



STUDI PENINGKATAN UNJUK KERJA INDION 225 Na PADA PROSES SINTESIS GLISEROL KARBONAT

Nuryoto^{*1}, Jayanudin¹, Hary Sulisty², dan Wahyudi Budi Sediawan²

¹Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa, Serang

²Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

ynuryoto@gmail.com

Pengolahan gliserol produk samping biodiesel dapat berdampak pada peningkatan keekonomian proses biodiesel. Penggunaan katalisator padat indion 225 Na pada proses percobaan dimaksudkan untuk menekan dampak korosi terhadap peralatan, dan mencegah pencemaran lingkungan. Tujuan dari penelitian ini untuk mencari kondisi yang efektif dan efisien pada jangka waktu tertentu reaksi antara gliserol dan sodium bikarbonat pada pembuatan gliserol karbonat berbasis konversi gliserol yang dihasilkan. Untuk mencapai tujuan tersebut faktor-faktor yang berpengaruh pada laju kecepatan reaksi divariasikan diantaranya kecepatan pengadukan 400-800 rpm, konsentrasi katalisator 1-7% berat gliserol, dan pengaktif katalisator 1-5% HCl. Hasil penelitian menunjukkan konversi gliserol meningkat sebanding dengan meningkatnya konsentrasi pengaktif katalisator, dan kecepatan pengadukan. Namun berbanding terbalik dengan meningkatnya konsentrasi katalisator. Konversi tertinggi dicapai pada pengaktif katalisator 5% HCL, konsentrasi katalisator 1% massa gliserol, dan kecepatan pengadukan 400 rpm yaitu sebesar 31%.

Kata kunci: indion 225 Na; gliserol; gliserol karbonat; biodiesel, katalisator

PENDAHULUAN

Produksi gliserol yang dihasilkan pada proses pembuatan biodiesel adalah sebesar 10% berat dari kapasitasnya (Ozorio dkk., 2012), untuk itu harus dipersiapkan suatu proses atau teknologi untuk diversifikasi produk turunan dari gliserol. Jika tidak, maka yang terjadi adalah melimpahnya gliserol dan minimnya pemanfaatannya, dan dampaknya adalah terjadi penurunan harga gliserol dipasaran secara signifikan. Jika gliserol dianggap bukan bahan kimia ekonomis maka gliserol akan dianggap limbah dan akan dibuang ke lingkungan, dan ini sangat membahayakan makhluk hidup di mana gliserol tersebut dibuang. Pengubahan gliserol menjadi gliserol karbonat menjadi salah satu alternatif untuk mengatasi permasalahan tersebut. Selain keekonomian biodiesel akan meningkat, gliserol karbonat mempunyai nilai guna yang cukup tinggi yaitu untuk pelarut pada industri plastik dan resin khususnya untuk pembuatan selulosa asetat, nitriselulosa dan poliakrilonitril, juga sebagai produk antara polimerisasi yang dapat dikembangkan lebih lanjut (US Patent, 1957). Tuntutan akan proses yang ramah lingkungan dan ekonomis pada saat ini menjadi suatu hal yang mutlak harus terpenuhi. Untuk itu pada penelitian ini dilakukan menggunakan katalisator padat berupa resin indion 225 Na, hal ini dilakukan karena katalisator tersebut murah dan mudah dalam pemisahannya. Masalah yang sering muncul adalah kinerja katalisator indion 225 Na tidak maksimal dalam proses reaksi untuk menghasilkan produk yang diinginkan. Adapun tujuan dari penelitian ini untuk mencari kondisi yang efektif dan efisien pada jangka waktu tertentu reaksi antara

gliserol dan sodium bikarbonat pada pembuatan gliserol karbonat berbasis konversi gliserol yang dihasilkan.

