

## Esterifikasi Gliserol Produk Samping Biodiesel Menjadi Triasetin Menggunakan Katalis $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$

Tena Riszki Agusti<sup>1)</sup>, Dine Agustine<sup>2)</sup>, Ismi Nurlatifah<sup>3)</sup>

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Islam Syekh Yusuf Tangerang  
Jl. Maulana Yusuf Tangerang 15118, telp. (021)55270611-5527063 fax. 021-5581068  
Email: <sup>1)</sup>[tenarizkiagusti@gmail.com](mailto:tenarizkiagusti@gmail.com), <sup>2)</sup>[dine@unis.ac.id](mailto:dine@unis.ac.id), dan <sup>3)</sup>[isminurlatifah@unis.ac.id](mailto:isminurlatifah@unis.ac.id)

### Abstrak

**Latar Belakang:** Gliserol adalah produk samping biodiesel yang dihasilkan 10% dari pembuatan biodiesel. Gliserol dapat diproses menjadi produk yang lebih ekonomis seperti triasetin. Triasetin digunakan sebagai bahan aditif biodiesel, kosmetik, dan makanan. **Tujuan:** Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui potensi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  sebagai katalis asam dan pengaruh variasi konsentrasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  pada proses esterifikasi gliserol. **Metode:** Aktivasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  dilakukan dengan metode impregnasi dan kalsinasi. Gliserol didapatkan dari proses transesterifikasi biodiesel. Triasetin diperoleh dari reaksi esterifikasi gliserol dimana gliserol direaksikan dengan asam asetat dengan perbandingan rasio mol gliserol dan asam asetat 1:7. Variasi konsentrasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  yang digunakan yaitu 2%, 4%, 6% dan waktu reaksi esterifikasi selama 4 jam pada suhu  $100^\circ\text{C}$ . **Hasil Penelitian:** Konversi gliserol tertinggi diperoleh pada konsentrasi katalis 4% sebanyak 76,22%. **Kesimpulan:** Katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  berpotensi menjadi katalis asam untuk digunakan pada reaksi esterifikasi gliserol menjadi triasetin.

**Kata kunci:** *biodiesel, gliserol, katalis, triasetin*

### Abstract

**Backgrounds:** Glycerol is a byproduct of biodiesel which is produced 10% from the manufacture of biodiesel. Glycerol can be processed into more economical products such as triacetin. Triacetin is used as an additive for biodiesel, cosmetics and food. **Purpose:** This research was conducted to determine the potential of the  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  catalyst as an acid catalyst and the effect of variations in the concentration of the  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  catalyst on the glycerol esterification process. **Method:** The activation of the  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  catalyst was carried out by impregnation and calcination methods. Glycerol is obtained from the biodiesel transesterification process. Triacetin is obtained from the glycerol esterification reaction in which glycerol is reacted with acetic acid with a mole ratio of glycerol and acetic acid 1:7. The concentration variations of the  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  catalyst used were 2%, 4%, 6% and the esterification reaction time was 4 hours at  $100^\circ\text{C}$ . **Result:** The highest glycerol conversion was obtained at a catalyst concentration of 4% as much as 76.22%. **Conclusion:**  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  catalyst has the potential to become an acid catalyst for use in the esterification reaction of glycerol to triacetin.

**Keywords:** *biodiesel, glycerol, catalyst, triacetin*

### I. Pendahuluan

Biodiesel didefinisikan sebagai ester monoalkil dari asam lemak rantai panjang yang berasal dari minyak alami dan lemak tumbuhan dan hewan, merupakan jenis alternatif untuk bahan bakar fosil (Gashaw et al., 2015). Gliserol dihasilkan sekitar 10% dari total volume produk proses pembuatan biodiesel melalui proses transesterifikasi (Khayoon dan Hameed, 2011). Secara umum 4,536 *crude glycerol* dihasilkan dari setiap 45,36 biodiesel yang diproduksi. Perkembangan industri biodiesel sangat pesat berbanding lurus dengan *crude glycerol* yang dihasilkan (Binhayeeding et al., 2017). Gliserol hasil produk samping biodiesel dapat dimanfaatkan

kembali menjadi triasetin sebagai bahan aditif pembuatan biodiesel.

Proses esterifikasi gliserol adalah salah satu metode yang banyak digunakan untuk memproduksi produk turunan gliserol. Produk dari konversi gliserol ini bersifat terbarukan dan ramah lingkungan karena bukan turunan dari minyak bumi. Beberapa penelitian produk turunan gliserol seperti *Glycerol Monostearat*, *Glycerol Triheptanoate*, *Tri-tetra Butyl Glycerol (TTBG)* dan *Tri Acetyl Glycerol/Triacetin (TAG)* (Prasetyo et al., 2012).

