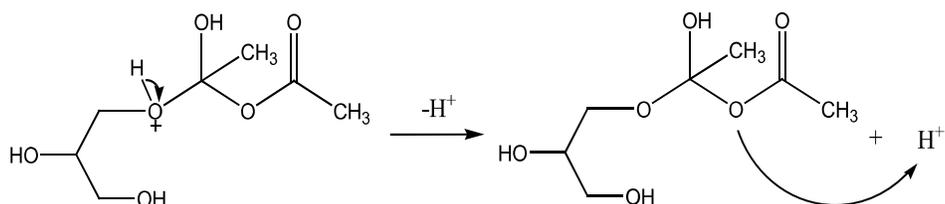
Gambar 3. Reaksi Pembentukan Senyawa Gliserol 1-monoasetat



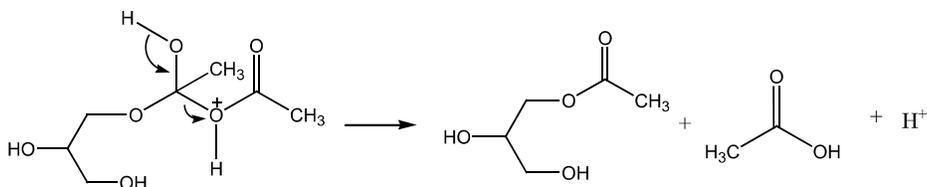
Gambar 4a. Rotonasi Atom Oksigen Gugus Karbonil Asam Asetat Anhidrida dari katalis asam klorida



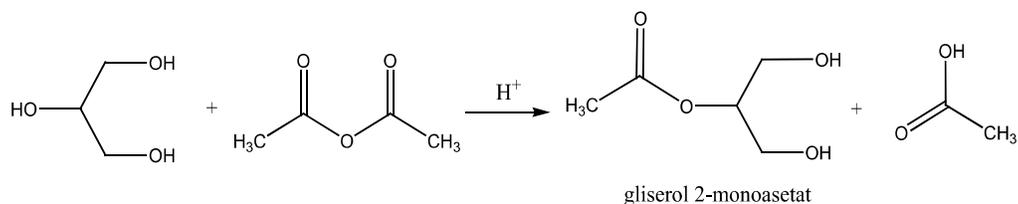
Gambar 4b. Serangan Nukleofil Alkohol (Atom Oksigen) ke Atom C⁺ Asam Asetat Anhidrida yang Sudah Terprotonasi



Gambar 4c. Pelepasan Salah Satu Atom H Membentuk Kompleks Teraktivasi dan Diikuti Dengan Protonasi Gugus Asetil



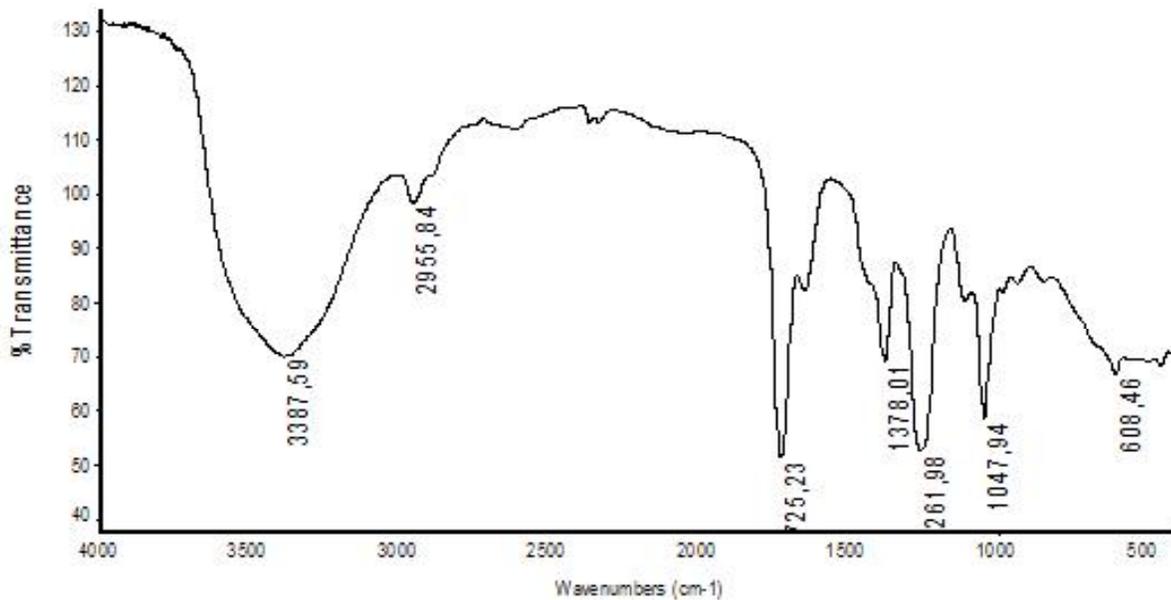
Gambar 4d. Terbentuknya Gliserol Asetat Ditandai dengan Terlepasnya Molekul Asam Asetat



