

Sintesis Asil Gliserol Melalui Reaksi Esterifikasi Asam Oleat dengan Gliserol

Caesar Purnama Husada¹, Hary Sulisty^{2*}, dan Wahyudi Budi Sediawan²

¹Program Studi Magister Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Jl. Grafika No. 2, Kampus UGM, Yogyakarta, 55281, Indonesia

²Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Jl. Grafika No. 2, Kampus UGM, Yogyakarta, 55281, Indonesia

*E-mail: hary@ugm.ac.id

Abstract

Acyl glycerol derivatives from oleic acid, especially monoacylglycerol (MAG) and diacylglycerol (DAG), are products that is widely used in the food, lubricant, and cosmetic industries. Acyl glycerol can be obtained through esterification reaction of glycerol with fatty acids. This study aims to determine the effect of temperature on the conversion and amount of acyl glycerol produced. This research was conducted using a batch system with temperature variations of 80°C, 100°C, and 120°C with HCl 1%wt as catalyst and 1:1 reactant mole ratio (glycerol: oleic acid) for 2 hours reaction time. Samples were taken every 10 minutes, then the samples were analyzed using Thin Layer Chromatography (TLC) to determine the fraction of the product produced. The experimental results showed that increasing the temperature will produce higher conversions and acyl glycerols. The highest conversion of oleic acid occurred at 120°C (43.016%), with mole percentage of 1,796% monoacylglycerol (MAG), 3,820% diacylglycerol (DAG), and 5,813% triacylglycerol (TAG).

Keywords: acyl glycerol; esterification; glycerol; HCl; oleic acid

Pendahuluan

Asil-asil gliserol seperti monoasilgliserol (MAG), dan diasilgliserol (DAG) merupakan produk turunan komersial gliserol yang sangat penting dalam industri makanan, farmasi, dan kosmetik, dikarenakan MAG dan DAG memiliki karakteristik senyawa surfaktan/emulsifier (Singh *et al.* 2013).

Berdasarkan data BPS (2007), kebutuhan emulsifier dalam negeri meningkat tiap tahun dengan nilai rata-rata sebesar 4%. Sekitar 70% emulsifier yang digunakan di industri adalah monoasilgliserol (MAG) dengan status RGAS (Generally Recognized As Safe) yaitu menggunakan bahan dan proses yang aman digunakan untuk makanan (Rumondang *et al.* 2016).

Asil-asil gliserol dapat dihasilkan melalui reaksi esterifikasi langsung gliserol dengan asam karboksilat. Asam karboksilat yang banyak digunakan di era industri surfaktan saat ini adalah asam lemak (Pagliaro dan Rossi 2008).

Di Indonesia gliserol dan asam lemak merupakan bahan baku yang cukup melimpah. Berdasarkan data yang dilansir oleh APROBI (Asosiasi Produsen Biofuel Indonesia) total produksi biodiesel Januari-Oktober 2020 di Indonesia mencapai 7.197.618,97 kiloliter dan crude glycerol (CG) yang dihasilkan dari produksi biodiesel bisa mencapai sekitar 10% berat dari produksi biodiesel (Bagnato *et al.* 2017). Sedangkan potensi asam lemak di Indonesia berasal dari Crude Palm Oil (CPO). Berdasarkan data dari Direktorat Jenderal Perkebunan 2019 estimasi produksi CPO di Indonesia pada tahun 2020 mencapai 49.117.260 ton dengan kandungan asam lemak yang dominan adalah asam oleat dan asam palmitat (Sujadi *et al.* 2016).

Dari beberapa asam lemak yang menyusun surfaktan asil gliserida (MAG dan DAG), asam oleat merupakan salah satu asam lemak yang kegunaannya sangat banyak seperti defoamer pada pengolahan susu, bahan dasar nanoparticulate liquid dispersions untuk drug delivery, water in oil emulsifier, dan sektor pelumasan/lubricant (Kong *et al.* 2016).

Pada penelitian ini asil-asil gliserol diperoleh melalui esterifikasi gliserol dengan asam oleat dengan katalis HCl pekat (1% wt). Reaksi ini merupakan reaksi kesetimbangan endoterm. Sesuai dengan hukum Le Chatelier pemanasan diperlukan untuk mengarahkan kesetimbangan kearah produk serta mempercepat reaksi atau dapat dikatakan semakin tinggi suhu reaksi maka yield asil-asil gliserol yang dihasilkan semakin tinggi (Indrayanah *et al.*).

Analisis kandungan monoasilgliserol (MAG), diasilgliserol (DAG), dan triasilgliserol (TAG) dilakukan menggunakan instrumen Thin Layer Chromatography (TLC).