Triasetin juga dikenal sebagai 1,2,3-triacetoypropane atau gliserin triasetat adalah ester gliserol yang terbentuk dengan asam asetat. Triasetin dapat diproduksi melalui reaksi asam asetat dengan

gliserol menggunakan katalis asam (Wepoh, 2015). Triasetin dapat diperoleh dengan menggunakan metode esterifikasi gliserol dengan asam asetat. Reaksi esterifikasi yang terjadi antara gliserol dengan asam asetat merupakan reaksi yang berjalan lambat. Reaksi yang berjalan lambat dapat diatasi dengan menggunakan katalis, baik katalis homogen maupun heterogen (Fitrianda, 2016).

Katalis homogen memiliki fasa yang sama dengan reaktan dan produk reaksi, sedangkan katalis heterogen merupakan katalis yang memiliki fasa berbeda dengan reaktan dan produk reaksi (Ingrid et al., 2016). Keunggulan katalis homogen yaitu reaksi tercampur sempurna namun kekurangannya menghasilkan limbah cair dalam jumlah yang besar, sulitnya memisahkan katalis dari produk dan bersifat korosif terhadap peralatan. Oleh karena itu, katalis heterogen lebih unggul untuk digunakan karena mudah dipisahkan, tidak beracun dan tidak korosif sehingga lebih ekonomis. Penggunaan katalis padat dengan modifikasi dalam pembuatan triasetin dikembangkan untuk mendapatkan waktu yang lebih singkat.

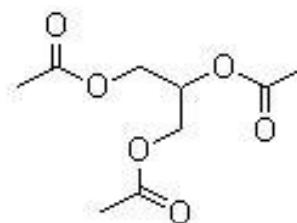
Teknologi terbaru dalam sintesis katalis yaitu penggunaan penyangga katalis. Penyangga katalis bertujuan memperbesar volume pori dan luas permukaan sehingga katalis asam dapat ditempatkan didalam sebanyak-banyaknya (Manga et al., 2018). Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) berwujud padat memiliki keunggulan seperti ramah lingkungan, murah, mudah disiapkan, memiliki stabilitas termal yang sangat baik dan memiliki permukaan asam yang kuat. Aktivasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  bertujuan untuk meningkatkan kinerja katalitik  $\text{TiO}_2$ . Penggunaan  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  sebagai katalis telah dilakukan dalam proses metanolisis minyak jelantah dan membuktikan bahwa  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  dapat digunakan sebagai katalis.

Pemilihan sebuah produk harus memperhatikan tahapan-tahapan untuk memilih produk yang sesuai dengan kebutuhan, salah satunya dimensi produk dan berat produk (Juhara et al., 2019). Penelitian produksi triasetin telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya seperti Defi dkk 2016 menggunakan katalis *fly ash* sawit dengan perbandingan gliserol dan asam asetat 1:7 menghasilkan konversi 47,41%. Sari dkk 2015 menggunakan kataliszeolit alam dengan perbandingan gliserol dan asam asetat 1:7 menghasilkan konversi sebesar 90,02%. Setyaningsih dkk 2017 menggunakan katalis lewatis dengan perbandingan gliserol dan asam asetat 1:6 menghasilkan konversi sebesar 73,65%. Pada penelitian ini akan dilakukan proses esterifikasi gliserol hasil samping biodiesel menjadi triasetin dengan menggunakan katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  sebagai katalis asam.

## II. Tinjauan Pustaka

### 1. Triasetin

Triasetin dikenal sebagai 1,2,3-triacetoxypropane atau gliserin triasetat. Triasetin digunakan dalam aplikasi industri seperti aditif dalam bidang farmasi, kosmetik dan bahan bakar. Penambahan 10% dari triasetin dalam biodiesel dapat menyebabkan peningkatan kinerja mesin dibandingkan dengan biodiesel murni (Wepoh, 2015).



Gambar 1. Struktur Kimia Triasetin

### 2. Katalis

Katalis adalah senyawa yang dapat mengurangi energi aktivasi dan meningkatkan laju reaksi jika ditambahkan ke dalam suatu reaksi. Katalis berfungsi menurunkan energi yang dibutuhkan untuk mencapai keadaan tersebut. Jumlah katalis tidak berubah selama reaksi karena tidak dikonsumsi sebagai bahan dari proses reaksi.

### 3. Biodiesel

Biodiesel ialah alternatif yang dapat diperbaharui untuk diesel minyak bumi konvensional. Biodiesel biasanya diproduksi melalui proses transesterifikasi minyak nabati atau lemak hewani menggunakan alkohol rantai pendek dengan bantuan katalis (Tremblay & Montpetit, 2017).

### 4. Minyak Jelantah

Minyak goreng bekas ialah salah satu bahan baku untuk pembuatan biodiesel. Minyak goreng sering kali dipakai untuk menggoreng secara berulang-ulang, bahkan sampai warnanya coklat tua atau hitam dan kemudian dibuang. Hal itu bisa membahayakan kesehatan karna trigliserida yang ada sudah mengalami kerusakan dan bersifat karsinogenik. Oleh sebab itu, pengolahan minyak jelantah menjadi biodiesel salah satu alternatif dalam pemanfaatan minyak jelantah (Haryanto et al., 2015).

