



## Sintesis Surfaktan Non-ionik Berbasis Asam Palmitat Melalui Reaksi Esterifikasi dengan Gliserol

Emma Purbaningdyah<sup>1</sup>, Hary Sulisty<sup>2\*</sup>, dan Wahyudi Budi Sediawan<sup>2</sup>

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

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

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

### Abstract

*Esterification of glycerol using the fatty acids is one of methods that is widely used in the conversion of glycerol to synthesize products containing monoacylglycerol (MAG) and diacylglycerol (DAG). Among the various types of surfactants, monoacylglycerol (MAG) and diacylglycerol (DAG) are the most widely used of non-ionic surfactants in many industries such as food, pharmacy and cosmetic. This study aims to determine the effect of temperature on the conversion of palmitic acid and the concentration fraction of products. This research was conducted in a batch system with the temperature variations of 80°C, 100°C and 120°C; using 1% HCl catalyst concentration of palmitic acid mass, and reactant mole ratio of 1:1 (glycerol: palmitic acid). Samples were taken every 10 min during 120 min of reaction, to be analyzed by Thin Layer Chromatography (TLC) to determine the concentration fraction of products. The experimental results showed that increasing temperature enhanced the products formation, thus, increased the fraction concentration of products. However, the highest conversion of palmitic acid (80.14%) was obtained at 120°C, with concentration fraction of 1.67% monoacylglycerol (MAG), 10.96% diacylglycerol (DAG) and 6.01% triacylglycerol (TAG).*

**Keywords:** glycerol; palmitic acid; HCl; esterification; surfactan

### Pendahuluan

*Emulsifier* merupakan bahan tambahan pada produk farmasi dan makanan yang berfungsi untuk menstabilkan emulsi. Pada makanan, *emulsifier* berperan sebagai bahan tambahan untuk mempertahankan konsistensi, bentuk makanan serta sebagai pengembang, contohnya pada produk kue dan es krim. Meningkatnya produksi bahan pangan serta produk farmasi yang menggunakan *emulsifier* mendorong pasar dunia untuk menyediakan *emulsifier* dalam jumlah besar (Nisa et al., 2020).

Monoasilgliserol (MAG) dan diasilgliserol (DAG) adalah surfaktan non-ionik yang digunakan pada berbagai produk industri. MAG dan DAG dikonsumsi pada tingkat tahunan sebesar 70% dari total konsumsi dunia sebagai pengemulsi yang digunakan dalam industri makanan seperti pada produk susu, margarin, roti dan saus. DAG juga umumnya digunakan sebagai pengemulsi dan penstabil dalam makanan, kosmetik dan industri farmasi (Sellami et al., 2012).

Berdasarkan penelitian Mostafa et al. (2013), percobaan dilakukan pada suhu (195°C), rasio molar gliserol/asam lemak (1:1), dan menggunakan jenis asam lemak yang berbeda (asam oleat, asam stearat, dan asam palmitat) dilaporkan bahwa rantai panjang dan tidak jenuh asam lemak membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama dibandingkan dengan rantai yang lebih pendek dan asam lemak jenuh. Dari hasil penelitian tersebut, asam palmitat menjadi pilihan terbaik sebagai bahan baku untuk sintesis MAG dan DAG melalui reaksi esterifikasi.

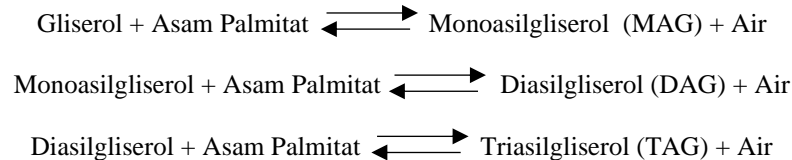
MAG dan DAG dapat dihasilkan dari dua proses, yaitu esterifikasi langsung dari gliserol dengan asam lemak dan gliserolisis minyak atau lemak dengan gliserol. Sintesis MAG dan DAG telah dilakukan dengan menggunakan berbagai jenis katalis asam, baik katalis homogen maupun katalis heterogen. Esterifikasi dapat dilakukan dengan katalis asam seperti HCl dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Kartika and Widyaningsih, 2012). Selain itu, menurut Su (2013), HCl merupakan katalis yang memiliki sifat *recoverability* yang baik sehingga mudah dipisahkan. Seperti penelitian Rosdiani and Atun (2015), penggunaan katalis HCl dalam reaksi esterifikasi antara gliserol dan asam stearat dilaporkan menghasilkan rendemen sebesar 80,53%.