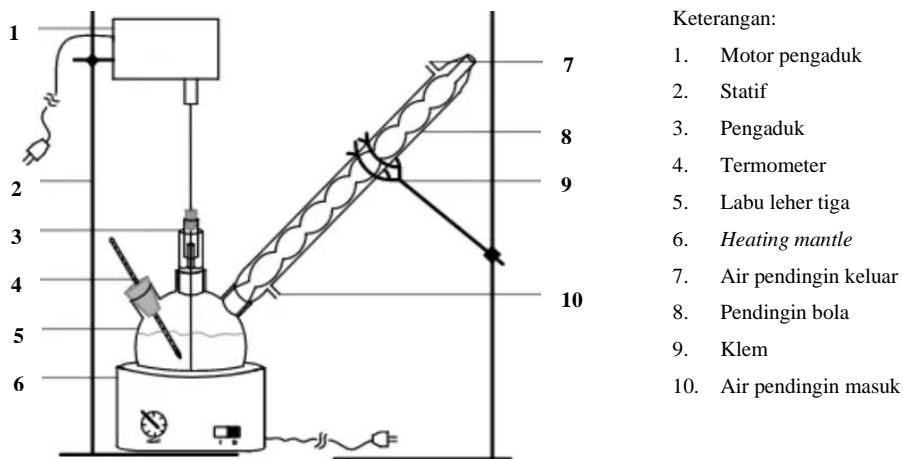
Metode Penelitian

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Gliserol teknis dengan rapat massa $1,256 \text{ g/cm}^3$ (CV Genera Labora), Asam Oleat teknis ($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$) dengan rapat massa $0,888 \text{ g/cm}^3$ (CV Multi Jaya Kimia), Katalis HCl pekat berupa HCl 37% p.a. (Merck).

Esterifikasi Asam Palmitat dan Gliserol

Reaksi esterifikasi dilakukan pada labu reaktor (labu leher tiga) yang dirangkai dengan pengaduk IKA Ultra-Turrax TP-18/10S1 *bench top homogenizer* yang disambungkan dengan regulator (untuk mengatur kecepatan putarnya), hot plate, pendingin bola, dan *thermometer*. Mengukur volume asam oleat dan gliserol dengan rasion mol 1:1 kemudian dipanaskan hingga mencapai suhu reaksi (Penelitian dilakukan pada suhu dengan variasi suhu 80°C , 100°C , dan 120°C), kemudian mencampurkan asam oleat dengan gliserol pada labu reaktor menggunakan homogenizer dengan kecepatan putar tetap (skala regulator: 80 atau setara $\pm 6400 \text{ rpm}$), lalu mengambil sampel untuk $t=0$ (sebelum katalis dimasukkan kedalam reaktor). Setelah itu masukkan katalis HCl sebanyak 1% berat asam oleat. pengambilan sampel dilakukan setiap 10 menit. Proses ini diulangi untuk variabel suhu selanjutnya. Kadar asil-asil gliserol (MAG, DAG dan TAG) diperoleh melalui analisa sampel dengan menggunakan metode Thin Layer Chromatography (TLC).



Gambar 1. Rangkaian alat esterifikasi

Hasil dan Pembahasan

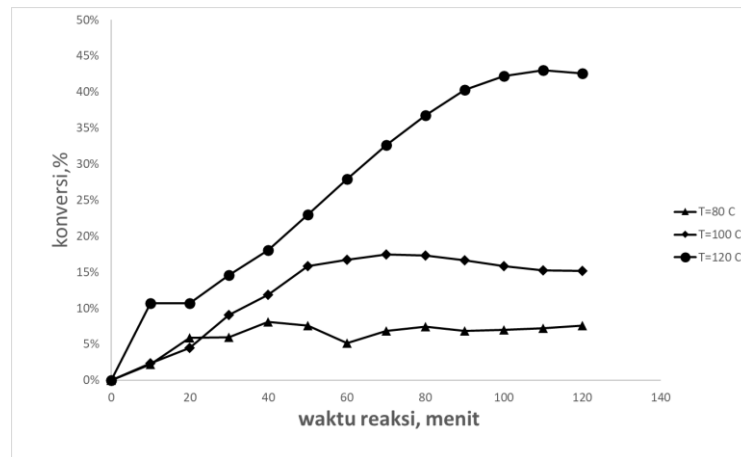
Penelitian ini dilakukan pada rasio mol reaktan gliserol/asam oleat (1:1) dan konsentrasi katalis HCl 1% dengan kecepatan pengadukan $\pm 6400 \text{ rpm}$. Berdasarkan hasil penelitian yang ditunjukkan pada Gambar 3, 4a, 4b, dan 4c konversi asam oleat serta pembentukan asil-asil gliserol (MAG, DAG, dan TAG) cenderung meningkat seiring dengan meningkatnya suhu. Setelah 120 menit waktu reaksi, konversi asam oleat dan jumlah asil-asil gliserol tertinggi diperoleh pada suhu 120°C dengan konversi sebesar 43,016%, persentase mol MAG sebesar 1,796%, persentase mol DAG sebesar 3,820%, dan persentase mol TAG sebesar 5,813%.