Gambar 5. Pembentukan Senyawa Gliserol 2-monoasetat

di daerah 1725,23 cm⁻¹; gugus C-O ester di daerah 1261,9 cm⁻¹; gugus hidroksi (-OH) di daerah 3387,59 cm⁻¹; dan gugus C-H alifatik alkana di daerah 2955,84 cm⁻¹ serta didukung dengan adanya serapan di daerah 1378,01cm⁻¹

¹. Spektrum IR menunjukkan adanya C=O karbonil dan C-O ester sehingga diperkirakan telah terbentuk senyawa ester hasil sintesis antara gliserol dengan asam asetat anhidrida. Analisis dilanjutkan dengan spektroskopi

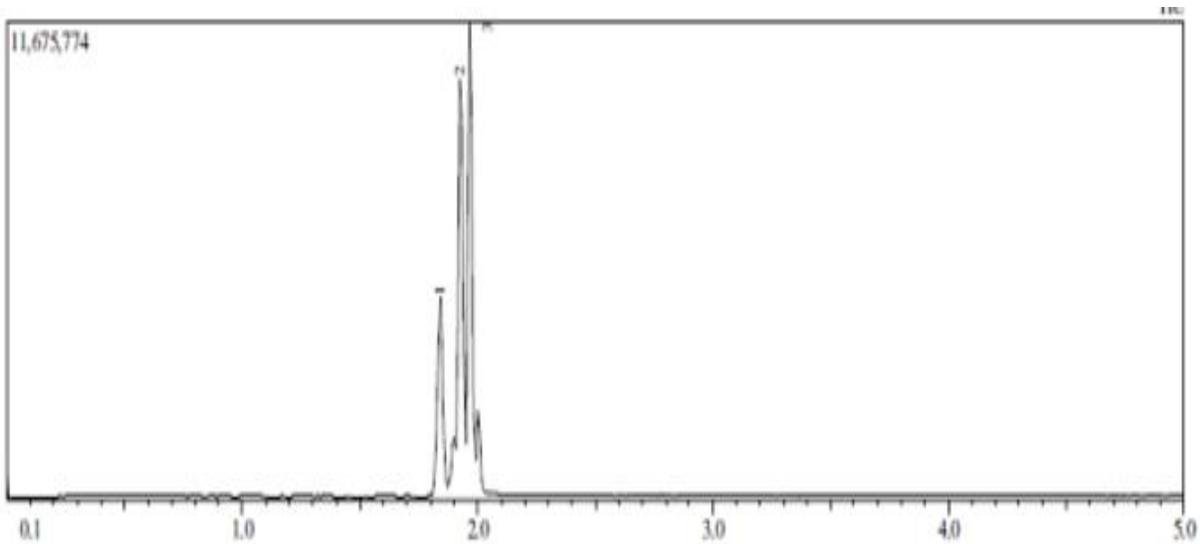


Gambar 6. Spektrum IR Senyawa Hasil Sintesis

GCMS. Spektrum GCMS (Gambar 7) senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya senyawa gliserol monoasetat.

Data spektroskopi GCMS yang dihasilkan dari senyawa hasil sintesis memiliki 3 puncak. Puncak tertinggi ditunjukkan pada puncak 3 dengan kelimpahan 41,56% dan m/e

134, puncak 2 memiliki kelimpahan 39,26% dengan m/e 134 dan puncak 1 memiliki kelimpahan 19,18% dengan m/e 60. Puncak 3 dengan kelimpahan 41,56% dan m/e 134 memiliki kemiripan dengan senyawa gliserol monoasetat. Hal ini didukung oleh SI (*Similiar Index*) sebesar 97 yang mirip dengan senyawa



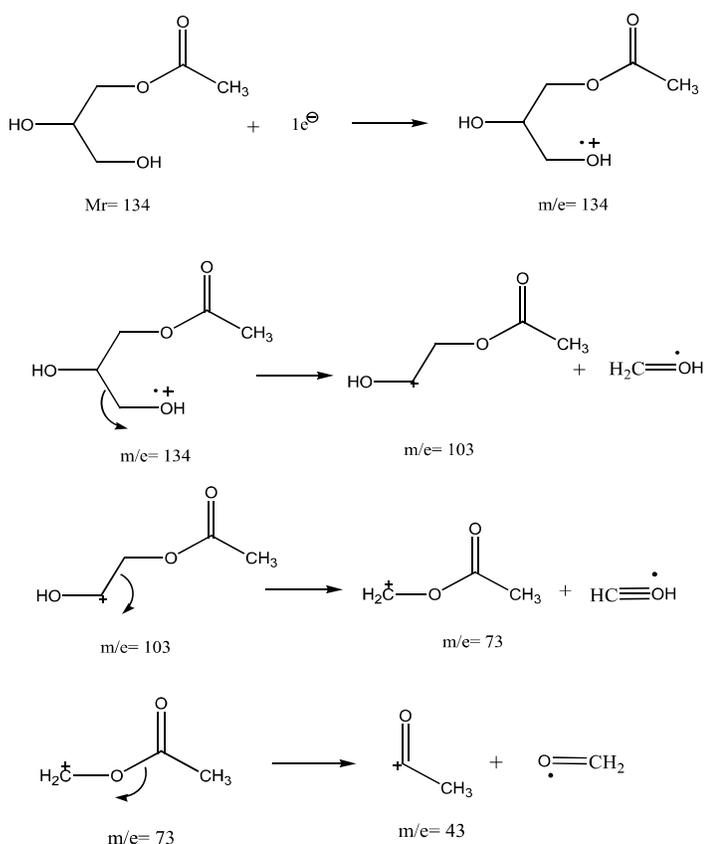
Gambar 7. Kromatogram GC Senyawa Hasil Sintesis