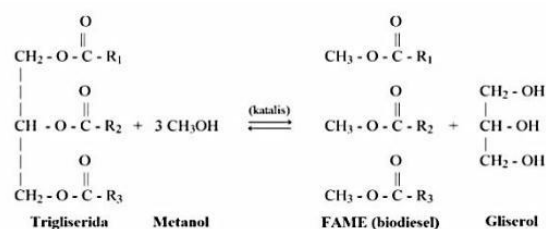
### 5. Gliserol

Gliserol merupakan senyawa alkohol dengan gugus hidroksil berjumlah 3 dikenal dengan nama 1,2,3 propanetriol dan memiliki rumus kimia  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ . Gliserol merupakan cairan yang tidak berwarna, tidak berbau dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis. Manfaat gliserol dalam kehidupan sehari-hari yaitu pada bidang kosmetik sebagai emollient yang berfungsi sebagai pelembab

untuk mengurangi kulit bersisik dan memperbaiki penampilan kulit. Dalam bidang kesehatan, gliserol memiliki fungsi sebagai humectant. Gliserol biasanya juga digunakan sebagai campuran dalam pembuatan polimer. Gliserol tidak hanya menjadi limbah biodiesel melainkan dapat dijadikan sesuatu yang bermanfaat dan menambah nilai ekonomi dengan memodifikasi gliserol menjadi triasetin (Fadliyani & Atun, 2016).

## 6. Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah tahap konversi trigliserida atau minyak nabati menjadi alkil ester melalui reaksi dengan alkohol dan menghasilkan produk samping gliserol (Ary Dewi, 2016).



Gambar 2. Reaksi Transesterifikasi

## 7. Esterifikasi Gliserol

Proses esterifikasi gliserol merupakan salah satu metode yang banyak digunakan untuk memproduksi turunan gliserol. Produk dari konversi gliserol ini bersifat ramah lingkungan dan terbarukan karena bukan merupakan turunan dari minyak bumi (Prasetyo et al., 2012). Esterifikasi gliserol dengan asam asetat dapat menjadi alternatif baik untuk pemanfaatan gliserol sebagai hasil samping dari biodiesel. Produk asetilasi gliserol dengan menggunakan jumlah asam asetat dengan perbandingan 1:3 hingga berlebih akan menghasilkan triasetin, perbandingan 1:2 akan menghasilkan diasetin dan perbandingan 1:1 akan menghasilkan monoasetin (Fitrianda, 2016).

## 8. Titanium Dioksida (TiO<sub>2</sub>)

Titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) tersedia dalam bentuk nanocrystals atau nanodots yang memiliki luas permukaan tinggi. Senyawa ini dimanfaatkan secara luas dalam bidang anatase sebagai pigmen, bakterisida, pasta gigi, fotokatalis dan elektroda dalam sel surya. TiO<sub>2</sub> bersifat tidak beracun, tidak tembus cahaya, berwarna putih dan harganya relatif murah. TiO<sub>2</sub> dapat dihasilkan dari proses sulfat atau klorin.

## 9. Metode Impregnasi

Metode impregnasi sering digunakan untuk mensintesis katalis. Tujuannya yaitu mengisi pori-pori penyangga dengan larutan logam aktif melalui adsorpsi logam dengan merendam penyangga larutan yang mengandung logam aktif. Penyangga memiliki

fungsi sebagai penyedia permukaan yang luas agar lebih mudah menebarkan situs aktif sehingga permukaan kontakannya lebih luas (Fitriana, 2019).

## 10. Kalsinasi

Kalsinasi pada suhu tinggi bertujuan untuk merubah struktur bahan katalis sehingga memiliki efek katalitik yang tinggi, misalnya pori yang lebar dengan volume yang luas tetapi tetap kuat secara mekanis dan termis. Oksida TiO<sub>2</sub> jika kalsinasi dilakukan pada suhu 120°C hingga 500°C akan menghasilkan struktur kristal anatase dengan luas permukaan yang lebih besar. Pada suhu 700°C menghasilkan struktur kristal rutil dengan luas permukaan yang lebih kecil (Brotowati et al., 2018).

## III. Metode Penelitian

### 1. Persiapan Bahan dan Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu *beaker glass*, *erlenmeyer*, labu ukur, *hotplate* dan *magnetic stirrer*, neraca analitik, *rotary evaporator*, destilator, kondensator, alat refluks, *furnace*, oven, alat titrasi, viskometer ostwald, piknometer, corong pisah, kertas saring, XRD dan FTIR. Bahan yang digunakan yaitu minyak jelantah, metanol, TiO<sub>2</sub>, asam sulfat 99%, asam asetat 99%, NaOH, KOH, HCl, indikator fenolftalein, etanol 95%, alkohol 96%, karbon aktif dan aquadest.