Pada penelitian Yusoff and Abdullah (2016), proses esterifikasi gliserol dan asam palmitat dilaporkan menghasilkan *yield* MAG sebesar 43% dan konversi asam palmitat mencapai 86%. Pada penelitian Zhang et al. (2017), proses esterifikasi gliserol dan asam oleat dilaporkan menghasilkan *yield* DAG sebesar 59,6%. Pada penelitian



Hamerski et al. (2016), proses esterifikasi gliserol dan asam oleat dilaporkan menghasilkan konversi gliserol sebesar 90%.

Berdasarkan tinjauan dari beberapa penelitian referensi di atas, maka pada penelitian ini akan diajukan kebaruan yaitu optimasi proses esterifikasi dengan bahan baku gliserol dan asam palmitat menggunakan katalis HCl. Selama reaksi esterifikasi antara asam palmitat dengan gliserol berlangsung perlu dilakukan analisis yang akan membantu penentuan variabel suhu operasi. Analisis yang dilakukan pada penelitian ini yaitu analisis konsentrasi monoasilgliserol (MAG), diasilgliserol (DAG), triasilgliserol (TAG), dan *free fatty acids* (FFA) menggunakan *Thin Layer Chromatography* (TLC).



**Gambar 1.** Persamaan Reaksi Esterifikasi Gliserol dengan Asam Palmitat (Hamerski et al., 2016)

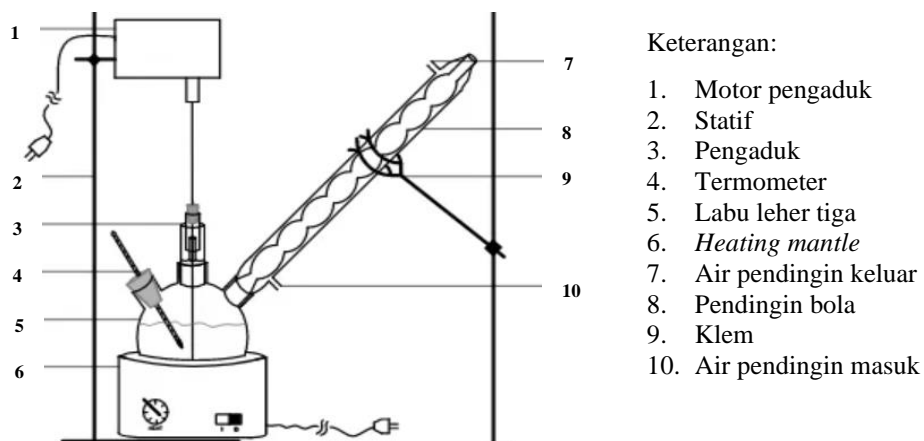
## Metode Penelitian

### Bahan

Penelitian ini menggunakan gliserol ( $\text{C}_3\text{H}_5(\text{OH})_3$ ) teknis dengan rapat massa  $1,2565 \text{ g/cm}^3$ . Asam palmitat ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ ) diperoleh dari PT. Sinarmas Oleochemical yang memiliki kadar 99,99% dengan rapat massa  $0,853 \text{ g/cm}^3$ . Katalis HCl pekat berupa HCl 37% p.a. (Merck).

### Esterifikasi Asam Palmitat dan Gliserol

Sebanyak 307.704 gram asam palmitat dan 90 ml gliserol dengan rasio molar asam palmitat/gliserol (1:1). Asam palmitat dimasukkan ke dalam *beaker glass* untuk dipanaskan, asam palmitat yang telah mencair kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga untuk dipanaskan sampai mendekati suhu yang diinginkan. Selanjutnya, gliserol dipanaskan dalam *beaker glass* sampai mendekati suhu yang diinginkan. Setelah itu gliserol dimasukkan ke dalam labu leher tiga hingga suhu terjaga dengan pengaduk IKA Ultra-Turrax TP-18/10S1 *bench top homogenizer* tetap beroperasi. Pengaduk disambungkan dengan *regulator* untuk mengatur kecepatan putarnya. Sampel larutan diambil untuk dianalisis konsentrasi awal. Selanjutnya katalisator dimasukkan dan waktu dicatat sebagai waktu awal reaksi. Setiap selang waktu 10 menit sampel diambil untuk dianalisis konsentrasi monoasilgliserol (MAG), diasilgliserol (DAG), triasilgliserol (TAG), dan *free fatty acids* (FFA). Reaksi dihentikan setelah waktu reaksi 120 menit. Penelitian dilakukan dengan variasi suhu ( $80^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$ , dan  $120^\circ\text{C}$ ) dengan konsentrasi katalisator HCl 1% berat asam palmitat, kecepatan pengadukan konstan  $\pm 6400 \text{ rpm}$ .