Kebanyakan gliserol karbonat banyak di sintesis melalui reaksi antara gliserol dan dialkil karbonat dengan tingkat keberhasilan yang tinggi. Takagaki dkk., 2010, melakukan pada suhu 100°C, waktu reaksi 3 jam, perbandingan pereaksi antara gliserol dan dimetil karbonat masing-masing 2 mmol dan 10 mmol. Variasi tipe pelarut yang digunakan yaitu dimetilformamid, dimetillasetamid, dimetil sulfosid, dan asetonitril masing-masing 5 ml, dan penambahan 0,1 gram hidrotalsit dan sodium bikarbonat. Hasil penelitian menunjukkan konversi yang diperoleh dapat mencapai 100%, akan tetapi yield yang diperoleh menunjukkan dengan penambahan hidrotalsit dan sodium bikarbonat sebesar 75 % dan 69%. Sedangkan Climent dkk., 2010 juga melakukan hal yang sama yaitu melakukan penelitian mengenai sintesis gliserol karbonat melalui transesterifikasi dan karbonilasi menggunakan urea dengan penambahan hidrotalsit. Kondisi terbaik diperoleh pada suhu 35°C, konsentrasi katalisator 5% berat, waktu reaksi 6 jam dan kecepatan pengadukan 300 rpm yaitu diperoleh selektivitas 96%. Namun pada proses reaksi yang dilakukan Climent dkk. terjadi deaktivasi katalisator setelah reaksi berjalan 1 jam, sehingga dilakukan proses filtrasi dan pencucian dengan alkohol sebanyak 5 kali sebelum katalisator digunakan kembali. Proses pembuatan gliserol karbonat dengan menggunakan bahan baku dialkil karbonat terbukti menghasilkan konversi yang tinggi, namun harga bahan baku yang sangat tinggi sehingga jika dikembangkan secara komersial membutuhkan biaya operasional yang tinggi. Untuk itu, Nuryoto dkk., 2012 mencoba melakukan sintesa gliserol karbonat berbahan baku gliserol dan sodium bikarbonat dengan katalisator resin penukar ion Indion 225 Na dengan harga bahan baku yang lebih murah. Kondisi terbaik diperoleh pada diameter katalisator 0,0645 cm, konsentrasi katalisator 1% massa gliserol, suhu 100°C, dan pada waktu reaksi 60 menit yaitu dengan perolehan konversi sebesar 30,28%. Mekanisme reaksi antara gliserol dan sodium karbonat dengan pelarut air adalah sebagai berikut:



Penelitian ini merupakan pengembangan penelitian yang dilakukan oleh Nuryoto dkk., 2012. Pada percobaan ini dilakukan pada tekanan kesetimbangannya, harapannya adalah konversi yang dihasilkan lebih besar dengan waktunya lebih singkat. Sementara spesifikasi dari katalisator yang akan digunakan disajikan pada Tabel 1 berikut:

Tabel 1. Spesifikasi resin jenis indion 225 Na

Nama produk	Indion 225 Na
Tipe resin	Gelular
Tipe matrik	Styrene DVB
Gugus fungsional	-SO ₃
Bentuk standar ion	Na ⁺
Range ukuran partikel (mm)	0,3 – 1,2
Temp.maksimal operasi (°C)	120
Kapasitas petukaran total (mek/ml)	2,0
Konsentrasi sisi aktif (ek/kg)	Tidak diketahui

Sumber :www.ionresins.comdan Rohm and Haas Company (2006)

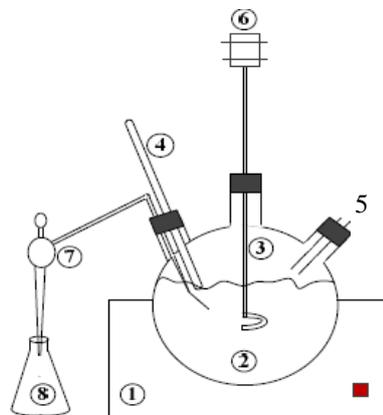
METODOLOGI

- Bahan – Bahan Penelitian

Gliserol teknis diperoleh dari CV. Bratachem dengan kadar gliserol 86%, Sodium bikarbonat (NaHCO₃) P.a. merck, pelarut Air (H₂O), dan katalisator Indion 225 Na.

