

SINTESIS GLISEROL STEARAT DARI ASAM STEARAT DENGAN GLISEROL HASIL SAMPING PEMBUATAN BIODISEL DARI MINYAK JELANTAH

(*SYNTHESIS GLYCEROL STEARATE OF STEARIC ACID WITH GLYCEROL BY PRODUCT OF BIODISEL FROM USED COOKING OIL*)

Ika Rosdiani dan Sri Atun

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta
Jl. Colombo No. 1 Yogyakarta
e-mail: sriatun@uny.ac.id

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis gliserol stearat dari asam stearat dengan gliserol hasil samping pembuatan biodisel dari minyak jelantah, serta mengidentifikasi senyawa hasil sintesis dengan menggunakan spektroskopi IR dan GC-MS. Metode penelitian yang dilakukan adalah mereaksikan gliserol, asam stearat dan HCl pekat sebagai katalis, secara refluks pada temperatur 120-160 °C selama 8 jam. Hasil reaksi kemudian direkristalisasi dengan pelarut n-heksan. Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan spektroskopi IR dan spektroskopi GC-MS. Dari penelitian ini diperoleh senyawa hasil sintesis berbentuk padatan berwarna putih kekuningan dan memiliki titik leleh 58-59 °C dengan rendemen 80,53%. Spektrum IR senyawa hasil sintesis menunjukkan adanya gugus C=O karbonil, C-O ester, -OH dan CH alifatik. Analisis dengan GC-MS menunjukkan senyawa hasil sintesis memiliki kemiripan dengan gliserol 2-monostearat dengan indeks kemiripan (SI) sebesar 88% dan kemurnian 98,94%.

Kata kunci: asam stearat, gliserol, gliserol 2-monostearat, gliserol stearat

Abstract

The aim of this research is to synthesis glycerol stearate compound from stearic acid with glycerol by product of biodiesel from used cooking oil, and to determine of product using IR and GC-MS spectroscopy. Method of the research was esterification of glycerol and stearic acid with concentrated HCl as catalyst, by reflux at 120-160 °C for 8 hours. The result was recrystallized by n-hexan. The compound characterized by using IR spectroscopy and GC-MS spectroscopy. The compound has solid form, white to yellowish colour and has 58-59 °C melting point value with rendement 80.53%. IR spectrum showed the presence C=O carbonil, C-O ester, -OH and C-H aliphatic group. The result of GC-MS analysis showed the compound which have synthesized has similarities with glycerol 2-monostearate with similarity index (SI) of 88% with a purity of 98,94%.

Keywords: glycerol, glycerol 2-monostearate, glycerol stearate, stearic acid

PENDAHULUAN

Minyak jelantah merupakan minyak yang dihasilkan dari sisa penggorengan atau minyak goreng yang dipakai berulang-ulang.

Minyak jelantah tersebut telah mengalami reaksi oksidasi dari asam lemak tidak jenuh membentuk gugus peroksida dan monomer siklik, sehingga menimbulkan dampak negatif

bagi kesehatan (Ketaren, 1996). Minyak jelantah dapat diolah menjadi biodisel, dengan produk samping gliserol melalui reaksi transesterifikasi sekitar 10-20% dari total volume produk (Darnoko, and Cheryan, 2000a,b). Gliserol merupakan cairan yang tidak berwarna, tidak berbau dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis (Pagliaro dan Michele, 2008) dari gliserol tersebut bisa meningkat.

Gliserol dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan berbagai produk turunan seperti gliserol triheptanoat, gliserol monostearat, lesithin, tri tetra butil gliserol, monogliserida oleat, gliserol triasetat, gliserol tribenzoat dan resin ester gliserol maleat (Widayat, 2012). Produk turunan gliserol tersebut banyak digunakan dalam industri kosmetik, makanan, kertas, tinta, plastik, maupun aditif bahan bakar biodiesel. Dalam penelitian ini telah dilakukan sintesis gliserol stearat melalui reaksi esterifikasi asam stearat dengan gliserol hasil samping pembuatan biodisel dari minyak jelantah. Pembuatan gliserol stearat pernah dilakukan oleh Hilyati (2001) dengan mereaksikan antara gliserol dengan asam stearat pada suhu refluks 140-190 °C dengan waktu reaksi 8 jam dan katalis asam HCl diperoleh produk ester 94,58%. Untuk mengetahui karakter gliserol stearat yang dihasilkan, maka dilakukan identifikasi penentuan titik leleh, identifikasi gugus fungsi dengan spektroskopi IR (*Infra Red*) dan spektroskopi GC-MS (*Gas Chromatography-Mass. Spectroscopy*).