**Gambar 2.** Rangkaian Alat Esterifikasi

### Analisis Hasil

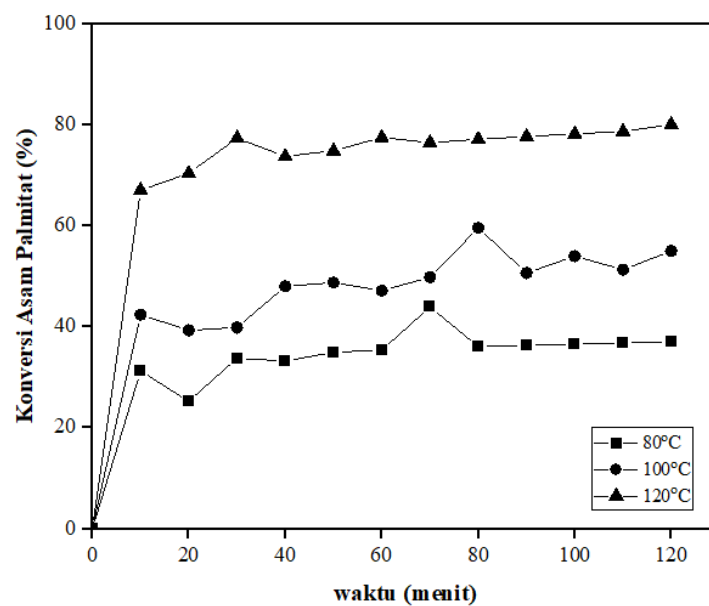
Analisis konsentrasi MAG, DAG, TAG, dan *free fatty acids* (FFA) tiap waktu dilakukan dengan *Thin Layer Chromatography* (TLC) mengikuti metode yang dilakukan oleh Fuchs et al. (2011). TLC Plate Silica Gel 60 F254 diaktifkan terlebih dahulu sebelum digunakan. Analisis kuantitatif tersebut dilakukan di Laboratorium Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Gadjah Mada.

## Hasil dan Pembahasan

### Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Konversi Asam Palmitat

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan rasio mol reaktan gliserol/asam palmitat (1:1) dan konsentrasi katalis HCl 1%. Hasil penelitian pada variasi suhu 80°C, 100°C, dan 120°C, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3, konversi asam palmitat meningkat seiring dengan meningkatnya suhu. Setelah 120 menit waktu reaksi, konversi asam palmitat pada suhu 80°C sebesar 43,99%, suhu 100°C sebesar 59,64%, dan suhu 120°C sebesar 80,14%.

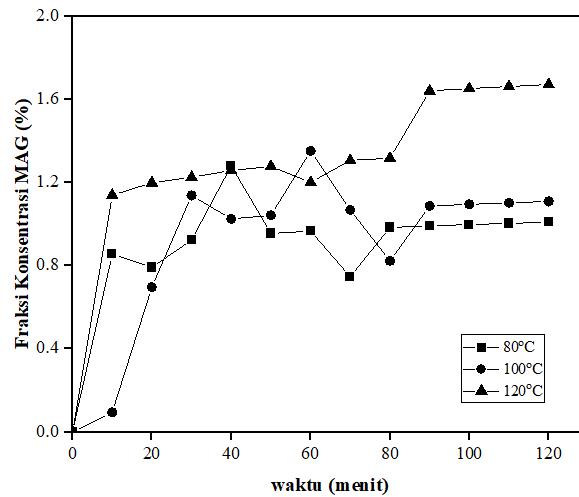
Hal ini menunjukkan bahwa laju reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh suhu reaksi. Kenaikan suhu akan meningkatkan laju reaksi karena reaksi mendapat tambahan energi untuk mencapai energi aktivasi. Hasil tersebut konsisten dengan fakta bahwa suhu yang lebih tinggi meningkatkan kelarutan gliserol dan asam palmitat serta meningkatkan aktivitas katalisator (Hamerski et al., 2016) sehingga mempercepat laju reaksi yang menyebabkan peningkatan signifikan dalam konversi asam palmitat. Hasil penelitian ini serupa dengan penelitian Yusoff and Abdullah (2016) yang mereaksikan gliserol dengan asam palmitat, dilaporkan bahwa konversi asam palmitat meningkat dengan meningkatnya suhu. Setelah 3 jam, konversi asam palmitat pada suhu 160°C sebesar 76%, sedangkan pada suhu 170°C dan 180°C masing-masing adalah 86% dan 90%.