Hal ini menunjukkan bahwa reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh suhu reaksi. Meningkatnya konversi dan jumlah asil-asil gliserol dikarenakan meningkatnya suhu reaksi menunjukkan bahwa reaksi esterifikasi asam oleat dengan gliserol secara keseluruhan merupakan reaksi endotermis (Ilgen 2014). Meningkatkan suhu reaksi juga dapat meningkatkan energi reaktan sehingga membantu reaktan untuk mencapai energi aktivasinya (Triyono 2010).

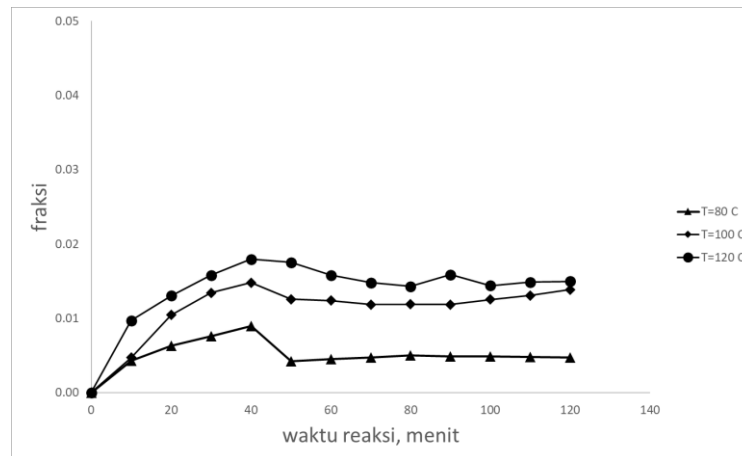
Selain itu terjadi kenaikan konversi yang signifikan pada waktu reaksi 40-100 menit di suhu 120°C hal ini disebabkan karena mulai terbentuknya senyawa triasilgliserol (TAG) sehingga jumlah produk-produk intermediate (MAG dan DAG) harus mengimbangi kecepatan pembentukan TAG, berdasarkan persamaan reaksi pertama pada Gambar 1 dan juga prinsip kesetimbangan Le Chatelier berkurangnya MAG yang disebabkan terbentuknya TAG akan mengarahkan persamaan reaksi pertama ke arah pembentukan MAG yang menyebabkan konversi asam oleat menjadi lebih banyak secara signifikan (Oktaviana 2010).

Pada Gambar 4a terlihat bahwa terjadi penurunan pembentukan MAG pada waktu reaksi 40-70 menit untuk setiap variasi suhu. Selain itu Gambar 4b juga menunjukkan adanya penurunan DAG secara signifikan yang terjadi pada suhu 120°C untuk waktu reaksi 40-80 menit. Hal ini disebabkan karena MAG dan DAG merupakan produk intermediate dari reaksi kesetimbangan yang dimana pembentukannya sangat bergantung pada produk berikutnya, berdasarkan persamaan reaksi dan prinsip kesetimbangan Le Chatelier, pembentukan MAG yang tinggi akan

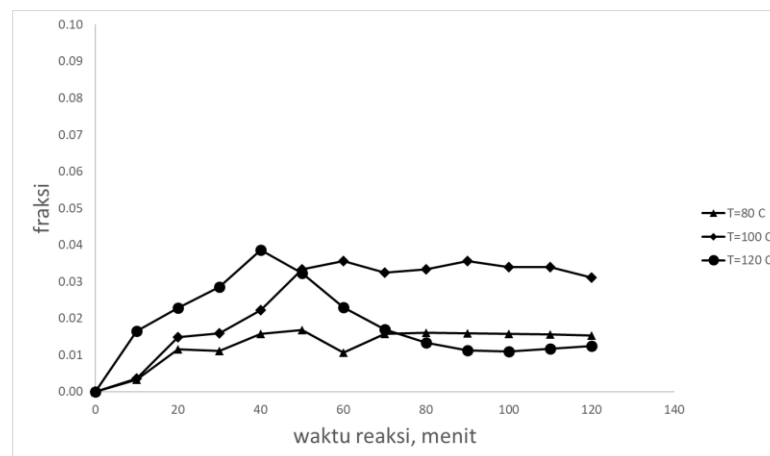
mengarahkan reaksi kearah pembentukan DAG sehingga terjadi penurunan jumlah MAG sedangkan pembentukan DAG yang tinggi akan mengarahkan reaksi kearah pembentukan TAG sehingga terjadi penurunan jumlah DAG. Penurunan ini akan terus terjadi hingga tercapai konversi kesetimbangannya (Oktaviana 2010).