Gliserol stearat ini merupakan surfaktan non ionik yang banyak digunakan dalam industri shampoo sebagai *pearlizing agent*, *emulsifier* dan *lotion* serta sebagai *opacifier* dalam industri *ice cream* dan makanan. Dengan demikian, pengembangan gliserol sebagai hasil samping dari biodiesel menjadi produk turunan gliserol dapat meningkatkan nilai jual gliserol tersebut.

METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain labu leher tiga (dilengkapi dengan pendingin balik, *water bath*, termometer dan *magnetic stirrer*), *beaker glass*, *erlemeyer*, gelas ukur, buret, pipet tetes, pengaduk, spektrometer GC-MS-QP2010S Shimadzu, spektrometer FTIR Prestige 21 Shimadzu, penyaring panas, corong, corong *buchner*, gelas arloji, kertas saring, lampu, alat penentu titik leleh dan pipa kapiler. Sedangkan bahan-bahan yang digunakan adalah gliserol hasil samping pembuatan biodisel dari minyak jelantah yang telah dimurnikan dengan kemurnian 98,5%, asam stearat, HCl p.a sebagai katalis, n-hexan teknis, dan n-hexan p.a.

Langkah yang dilakukan adalah memasukkan 2,56 g gliserol ke dalam labu leher tiga dan ditambahkan asam stearat sebanyak 7,9 g yang telah dipanaskan terlebih dahulu di dalam gelas beaker serta asam klorida sebagai katalis. Campuran selanjutnya direfluks pada temperatur

120-160 °C selama 8 jam. Hasil sintesis tersebut kemudian dimurnikan dengan rekristalisasi menggunakan pelarut n-heksan teknis 1:4. Campuran endapan hasil sintesis dengan pelarut dipanaskan perlahan hingga mencair, pemanasan ini dilakukan dengan pengadukan. Hasil rekristalisasi didinginkan dan didiamkan selama \pm 30-60 menit. Setelah terbentuk endapan lagi, disaring menggunakan penyaring buchner. Selama penyaringan, endapan dicuci sebanyak 2x dengan pelarut. Hasil penyaringan ditempatkan pada gelas arloji dan dikeringkan dibawah lampu selama semalam. Kemudian hasil rekristalisasi diukur titik leleh dan dikarakterisasi menggunakan spektroskopi IR dan GC-MS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Derivat Gliserol dengan Asam Stearat

Percobaan pertama melakukan reaksi antara gliserol dan asam stearat secara refluks pada range temperatur 120-160 °C selama 8 jam dengan menggunakan katalis HCl 5%, diperoleh hasil berupa endapan putih kekuningan dengan berat 7,83 g. Percobaan kedua, diperoleh endapan putih kekuningan dengan berat 7,75 g. Percobaan ketiga hasil sintesis diperoleh endapan putih kekuningan dengan berat 8,55 g. Rerata berat hasil sintesis adalah 8,2 g dengan rendemen 80,53%. Hasil refluks tersebut kemudian dimurnikan dengan rekristalisasi. Senyawa yang terbentuk setelah direkristalisasi berupa padatan berwarna putih serta mempunyai titik leleh 58-59 °C.