gliserol monoasetat serta fragmentasi dan m/e pada spektra massa yang muncul mirip dengan fragmentasi dan m/e spektra massa senyawa gliserol monoasetat. Puncak 2 dengan kelimpahan 39,26% dan m/e 134 juga memiliki kemiripan dengan senyawa gliserol monoasetat. Hal ini didukung oleh SI sebesar 93 yang mirip dengan senyawa gliserol monoasetat serta fragmentasi dan m/e pada spektra massa yang muncul mirip dengan fragmentasi dan m/e spektra massa senyawa gliserol monoasetat.

Puncak 3 dan puncak 2 memiliki kemiripan dengan senyawa gliserol monoasetat. Puncak 3 diperkirakan merupakan senyawa gliserol 1-monoasetat. Senyawa gliserol

1-monoasetat kemungkinan terbentuknya lebih besar karena adanya dua gugus hidroksi (alkohol) dengan lingkungan yang sama dan dalam spektra GCMS puncak 3 memiliki kelimpahan terbesar (41,56%). Puncak 2 diperkirakan merupakan senyawa gliserol 2-monoasetat dengan kelimpahan 39,26%.

Pola fragmentasi senyawa gliserol asetat yang terkandung yaitu senyawa gliserol 1-monoasetat dan senyawa gliserol 2-monoasetat. Pola fragmentasi senyawa gliserol 1-monoasetat (Gambar 8) yang ditunjukkan pada puncak 3 yaitu 134 (M^+), 103, 73 dan 43. Pola fragmentasi gliserol 2-monoasetat mirip dengan gliserol 1-monoasetat (Gb 6) yaitu 134 (M^+), 103,



Gambar 8. Fragmentasi Senyawa Gliserol 1-monoasetat

73 dan 43. Berdasarkan hasil identifikasi menggunakan spektroskopi IR dan spektroskopi GCMS, maka diperkirakan telah terbentuk ester hasil sintesis yang berupa senyawa gliserol monoasetat.

KESIMPULAN

Derivat gliserol yang dihasilkan dari sintesis antara gliserol dengan asam asetat anhidrida adalah senyawa gliserol 1-monoasetat dan senyawa gliserol 2-monoasetat. Senyawa gliserol asetat hasil sintesis berupa cairan berwarna kuning dengan titik didih 145-148 °C, larut sempurna dalam etanol dan tidak larut dalam n-heksan. Spektrum IR senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya gugus C=O karbonil, C-O ester, -OH, dan C-H alifatik; dan spektrum GCMS menunjukkan bahwa hasil sintesis merupakan campuran dua senyawa gliserol monoasetat dengan pola fragmentasi yang mirip dengan gliserol monoasetat dan SI sebesar 93 dan 97.

DAFTAR PUSTAKA

- Fessenden, R.J., & Fessenden, J.S. 1982. *Kimia Organik*. (Edisi Ketiga). (Terj.: Aloysius Hadyana Pudjaatmaka). Jakarta: Erlangga.
- Hambali, E. 2006. *Jarak Pagar Tanaman Penghasil Biodisel*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI-Press.
- Pagliari, M., & Michele, R. 2008. *The Future of Glycerol: New Uses of a Versatile Raw Material; RSC Green Chemistry Book Series*. Chambridge: Royal Society of Chemistry.
- Prasetyo, A.E., Widhi, A., & Widayat, W. 2012. Potensi Gliserol dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 10(1), 26-31.
- Rastegari, H., & Ghaziaskar, H.S. 2014. From Glycerol as The By-Product of Biodiesel Production to Value-Added Monoacetin by Continuous and Selective Esterification in Acetic Acid. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 21, 856-861.
- Rezayat, M., & Ghaziaskar, H.S. 2010. Continuous Extraction of Glycerol Acetate from Their Mixture Using Supercritical Carbon Dioxide. *Journal of Supercritical Fluids*, 55(2011), 937-943.
- Widayat, Hantoro, S., Abdullah, & Handono, IWK. 2013. Proses Produksi Triasetat dari Gliserol dengan Katalis Asam Sulfat. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 11(4).