### 2. Proses Transesterifikasi

Minyak jelantah disaring untuk memisahkan minyak dengan pengotor. Masukkan 150 gram minyak jelantah dan katalis KOH 1,5% dari berat minyak jelantah kedalam labu leher tiga lalu diaduk dengan kecepatan 800 rpm dan suhu 60°C selama 1 jam. Rasio mol minyak jelantah dan metanol 1:6. Masukkan larutan kedalam corong pisah, diamkan selama 24 jam. Selanjutnya, membuka katup corong pisah untuk memisahkan gliserol dengan metil ester (Kartika & Widyaningsih, 2013).

### 3. Pencucian Biodiesel

Pindahkan lapisan atas kedalam erlenmeyer. Tambahkan aquades yang dihangatkan pada suhu 80°C kedalam erlenmeyer dengan perbandingan 1:1 terhadap lapisan atas. Aduk dengan magnetic stirrer selama 30 menit dengan kecepatan 600 rpm. Diamkan selama 24 jam hingga terbentuk dua lapisan. Pindahkan lapisan atas (metil ester) dengan lapisan bawah (Buchori et al., 2007).

### 4. Pemurnian Gliserol

Proses pemurnian ini dilakukan untuk menghilangkan air, metanol dan sisa asam dalam proses pembuatan biodiesel tersebut. Aquades digunakan sebagai pelarut. Sampel (*crude glycerol*) ditambahkan aquades dengan perbandingan 2:3. Karbon aktif 5% dari berat sampel digunakan untuk menghilangkan warna pada *crude glycerol*.

Campuran diaduk selama 30 menit lalu dibiarkan selama 24 jam. Selanjutnya sampel disaring menggunakan kertas saring. Sampel dimasukkan kedalam *rotary evaporator* dengan tekanan vakum dan suhu 60°C. Untuk meningkatkan kemurnian gliserol, sampel yang sudah dievaporasi didestilasi selama 4 jam (Rifani et al., 2016).

#### 5. Aktivasi Katalis $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$

Menimbang  $\text{TiO}_2$  sebanyak 10 gram kemudian direndam di dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 M. Perbandingan volume  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan serbuk  $\text{TiO}_2$  ditetapkan 2:1. Campuran diaduk terus dengan kecepatan 300 rpm selama 6 jam. Selanjutnya larutan disaring untuk memisahkan padatan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  lalu padatan dikeringkan pada suhu 105°C selama 24 jam. Setelah padatan dikeringkan, dilakukan proses kalsinasi menggunakan furnace pada suhu 400°C selama 4 jam. Material  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  dikarakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) (Manga et al., 2018).

#### 6. Proses Esterifikasi

Proses esterifikasi bertujuan untuk mengkonversi gliserol menjadi triasetin menggunakan asam asetat. Proses dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi katalis (2%, 4%, 6%) dan perbandingan gliserol dan asam asetat 1:7 pada suhu 100°C. Sampel dimasukkan kedalam labu leher tiga kemudian dipanaskan sampai suhu 100°C diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 1000 rpm. Katalisator dimasukan dan waktu dicatat sebagai waktu awal reaksi. Reaksi dihentikan setelah 4 jam. Percobaan diulangi dengan mempelajari pengaruh konsentrasi katalis (Fadliyani & Atun, 2016). Produk dianalisa menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR).

#### 7. Analisis Hasil

Minyak jelantah untuk pembuatan biodiesel sebelumnya dilakukan analisa FFA. Biodiesel yang dihasilkan dilakukan analisa FFA, uji viskositas, uji massa jenis dan uji kadar air. Gliserol produk samping biodiesel dilakukan uji massa jenis, uji kadar air, uji viskositas. Gliserol setelah pemurnian dilakukan uji massa jenis, uji kadar air, uji viskositas dan uji asam total. Triasetin yang dihasilkan dari proses esterifikasi dilakukan uji asam bebas untuk menghitung konversi gliserol. Konversi gliserol didapatkan dari persamaan sebagai berikut:

$$\% \text{ konversi gliserol} = \frac{\text{asam total} - \text{asam bebas}}{\text{asam total}} \times 100\%$$

#### 8. Variabel Penelitian

Variabel tetap dalam penelitian ini adalah komposisi gliserol dan asam asetat yaitu 1:7, suhu reaksi 100°C dan waktu reaksi 4 jam. Variabel bebas dalam

penelitian ini adalah variasi konsentrasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  (2%, 4% dan 6%).

### IV. Hasil dan Pembahasan

#### 1. Transesterifikasi

Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa larutan metil ester (biodiesel) berwarna keruh. Hal ini disebabkan oleh semakin besar jumlah katalis basa yang digunakan dalam reaksi transesterifikasi pada pembuatan metil ester (biodiesel) menyebabkan jumlah metil ester (biodiesel) yang dihasilkan semakin berkurang karena katalis yang berlebih akan membentuk sabun dan menghasilkan produk samping berupa gliserol yang lebih banyak. Pembentukan sabun terlihat dari hasil transesterifikasi yang keruh (Buchori et al., 2007).