Hasil Identifikasi dengan Spektrometer IR

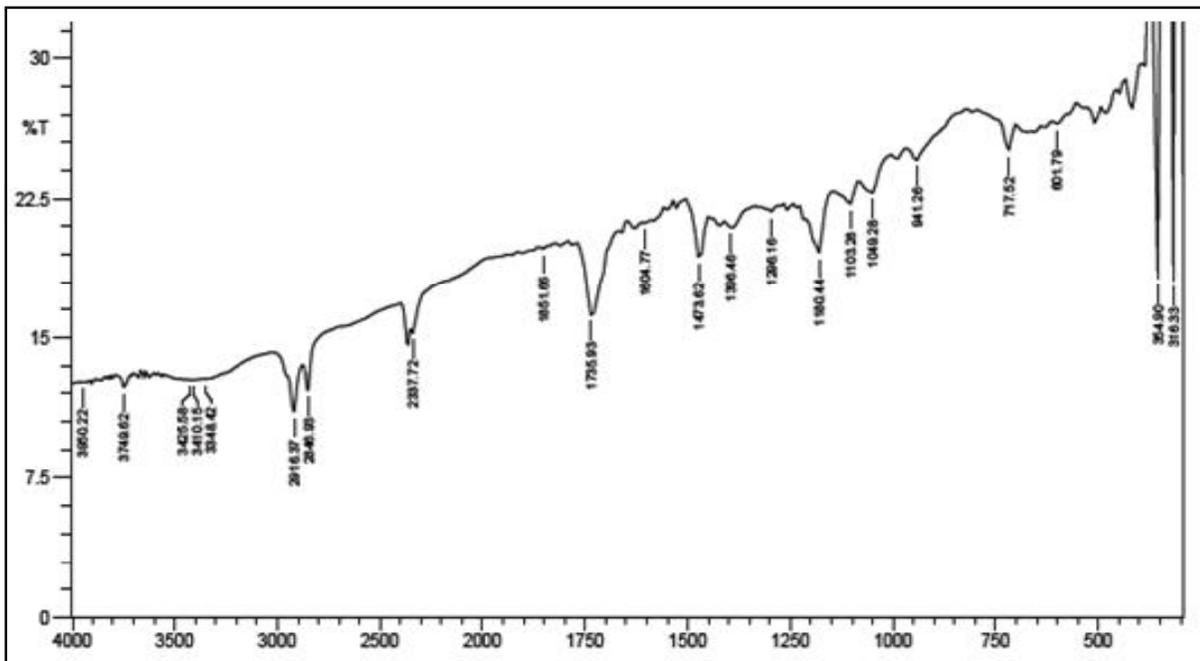
Dari spektrum IR senyawa hasil sintesis esterifikasi (Gambar 1), terdapat pita melebar pada 3425,58 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus OH (hidroksil). Pita kuat pada 1735,93 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=O karbonil. Pita sedang pada 2916,37 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus CH alifatik. Pita kuat pada 1180,44 cm^{-1} menunjukkan adanya CO gugus ester. Dari spektrum IR tersebut dapat disimpulkan bahwa dalam senyawa yang dianalisis terdapat gugus OH hidroksil, CH alifatik, C=O karbonil dan CO ester.