- Alat Penelitian

Reaktor yang digunakan berupa labu leher tiga dengan volume 0,5 liter, dilengkapi dengan pemanas mantel, pengaduk mercuri, termometer dan pengambil sampel. Rangkaian alat tersaji pada Gambar 1.



Keterangan :

1. Pemanas
2. Labu leher tiga
3. Pengaduk merkuri
4. Termometer
5. Penutup Karet
6. Motor Pengaduk
7. Pengambil sampel
8. Tempat sampel

Gambar 1. Rangkaian alat pembuatan gliserol karbonat

Jalannya Penelitian

a.Tahap Persiapan

- *Pre-treatment* resin penukar ion

Proses *pre-treatment* mengacu pada penelitian Nuryoto dkk., 2012. Resin indion 225 Na diaktifasi dengan HCL pada konsentrasi tertentu, selanjutnya dicuci dengan air suling sampai tidak berwarna, ditiriskan, dikering, dan diayak

- Tahap reaksi

Gliserol dan air dengan volume tertentu dimasukkan ke dalam reaktor kemudian dipanaskan sampai mendekati suhu yang diinginkan. Sodium bikarbonat dengan massa tertentu dimasukkan ke dalam reaktor, selanjutnya reaktor dipanaskan sampai suhu yang diinginkan, sambil pengaduk dijalankan. Mengambil sampel untuk dianalisis konsentrasi gliserol awal (G_0), setelah itu katalisator indion 225 Na dimasukkan dan waktu dicatat sebagai waktu awal reaksi. Setiap selang waktu 10 menit sampel diambil untuk dianalisis gliserol bebas (G_b). Reaksi dihentikan setelah waktu reaksi 50 menit.

Variabel Penelitian

Variabel yang divariasikan pada percobaan ini adalah kecepatan pengadukan 400 – 800 rpm, konsentrasi katalisator sebesar 1-7% berat gliserol, dan pengaktif katalisator 1-5% HCl. Untuk variabel tetap berupa perbandingan pereaksi 3 mol gliserol/mol sodium karbonat, suhu reaksi 100°C, konsentrasi pelarut sebesar 3 mol air, dan waktu reaksi 50 menit.

Analisis Hasil Penelitian

Sampel dianalisis dengan cara volumetri menggunakan asam periodat, dimana konsentrasi gliserol awal (G_0) pada $t=0$ menit, dan konsentrasi gliserol sisa (G_b) pada $t=10-50$ menit. Perhitungan konversi didasarkan pada persamaan :

$$X_G = \frac{G_0 - G_b}{G_0} \times 100\%$$

dengan :