Gambar 3. Larutan Metil Ester (Biodiesel)

*Yield* biodiesel yang dihasilkan pada penelitian ini sebesar 81,26%. *Yield* biodiesel dipengaruhi oleh waktu reaksi, suhu reaksi dan kecepatan pengadukan. Proses transesterifikasi dilakukan pada suhu 60°C karena suhu tersebut ialah suhu yang paling cocok untuk proses transesterifikasi biodiesel karna jika proses transesterifikasi dilakukan pada suhu 70°C akan terjadi perubahan fasa metanol dari cair menjadi gas sehingga menyebabkan jumlah metanol dalam fasa cair berkurang karena sudah melewati titik didih metanol (Prihanto & Bambang, 2017). Waktu reaksi transesterifikasi dilakukan selama 1 jam karena pada waktu tersebut reaksi telah berlangsung sempurna pada waktu tersebut sehingga menghasilkan *yield* biodiesel lebih banyak (Sinaga et al., 2014). Kecepatan pengadukan dalam pembuatan biodiesel mengakibatkan reaksi transesterifikasi terjadi lebih cepat disebabkan tumbukan antar reaktan (Miskah et al., n.d.).

Biodiesel yang dihasilkan peneliti tidak sesuai dengan standar biodiesel SNI 7182:2015.

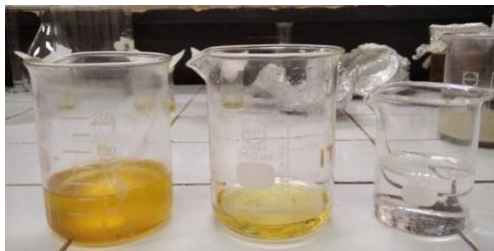
Tabel 1. Hasil Analisa Biodiesel

Analisa	Hasil Analisa	
	SNI 7182:2015	Penelitian Ini
5		Wahyuni dkk, 2011 (Wahyuni et al., 2011)

Massa Jenis	850-890 kg/m <sup>3</sup>	820 kg/m <sup>3</sup>	873,5 kg/m <sup>3</sup>
Viskositas	2,3-6,0 cSt	1,02 cSt	4,649 cSt
Kadar Air	0,05%	2,53%	0,16%

Massa jenis biodiesel penelitian ini sebesar 820 kg/m<sup>3</sup>, nilai massa jenis tersebut hampir mendekati standar biodiesel SNI 7182:2015 dengan rentang 850-890 kg/m<sup>3</sup> dan mendekati hasil yang diharapkan. Nilai viskositas hasil biodiesel pada penelitian ini sebesar 1,02 cSt masih rendah dibawah standar biodiesel SNI 7182:2015 dengan rentang 2,3 – 6,0 cSt. Hal ini disebabkan impuritis yang masih terkandung dalam biodiesel seperti air dan gliserol mengakibatkan nilai viskositas menjadi kecil meskipun sudah dilakukan proses pengeringan. Nilai kadar air biodiesel penelitian ini sangat besar yaitu 2,53% dibanding dengan standar biodiesel SNI 7182:2015 sebesar 0,05%. Hal ini disebabkan proses pengeringan pada pemurnian biodiesel kurang sempurna (Wahyuni et al., 2011).

## 2. Pemurnian Gliserol



Gambar 4. Perbandingan Warna Gliserol

Dari Gambar 4 menunjukkan bahwa perubahan warna yang terjadi pada gliserol dipengaruhi oleh pencucian dengan karbon aktif, evaporasi dan destilasi. Penggunaan karbon aktif dan aquades bertujuan untuk menyerap pengotor yang terkandung dalam gliserol sehingga dapat menurunkan nilai massa jenis gliserol tersebut (Nuraeni et al., 2019).

Perubahan warna juga dipengaruhi oleh evaporasi dan destilasi. Evaporasi dilakukan dengan menggunakan *rotary evaporator* dimana bertujuan untuk menguapkan air dan senyawa lain yang masih terkandung dalam gliserol (Aziz et al., 2008). Produk bawah dari *rotary evaporator* kemudian di destilasi menggunakan destilator. Proses destilasi bertujuan untuk memisahkan sisa-sisa air dan metanol dalam gliserol (Novitasari et al., 2012).

Tabel 2. Perbandingan Sifat Fisik Crude Glycerol Produk Samping Biodiesel dengan Gliserol Murni

Sifat	Hasil Penelitian Ini (Rifani et al., 2016)				Gliserol
	Crude	Gliserol	Crude	Gliserol	

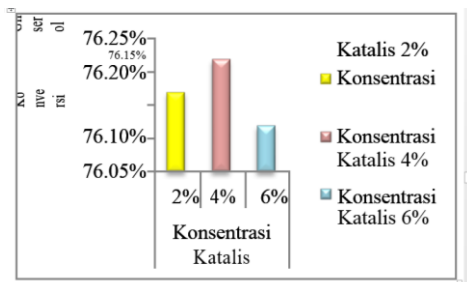
Fisik	Setelah		Setelah		p.a
	Glycerol	Pemurnian	Glycerol	Pemurnian	
Massa					1,26
Jenis (gr/ml)	0,883	0,873	1,188	1,241	2
Viskositas (cP)	422,82	367,29	104,42	325,35	9
Kadar Air (%)	1,39	0,63	10,11	1,98	0,5
	Coklat		Coklat		Beni
Warna	keemasan	Bening	kemerahan	Bening	ng

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa terjadi penurunan nilai massa jenis, viskositas dan kadari air *crude glycerol* setelah dilakukan proses pemurnian. Hal ini disebabkan karena hilangnya pengotor seperti sisa-sisa katalis, air dan metanol yang terkandung dalam gliserol (Wita, 2015).