Hasil Analisis secara Spektrometer GC-MS

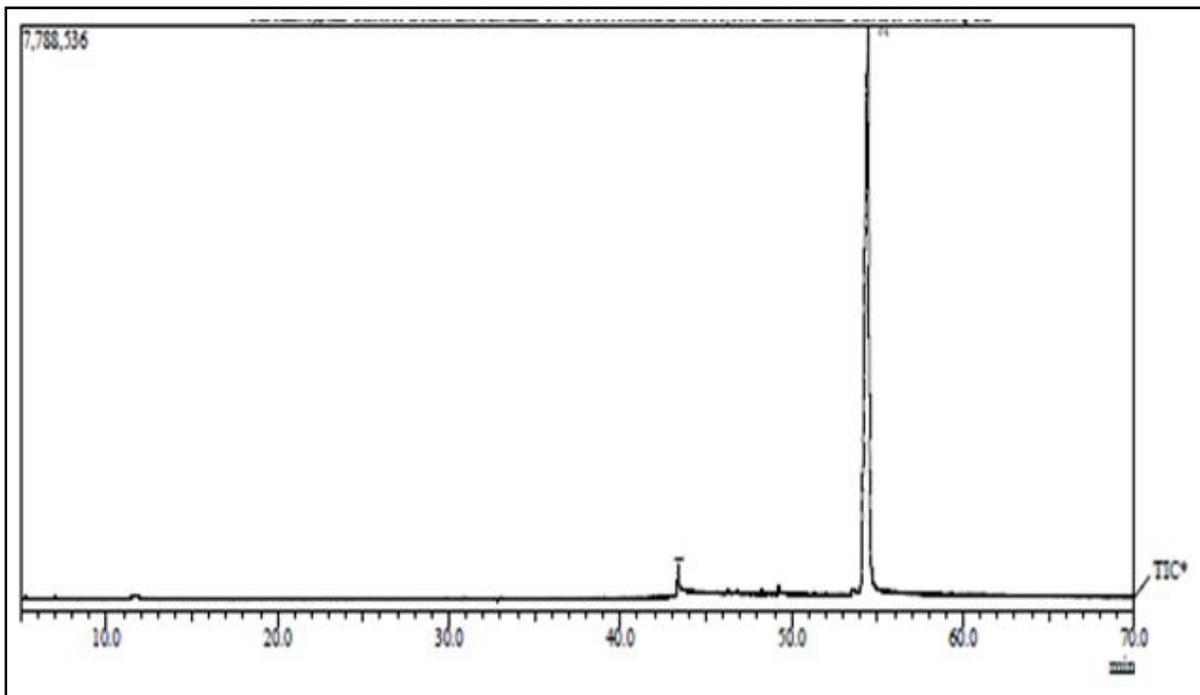
Data spektroskopi GC-MS senyawa hasil sintesis terdapat pada Gambar 2. Senyawa hasil sintesis memiliki 2 puncak. Puncak tertinggi memiliki kelimpahan 98,94%. dan m/e 358, puncak 1 memiliki kelimpahan 1,06% dan m/e 298.

Puncak 1 dengan kelimpahan 1,06% dan m/e 298 memiliki kemiripan dengan senyawa asam stearat. Hal ini didukung oleh SI sebesar 95 yang mirip dengan senyawa asam stearat serta fragmentasi dan m/e pada spektra massa yang muncul mirip dengan fragmentasi dan m/e spektra massa senyawa asam stearat. Asam stearat merupakan bahan dasar dalam reaksi ini, sehingga sangat dimungkinkan masih terdapat sisa.

Puncak 2 dengan kelimpahan 98,94% dan m/e 358 memiliki kemiripan dengan senyawa gliserol 2-monostearat dengan