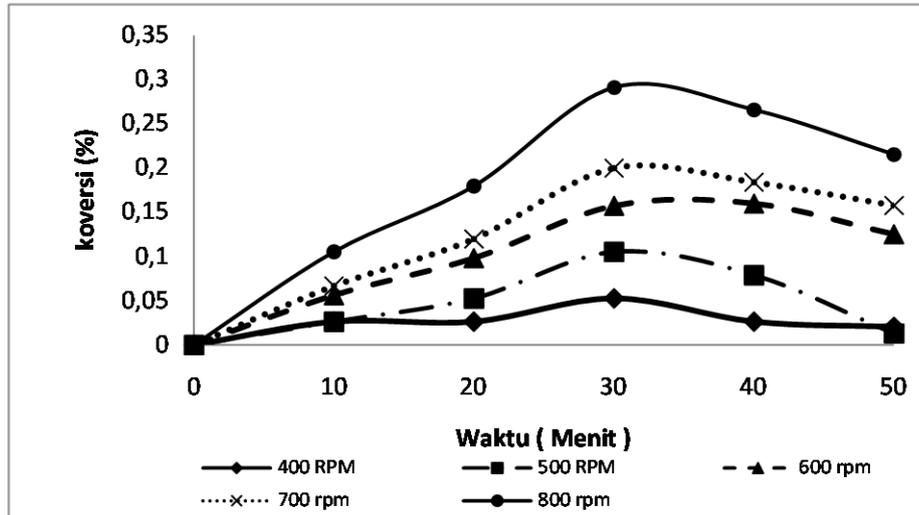
G_0 = konsentrasi gliserol awal, %

G_b = konsentrasi gliserol bebas, %

HASIL DAN PEMBAHASAN

• Pengaruh Kecepatan Pengadukan

Peningkatan kecepatan pengadukan terhadap proses reaksi akan berdampak pada meningkatnya tumbukan antar reaktan yang bereaksi dan mempercepat difusi reaktan ke sisi aktif katalisator. Pengaruh konsentrasi katalisator disajikan pada Gambar 2 berikut:

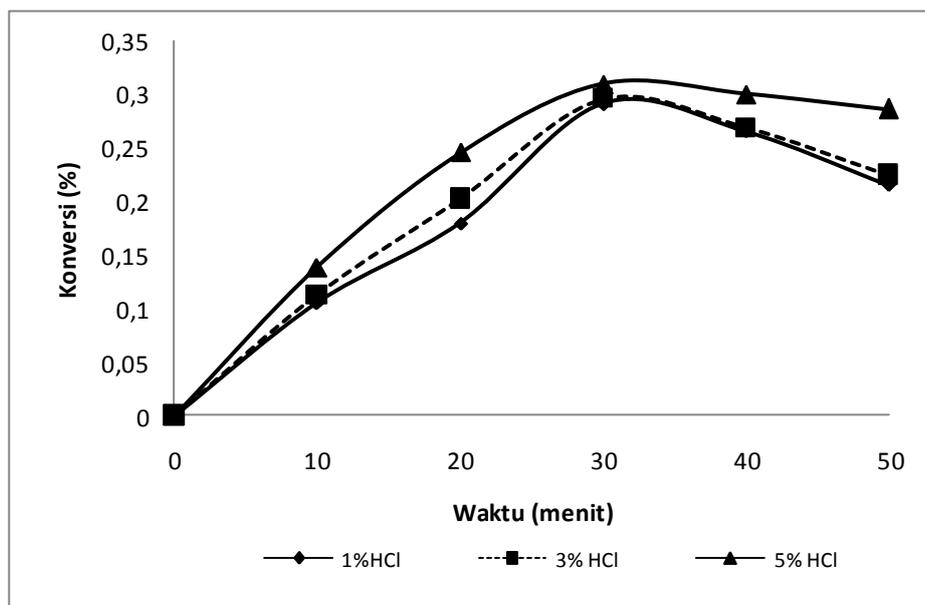


Gambar 2. Hubungan antara konversi dan waktu pada pelbagai kecepatan pengadukan pada konsentrasi katalisator 1% massa gliserol, dan pengaktif katalisator 1% HCl.

Pada Gambar 2 terlihat konversi gliserol yang dihasilkan semakin mengalami peningkatan seiring meningkatnya kecepatan pengadukan. Terlihat secara visual bahwa semakin meningkatnya kecepatan pengadukan, cenderung gerakan katalisator lebih acak, sehingga fluida dan katalisator mengalami peningkatan turbulensi. Dampak dari peningkatan turbulensi baik katalisator dan fluida akan menyebabkan difusi reaktan ke arah katalisator mengalami peningkatan. Kondisi ini menyebabkan laju reaksi antara gliserol dan sodium bikarbonat mengalami kenaikan. Konversi tertinggi diperoleh pada kecepatan pengadukan 800 rpm yaitu sebesar 29,15%. Kecepatan pengadukan yang tinggi tidak serta merta akan menaikkan turbulensi fluida dan katalisator, justru pada kondisi tertentu akan mempunyai dampak sebaliknya. Hasil percobaan Nuryoto, dkk. (2010) pada percobaan pembuatan triacetin dimana kecepatan pengadukan dilakukan pada 1000 rpm. Pada penelitian triacetin ini gerakan katalisator cenderung mengikuti putaran fluida dan menempel di dinding-dinding reaktor dengan dinaikannya konsentrasi katalisator, sehingga gesekan fluida ke dinding katalisator meningkat dan terjadi stagnansi gerakan dari partikel katalisator.