## 3. Pengaruh Kondisi Proses terhadap Konversi Gliserol

Kondisi proses yang dipelajari yaitu suhu reaksi, waktu reaksi, kecepatan pengadukan dan konsentrasi katalis. Proses esterifikasi gliserol dilakukan pada suhu 100°C karna saat suhu reaksi mencapai suhu tersebut terjadi peningkatan laju reaksi yang disebabkan tumbukan antar molekul karena energi yang dimiliki oleh molekul bertambah besar.

Proses esterifikasi gliserol dilakukan selama 4 jam karena katalis yang digunakan adalah katalis heterogen dimana katalis heterogen membutuhkan waktu yang lama untuk bereaksi (rata-rata 2-4 jam) dengan suhu yang lebih tinggi (Buchori et al., 2015). Kecepatan pengadukan mempengaruhi reaksi esterifikasi. Semakin tinggi kecepatan pengadukan maka semakin besar peluang tumbukan antara reaktan dan pereaksi sehingga meningkatkan laju reaksi (Setyaningsih et al., 2017).



**Gambar 5.** Konversi Gliserol Terhadap Variasi Konsentrasi Katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$



**Gambar 6.** Katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  setelah proses kalsinasi

Pada penelitian ini, konversi tertinggi diperoleh pada konsentrasi katalis 4% sebesar 76,22% dengan rasio mol reaktan gliserol dan asam asetat 1:7 pada waktu reaksi 4 jam. Semakin tinggi konsentrasi katalis yang digunakan semakin tinggi konversi gliserol yang didapatkan (Defi et al., 2016). Hasil ini membuktikan bahwa katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  bisa mengkonversi gliserol menjadi triasetin lebih baik.

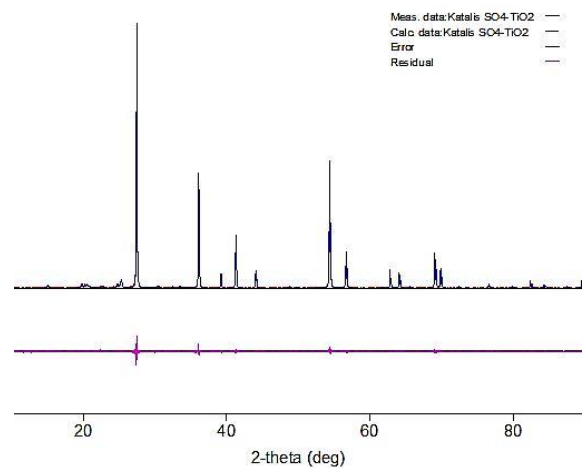
Pada penelitian ini, konversi tertinggi diperoleh pada konsentrasi katalis 4% sebesar 76,22%. Konsentrasi katalis 2% diperoleh konversi sebanyak 76,17% dan konversi terendah pada konsentrasi 6% sebanyak 76,12%. Dari Grafik 4.1 dapat terlihat bahwa saat penambahan konsentrasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  sebanyak 6%, terjadi penurunan nilai konversi gliserol. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa kondisi optimum esterifikasi gliserol terdapat pada variasi konsentrasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  yaitu 4%.

Penurunan nilai konversi gliserol terjadi disebabkan karena jumlah situs aktif pada katalis sudah mendekati jumlah maksimum yang dibutuhkan reaktan. Selain itu karena katalis berupa padatan maka akan menyebabkan terjadinya dead zone dalam reaktor. Dimana dead zone merupakan kontak antara katalis dan reaktan tidak terjadi karena pencampuran yang tidak sempurna disebabkan oleh tingginya konsentrasi padatan (Setyaningsih et al., 2017). Hasil penelitian ini dapat dibandingkan dengan penelitian terdahulu seperti yang terlihat pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Perbandingan Penggunaan Katalis

Katalis	Konversi (%)	Referensi
$\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$	76,22	Penelitian ini
Fly Ash	47,41	Defi dkk (2016)
Indion 225 Na	41,7	Nuryoto, dkk (2011)
Amberlyst-15	50	Gelosa, dkk (2003)

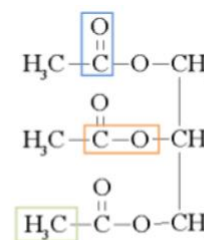
#### 4. Analisis Katalis $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$