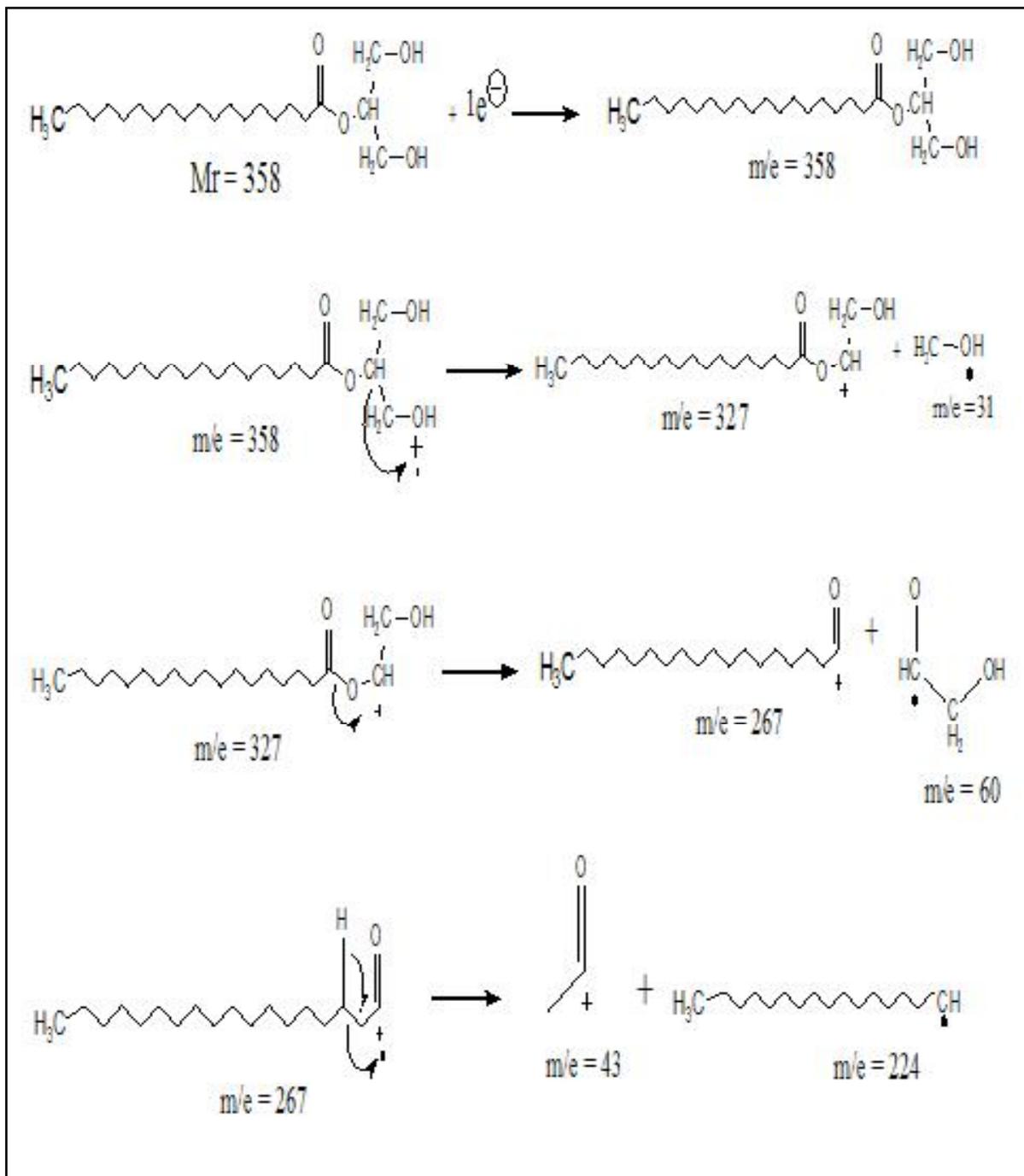
Gambar 1. Spektrum IR Senyawa Hasil Sintesis



Gambar 2. Spektrum GC-MS Senyawa Hasil Sintesis

index similarity (SI) sebesar 88%. Dengan demikian senyawa hasil sintesis adalah gliserol 2-monostearat. Data spektrum MS

senyawa hasil sintesis adalah 358 (M⁺), 327, 267, dan 43, sehingga dapat digambarkan pola fregmentasinya seperti Gambar 3.



Gambar 3. Pola Fragmentasi Senyawa Hasil Sintesis

KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan bahwa gliserol stearat dapat dibuat dari asam stearat dengan gliserol hasil samping pembuatan biodiesel dari minyak jelantah melalui reaksi

esterifikasi menggunakan katalis HCl pekat dan secara refluks pada temperatur 120-160 °C selama 8 jam. Senyawa hasil sintesis berupa padatan berwarna putih kekuningan, memiliki titik leleh 58-59 °C. Senyawa

hasil sintesis memiliki massa molekul yaitu 358 memiliki kemiripan dengan gliserol-2-monostearat dengan SI sebesar 88% dan kemurnian 98,94%.

DAFTAR PUSTAKA

- Darnoko, D., and Cheryan, M. 2000a. Kinetics of Palm Oil Transesterification in a Batch Reactor. *JAACS*. Vol. 77, No 1.
- Darnoko, D., and Cheryan, M. 2000b. Continuous Production of Palm Metyl Ester. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 77, 1269-1272.
- Hilyati, Wuryaningsih, Anah, L. 2001. Pembuatan Gliserol Monostearat dari Gliserol dan Asam Stearat Minyak Sawit. *Prosiding Seminar Nasional X "Kimia dalam Industri dan Lingkungan"*.
- Ketaren, S. 1986. *Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*. Jakarta: UI-Press.
- Pagliari, M., and Rossi, M. 2008. *The Future of Glycerol: New Uses of a Versatile Raw Material; RSC Green Chemistry Book Series*. Chambridge: Royal Society of Chemistry.
- Widayat. 2012. Potensi Gliserol dalam Pembuatan Turunan Gliserol Melalui Proses Esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, Vol. 10. 26-31.