- **Pengaruh Konsentrasi Pengaktif Katalisator**

Sisi aktif apada katalisator padat memegang peranan penting dalam sistem reaksi. Semakin banyak sisi aktif yang dimiliki katalisator maka akan mampu meningkatkan laju reaksi. Pengaruh konsentrasi pengaktif katalisator disajikan pada Gambar 3 berikut:

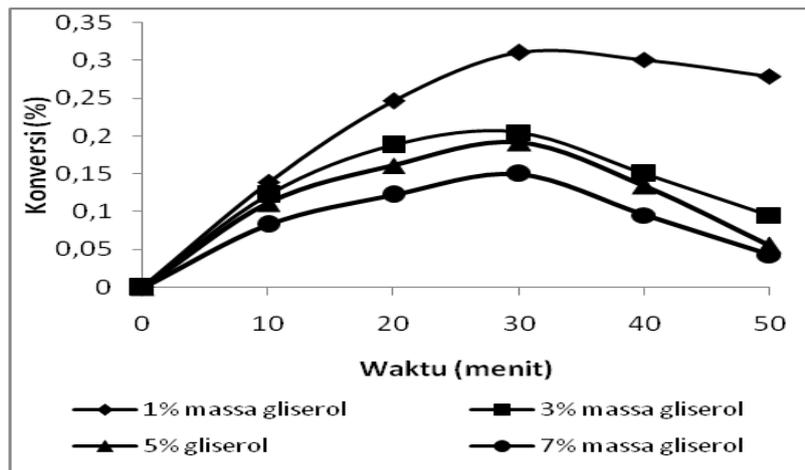


Gambar 3. Hubungan antara konversi dan waktu pada pelbagai konsentrasi pengaktif pada konsentrasi katalisator 1% massa gliserol, dan kecepatan pengadukan 400 rpm

Gambar 3 terlihat bahwa konversi optimum diperoleh pada waktu reaksi 30 menit pada konsentrasi pengaktif katalisator 5% HCl yaitu sebesar 31%. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin pekat konsentrasi HCl sebagai pengaktifasi katalisator, akan mampu meningkatkan sisi aktif dari katalisator. Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Nuryoto dkk., 2012 kondisi optimum diperoleh konsentrasi pengaktif katalisator 5%, namun dengan kecepatan pengadukan 600 rpm. Pada penelitian ini membutuhkan kecepatan pengadukan 1,5 kali lebih rendah yaitu 400 rpm dengan konversi gliserol yang cenderung sama. Kondisi ini menunjukkan bahwa pengubahan kondisi reaksi dari yang atmosferik ke kondisi bertekanan dalam kesetimbangannya mampu meningkatkan tumbukan antar reaktan.

- **Pengaruh Kosentrasi katalisator**

Katalisator merupakan suatu media untuk membantu mempercepat suatu reaksi kimia, dengan cara menurunkan energi aktifasinya. Pengaruh konsentrasi katalisator disajikan pada Gambar 4 berikut:



Gambar 4. Hubungan antara konversi dan waktu pada pelbagai konsentrasi katalisator pada pengaktif katalisator 5% HCl, dan kecepatan pengadukan 400 rpm

Berdasarkan gambar di atas konversi optimum diperoleh pada konsentrasi katalisator 1% massa gliserol yaitu sebesar 31%. Fenomena ini hampir sama seperti yang dialami oleh Nuryoto dkk., 2012, namun perolehan konversi yang dihasilkan mengalami peningkatan sebesar 2% dari penelitian sebelumnya. Hal yang sama juga ditunjukkan pada penelitian Wibawa dan Juhairiyah (2013) pada proses katalisis. Peningkatan konsentrasi katalisator justru menyebabkan konversi gliserol mengalami penurunan. Hasil analisis Wibawa dan Juhairiyah (2013) bahwa peningkatan konsentrasi katalisator akan mempercepat laju reaksi dan mempercepat air yang terbentuk di awal, sehingga air akan menjadi penghambat difusi reaktan ke sisi aktif katalisator. Kejadian ini menyangkut dari sifat dari gliserol yang hidrofobik atau suka air,. Akibat yang muncul adalah terbentuknya air yang terlalu cepat pada proses reaksi adalah akan menyebabkan proses reaksi mengalami penurunan cukup berarti.