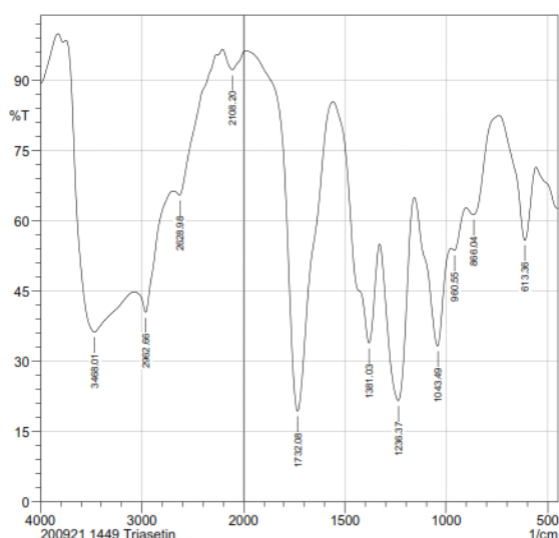
**Gambar 7.** Difaktogram Katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$

Hasil karakterisasi katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  menggunakan XRD menunjukkan bahwa puncak berada di  $2\theta = 27^\circ$ . Hal ini menunjukkan karakteristik katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  bersifat anatase dimana fase anatase memiliki luas permukaan yang besar. Ini juga menunjukkan bahwa katalis  $\text{SO}_4^{2-}/\text{TiO}_2$  berpotensi menjadi pendukung katalis atau diaplikasikan sebagai adsorben (Manga et al., 2018).

#### 5. Hasil Analisa Triasetin



**Gambar 8.** Rumus Bangun Triasetin



Gambar 9. Hasil analisa FTIR triasetin

Tabel 4. Panjang Gelombang IR-Spektrum Triasetin

Senyawa Triasetin		Triasetin Hasil Esterifikasi	
Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Ikatan	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Ikatan
1200-1275 cm <sup>-1</sup>	C-O	1236,37 cm <sup>-1</sup>	C-O
1380-1385 cm <sup>-1</sup>	-CH <sub>3</sub>	1381,03 cm <sup>-1</sup>	-CH <sub>3</sub>
1700-1750 cm <sup>-1</sup>	C=O	1732,08 cm <sup>-1</sup>	C=O
3000-3750 cm <sup>-1</sup>	O-H	3468,01 cm <sup>-1</sup>	O-H

Berdasarkan pada Gambar 9 senyawa triasetin memiliki gugus ester. Selain gugus ester juga terdapat gugus ikatan atom karbon dengan karbon dan gugus metil.

Triasetin memiliki gugus fungsi ester dengan panjang gelombang 1690-1760 cm<sup>-1</sup> (Silaban et al., 2015). Dari produk didapatkan gugus ester pada bilangan gelombang 1732,08 cm<sup>-1</sup>. Gugus metil yang terindikasi pada bilangan gelombang 1381,03 cm<sup>-1</sup>. Gugus hidroksil yang teridentifikasi pada bilangan gelombang 3468,01 cm<sup>-1</sup> diduga berasal dari sisa gliserol. Berdasarkan data pada Tabel 4 dapat dikatakan bahwa sampel merupakan triasetin sebagai hasil esterifikasi gliserol dengan asam asetat.

## V. Kesimpulan

Dari percobaan dan pembahasan yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Konversi tertinggi yang dihasilkan adalah pada penggunaan katalis konsentrasi 4% dengan konversi gliserol 76,22%.
2. Katalis SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/TiO<sub>2</sub> berhasil diaktivasi dan berpotensi menjadi katalis asam untuk

digunakan pada reaksi esterifikasi gliserol menjadi triasetin.

## Daftar Pustaka

- Ary Dewi, C. W. (2016). Analisis Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah. *Jurnal Agroteknose*, VII(II), 38–44.
- Aziz, I., Nurbayti, S., & Luthfiana, F. (2008). Pemurnian Gliserol Dari Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menggunakan Bahan Baku Minyak Goreng Bekas. *Jurnal Kimia VALENSI*, 1(3).
- Binhayeeding, N., Klomkiao, S., & Sangkharak, K. (2017). Utilization of Waste Glycerol from Biodiesel Process as a Substrate for Mono-, Di-, and Triacylglycerol Production. *Energy Procedia*, 138, 895–900.
- Brotowati, S., Jurusan, D., Kimia, T., Negeri, P., & Pandang, U. (2018). Pengaruh Suhu Kalsinasi Pada Sintesis Katalis Padat Titanium. 2018, 167–171.
- Buchori, L., Diponegoro, U., Widayat, W., & Diponegoro, U. (2007). Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Goreng Bekas Dengan Proses. *Jurnal Teknik*, 28(2), 83–93.
- Buchori, L., Istadi, I., & Purwanto, P. (2015). Perkembangan Proses Produksi Biodiesel Sebagai Bahan Bakar Alternatif. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*, 1–9.
- Defi, T. ', Helwani, Z. ', & '. K. (2016). Pemanfaatan Fly Ash Sawit sebagai Katalis Asam dalam Proses Esterifikasi Gliserol sebagai Produk Samping Biodiesel Menjadi Triacetin. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*, 3(1), 1–7.
- Fadliyani, N., & Atun, S. (2016). the Utilization of Glycerol, Biodiesel Side Product of Used Cooking Oil As Glycerol Acetate Material Synthesis. *Jurnal Penelitian Sainstek*, 20(2).
- Fitrianda, M. I. (2016). *Digital Digital Repository Repository Universitas Universitas Jember Jember Digital Digital Repository Repository Universitas Universitas Jember diakses tahun 2018*.
- Gashaw, A., Getachew, T., & Mohammed, A. (2015). A Review On Biodiesel Production As Alternative Fuel. *Journal of Forest Products and Industries*, 4(2), 80–85.
- Haryanto, A., Silviana, U., Triyono, S., & Prabawa, S. (2015). Produksi Biodiesel Dari Transesterifikasi Minyak Jelantah Dengan Bantuan Gelombang Mikro: Pengaruh Intensitas Daya Dan Waktu Reaksi Terhadap Rendemen Dan Karakteristik Biodiesel. *Jurnal Agritech*, 35(2), 234.
- Inggrid, D. H. M., Sc, M., Christiana, E., Arvina, S., Paru, M. P., & Santosa, T. (2016). *METODE KARBONISASI HIDROTERMAL SATU*