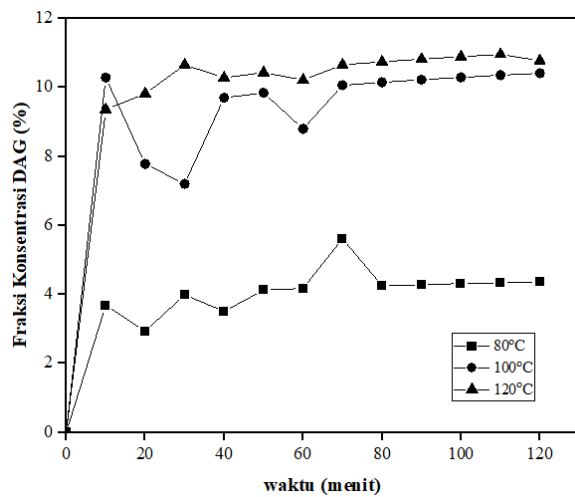
Gambar 3. Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Konversi Asam Palmitat. Note: ■= 80°C, ●= 100°C, ▲= 120°C

### Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Hasil MAG, DAG, dan TAG

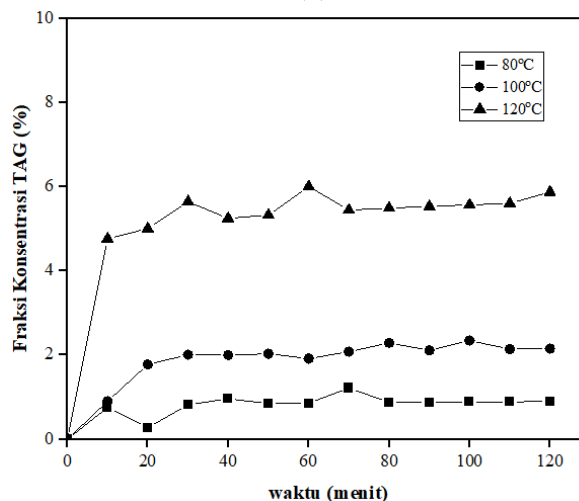
Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan rasio mol reaktan gliserol/asam palmitat (1:1) dan konsentrasi katalis HCl 1% pada variasi suhu 80°C, 100°C, dan 120°C. Setelah 120 menit waktu reaksi, Gambar 4(a) menunjukkan kenaikan fraksi konsentrasi MAG menjadi 1,28%, 1,35%, 1,67% pada suhu 80°C, 100°C, 120°C. Gambar 4(b) menunjukkan kenaikan fraksi konsentrasi DAG menjadi 5,61%, 10,41%, 10,96% pada suhu 80°C, 100°C, 120°C. Selanjutnya, Gambar 4(c) menunjukkan kenaikan fraksi konsentrasi TAG menjadi 1,22%, 2,35%, 6,01% pada suhu 80°C, 100°C, 120°C.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 4.** Pengaruh Suhu Reaksi terhadap Fraksi Konsentrasi (a) MAG (b) DAG (c) TAG. Note: ■= 80°C, ●= 100°C, ▲= 120°C

Hal ini menunjukkan bahwa laju reaksi esterifikasi dipengaruhi oleh suhu reaksi. Kenaikan suhu akan meningkatkan laju reaksi karena reaksi mendapat tambahan energi untuk mencapai energi aktivasinya. Suhu memiliki

efek yang besar pada kesetimbangan termodinamika suatu reaksi (Liu et al., 2011). Reaksi esterifikasi merupakan reaksi bolak-balik (*reversible*) yang bersifat endotermis. Berdasarkan prinsip *Le Chatelier*, peningkatan suhu reaksi akan menggeser kesetimbangan ke arah produk, pada tingkat tertentu setelah kesetimbangan tercapai maka produk yang terbentuk dalam kondisi setimbang. Hasil tersebut konsisten dengan fakta bahwa suhu yang lebih tinggi meningkatkan kelarutan gliserol dan asam palmitat serta meningkatkan aktivitas katalisator (Hamerski et al., 2016) sehingga mempercepat laju reaksi esterifikasi gliserol dengan asam palmitat yang membentuk produk MAG.

Berdasarkan persamaan reaksi esterifikasi pada Gambar 1, kenaikan fraksi konsentrasi MAG akan menyebabkan meningkatnya fraksi konsentrasi DAG karena MAG yang terbentuk akan bereaksi dengan asam palmitat membentuk produk DAG. Selanjutnya, DAG yang terbentuk akan bereaksi dengan asam palmitat membentuk TAG. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa meningkatnya suhu akan menyebabkan peningkatan signifikan dalam fraksi konsentrasi MAG, DAG serta TAG.