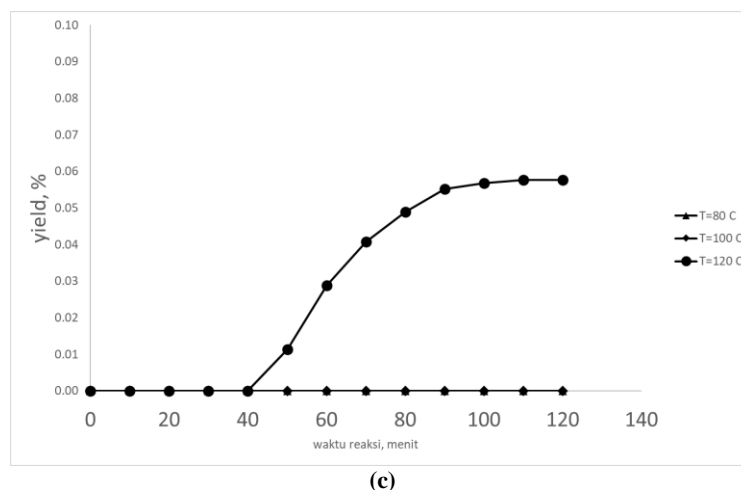
Gambar 1. Pengaruh suhu reaksi terhadap konversi asam oleat



(a)



(b)



Gambar 2. Pengaruh suhu reaksi terhadap jumlah (a) MAG (b) DAG (c) TAG. Note: ▲=80°C, ◆= 100°C, ●= 120°C

Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kenaikan suhu reaksi akan cenderung meningkatkan konversi asam oleat serta jumlah asil-asil gliserol (MAG, DAG, dan TAG) secara signifikan. Konversi asam oleat, dan jumlah asil-asil gliserol (MAG, DAG, dan TAG) tertinggi diperoleh pada suhu 120°C dengan nilai konversi sebesar 43,016%, persentase mol MAG sebesar 1,796%, persentase mol DAG sebesar 3,820%, dan persentase mol TAG sebesar 5,813%.

Daftar Pustaka

- Bagnato G, Iulianelli A, Sanna A, Basile A. 2017. Glycerol production and transformation: A critical review with particular emphasis on glycerol reforming reaction for producing hydrogen in conventional and membrane reactors. *Membranes (Basel)*. 7(2).doi:10.3390/membranes7020017.
- Ilgen O. 2014. Investigation of reaction parameters, kinetics and mechanism of oleic acid esterification with methanol by using Amberlyst 46 as a catalyst. *Fuel Process. Technol.* 124:134–139.doi:10.1016/j.fuproc.2014.02.023.
- Indrayanah S, Leung KK, Yau YH. Esterification Reaction of Glycerol and Palm Oil Oleic Acid Using Methyl Ester Sulfonate Acid Catalyst as Drilling Fluid Formulation Esterification Reaction of Glycerol and Palm Oil Oleic Acid Using Methyl Ester Sulfonate Acid Catalyst as Drilling Fluid F. .doi:10.1088/1742-6596/755/1/011001.
- Kong PS, Aroua MK, Daud WMAW. 2016. Conversion of crude and pure glycerol into derivatives: A feasibility evaluation. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 63:533–555.doi:10.1016/j.rser.2016.05.054.
- Oktaviana. 2010. Pengaruh Komposisi Katalis H-Zeolit dan Kecepatan Pengadukan Pada Sintesa Plastisizer Butil Oleat. *Africa Educ. Rev.* 15(1):156–179.
- Pagliari M, Rossi M. 2008. *The future of glycerol: 2nd Edition*. Volume ke-2008.
- Rumondang I, Setyaningsih D, Hermanda A, Besar B, Ri KP. 2016. Synthesis of Mono-Diacylglycerol Based Glycerol and Palm Fatty Acid Distillate. *J Kim. dan Kemasan.* 38(1):1–6.
- Singh D, Patidar P, Ganesh A, Mahajani S. 2013. Esterification of oleic acid with glycerol in the presence of supported zinc oxide as catalyst. *Ind. Eng. Chem. Res.* 52(42):14776–14786.doi:10.1021/ie401636v.
- Sujadi S, Hasibuan HA, Rahmadi HY, Purba AR. 2016. KOMPOSISI ASAM LEMAK DAN BILANGAN IOD MINYAK DARI SEMBILAN VARIETAS KELAPA SAWIT DxP KOMERSIAL DI PPKS. *J. Penelit. Kelapa Sawit.* 24(1):1–11.doi:10.22302/iopri.jur.jpks.v24i1.1.
- Triyono T. 2010. Correlation Between Preexponential Factor and Activation Energy of Isoamylalcohol Hydrogenolysis on Platinum Catalysts. *Indones. J. Chem.* 4(1):1–5.doi:10.22146/ijc.21867.