- TAHAP Disusun Oleh : Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat.*
- Kartika, D., & Widyarningsih, S. (2013). Konsentrasi Katalis dan Suhu Optimum pada Reaksi Esterifikasi menggunakan Katalis Zeolit Alam Aktif (ZAH) dalam Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah. *Jurnal Natur Indonesia*, 14(3), hlm.219.
- Khayoon, M. S., & Hameed, B. H. (2011). Acetylation of glycerol to biofuel additives over sulfated activated carbon catalyst. *Bioresource Technology*, 102(19), 9229–9235.
- Manga, J., Utomo, W. B., & Ruso, S. (2018). Sintesis Katalis Padat SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> / TiO<sub>2</sub> Dengan Metode Impregnasi Dan Aplikasinya Pada Metanolisis Minyak Jelantah. *Prosiding*
- Miskah, S., Apriani, R., & Miranda, D. (n.d.). *DARI LEMAK AYAM DENGAN PROSES TRANSESTERIFIKASI*. 23(1), 57–66.
- Novitasari, D., Ratnasari, D., & Setyawardhani, D. A. (2012). *Pemurnian gliserol dari hasil samping pembuatan biodiesel*. 11(1), 13–17.
- Nuraeni, N., Yun, Y. F., & Agustini, D. M. (2019). Pembuatan Biodiesel dari Minyak Jelantah Menggunakan Adsorben Karbon Aktif dan Pembuatan Triasetin dengan Katalis Asam Nitrat. *Jurnal Kartika Kimia*, 2(1), 17–22.
- Prasetyo, A. E., Widhi, A., & Widayat, W. (2012). Potensi Gliserol Dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 10(1), 26.
- Prihanto, A., & Bambang, T. A. (2017). *Pengaruh Temperatur , Konsentrasi Katalis Dan Rasio Molar Metanol- Minyak Terhadap Yield Biodisel Dari Minyak Goreng Bekas Melalui Proses*. 13(1), 30–36.
- Rifani, B. S., Helwani, Z. S., & S. K. (2016). Esterifikasi Gliserol Produk Samping Biodiesel dan Asam Asetat Menjadi Triacetin Menggunakan Katalis Fly Ash. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*, 3(2), 1–5.
- Setyaningsih, L. W. N., Rizkiyaningrum, U. M., & Andi, R. (2017). Pengaruh Konsentrasi Katalis dan Reusability Katalis pada Sintesis Triasetin dengan Katalisator Lewatit. *Teknoin*, 23, 56–62.
- Sinaga, S. V., Haryanto, A., & Triyono, S. (2014). *PENGARUH SUHU DAN WAKTU REAKSI PADA PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH [ EFFECTS OF TEMPERATURE AND REACTION TIME ON THE BIODIESEL PRODUCTION USING WASTE COOKING OIL ]*. 3(1), 27–34.
- Tremblay, A. Y., & Montpetit, A. (2017). The in-process removal of sterol glycosides by ultrafiltration in biodiesel production. *Biofuel Research Journal*, 4(1), 559–564.
- Wahyuni, S., Kadarwati, S., Wahyuni, S., & Kadarwati, S. (2011). Sintesis Biodiesel Dari Minyak Jelantah Sebagai Sumber Energi Alternatif Solar. *Sintesis Biodiesel Dari Minyak Jelantah Sebagai Sumber Energi Alternatif Solar*, 9(1), 51–62.
- Wepoh, H. (2015). *Synthesis of Triacetin from Glycerol*. September, 3–10.
- Juhara, S., Shahnabiel Hayat, R., Kunci, K., Baku, B., & Proses, K. (2019). Pemilihan Pemasok Bahan Baku Berdasarkan Analisis Kapabilitas Proses Dimensi Dan Berat Produk. *Seminar Nasional Teknologi Fakultas Teknik Universitas Krisnadwipayana*, 253–261.