## Kesimpulan

Hasil penelitian menunjukkan bahwa MAG dan DAG dapat disintesis dari asam palmitat dengan gliserol melalui reaksi esterifikasi menggunakan katalis HCl 1% pada suhu reaksi 80°C, 100°C dan 120°C dengan rasio mol asam palmitat dan gliserol (1:1) selama 120 menit. Peningkatan suhu reaksi meningkatkan konversi asam palmitat dan fraksi konsentrasi MAG, DAG, dan TAG. Pada proses esterifikasi asam palmitat dengan gliserol diperoleh kondisi terbaik yaitu pada suhu 120°C dengan konversi asam palmitat sebesar 80,14%, dan fraksi konsentrasi MAG, DAG, dan TAG yang didapat berturut turut sebesar 1,67%, 10,96%, dan 6,01%.

## Daftar Notasi

g/cm<sup>3</sup> = gram per sentimeter kubik

rpm = *revolutions per minute*

## Daftar Pustaka

- Fuchs, B., R. SuB, K. Teuber, M. Eibisch, and J. Schiller. 2011. "Lipid Analysis by Thin-Layer Chromatography – A Review of the Current State." *Journal of Chromatography A* 1218:2754–74.
- Hamerski, Fabiane, Michael Anderson Prado, Vitor Renan da Silva, Fernando Augusto Pedersen Voll, and Marcos Lúcio Corazza. 2016. "Kinetics of Layered Double Hydroxide Catalyzed Esterification of Fatty Acids with Glycerol." *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis* 117(1):253–68. doi: 10.1007/s11144-015-0942-0.
- Kartika, Dwi, and Senny Widyaningsih. 2012. "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):219–26.
- Liu, Ning, Yong Wang, Qiangzhong Zhao, Qingli Zhang, and Mouming Zhao. 2011. "Fast Synthesis of 1,3-DAG by Lecitase Ultra-Catalyzed Esterification in Solvent-Free System." *Eur. J. Lipid Sci. Technol* 113:973–79. doi: 10.1002/ejlt.201000507.
- Mostafa, N. A., Ashraf Maher, and Wael Abdelmoez. 2013. "Production of Mono-, Di-, and Triglycerides from Waste Fatty Acids through Esterification with Glycerol." *Advances in Bioscience and Biotechnology* 4(August):900–907. doi: <http://dx.doi.org/10.4236/abb.2013.49118>.
- Nisa, Fadillatul, Ida Zahrina, and Sunarno. 2020. "Produksi Monogliserida Dengan Esterifikasi Asam Lemak." *Jurnal Jom FTEKNIK* 7:1–9.
- Rosdiani, Ika, and Sri Atun. 2015. "SINTESIS GLISEROL STEARAT DARI ASAM STEARAT DENGAN GLISEROL HASIL SAMPING PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK JELANTAH." *Jurnal Penelitian Sainstek* 20:61–66. doi: 10.21831/jps.v20i1.5605.
- Sellami, Mohamed, Fakher Frikha, Imen Aissa, Youssef Gargouri, and Nabil Miled. 2012. "Production of Fatty Acids, Monoacylglycerols and Diacylglycerols by Hydrolysis of Palm Olein Using Immobilized Turkey Pancreatic Lipase." *Current Chemical Biology* 6(2):104–12. doi: 10.2174/187231312801254741.
- Su, Chia-hung. 2013. "Kinetic Study of Free Fatty Acid Esterification Reaction Catalyzed by Recoverable and Reusable Hydrochloric Acid." *Bioresource Technology* 130:522–28. doi: 10.1016/j.biortech.2012.12.090.
- Yusoff, Mohd Hizami Mohd, and Ahmad Zuhairi Abdullah. 2016. "Catalytic Behavior of Sulfated Zirconia Supported on SBA-15 as Catalyst in Selective Glycerol Esterification with Palmitic Acid to Monopalmitin." *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 60:199–204. doi: 10.1016/j.jtice.2015.11.018.
- Zhang, Zhen, Huihua Huang, Xiang Ma, Guanghui Li, Yong Wang, Guo Sun, Yinglai Teng, Rian Yan, Ning Zhang, and AiJun Li. 2017. "Production of Diacylglycerols by Esterification of Oleic Acid with Glycerol Catalyzed by Diatomite Loaded SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>/TiO<sub>2</sub>." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 53:307–16. doi: 10.1016/j.jiec.2017.05.001.