KESIMPULAN

Dari data yang diperoleh dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Perubahan kondisi operasi dari kondisi atmosferik ke kondisi bertekanan berdampak pada peningkatan konversi gliserol
2. Konversi tertinggi dicapai pada pengaktif katalisator 5% HCL, konsentrasi katalisator 1% massa gliserol, kecepatan pengadukan 800 rpm yaitu sebesar 31% berbasis gliserol
3. Perubahan kondisi operasi menyebabkan peningkatan efisiensi energi mekanik yaitu terjadi penurunan kecepatan pengadukan dari 600 rpm ke 400 rpm, dan juga terjadi peningkatan efektifitas waktu reaksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Climont M.J., Corma A., Frutos P.D., Iborra S., Noy M., Velty A., and Concepcion P., 2010. "Chemicals from biomass: Synthesis of glycerol carbonate by transesterification and carbonylation with urea with hydrotalcite catalysts. The role of acid-base pairs", *Journal of Catalysis* 269 (2010) 140–149, Elsevier
- Gelosa, D., Ramaioli, M., Valente, G., and Morbidelli, M., 2003, "Chromatographic Reactors: Esterification of Glycerol with Acetic Acid Using Acidic Polymeric Resins", *Ind. Eng. Chem. Res.*, 42, 6536-6544.
- Nuryoto, Hary Sulisty, Suprihastuti Sri Rahayu, Sutijan, 2010., "Uji Performa katalisator Resin Penukar Ion Untuk Pengolahan Hasil Samping Pembuatan Biodisel menjadi Triacetin.", Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses, 4-5 Agustus 2010, Semarang
- Nuryoto, Jayanudin, Hary Sulisty, dan Wahyudi Budi Sediawan, 2012., "Sintesa Gliserol Karbonat Berbahan Baku Gliserol dan Sodium Bikarbonat Dengan Katalisator Resin Penukar Ion Indion 225 Na", *Jurnal Teknik*, FT. Untirta
- Ozorio P.L. Piazolli R., Mota M.B.S., and Mota J.A., 2012, "Reactivity of Glycerol/Acetone Ketal (Solketal) and Glycerol/Formaldehyde Acetals toward Acid-Catalyzed Hydrolysis", *J. Braz. Chem. Soc.*, Vol. 23, No. 5, pp. 931-937.
- Takagaki A., Iwatana K., Nishimura S, and Ebitani K., 2010. "Synthesis of glycerol from glycerol and dialkyl carbonates using hydrotalcite as reusable heterogeneous base catalyst", *Supplementary Material for Green Chemistry*, The Royal Society of Chemistry.
- US Patent, 1957, "Method For preparing Glycerin Carbonate".
- Wibawa M.H. dan Juhairiyah, 2013., "Ketalisasi Gliserol menggunakan zeolit alam", Skripsi .Teknik Kimia Untirta. (Tidak dipublikasikan)
- www.ionresins.com dan Rohm and Haas Company (2006)

UCAPAN TERIMAKASIH

Penelitian ini terlaksana atas pendanaan Hibah Pekerti 2013. Bersama ini penulis mengucapkan terimakasih sebesar-besarnya kepada :

- a. Dirjen Dikti cq Simlibtabmas Dikti atas pendanaan yang diberikan melalui hibah pekerti Untirta-UGM tahun 2013.
- b. Kepala LPPM Untirta yang telah memfasilitas terlaksananya penelitian ini
- c. Ketua Jurusan Teknik Kimia Untirta-UGM
- d. Semua pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian ini

Semoga penelitian ini dapat memberikan kontribusi dalam pengembangan iptek. Amin