

Pengaruh Konsentrasi Zeolit Alam Sebagai Katalis Pada Sintesa Solketal Dari Gliserol Dan Aseton Melalui Proses Ketalisasi

Syarifuddin Oko*, Andri Kurniawan, Tori Saputra

*Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Samarinda
Jl. Dr. Cipto Mangunkusumo Kampus Gunung Lipan PO Box 1293, Indonesia
Email: syarifuddinoko@polnes.ac.id*

Abstrak

Seiring dengan semakin tumbuhnya industri biodiesel, maka produksi gliserol sebagai hasil samping industri biodiesel juga semakin meningkat. Produksi solketal merupakan salah satu langkah yang tepat untuk mengatasi limbah gliserol dalam jumlah besar, selain itu solketal juga digunakan sebagai bahan tambahan pada bahan bakar minyak karena dapat menurunkan emisi partikulat, memperbaiki sifat aliran dingin, dan meningkatkan bilangan setana. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui pengaruh konsentrasi katalis zeolit terhadap rendamen dan densitas pada sintesis solketal. Penelitian ini dilakukan untuk membuat solketal dan menggunakan katalis zeolit. Variasi yang dilakukan adalah konsentrasi zeolit (2%, 4%, 6%, 8%, dan 10%) dengan cara merefluks selama 12 jam sampai didapat solketal yang dihasilkan. Untuk mengetahui solketal yang dihasilkan dari pengaruh variasi konsentrasi zeolit yang ditambahkan maka dilakukan beberapa pengujian yaitu analisa rendamen dan densitas. Dari hasil penelitian, diperoleh hasil solketal terbaik pada variasi konsentrasi katalis zeolit 4% dan dimana konsentrasi ini memiliki nilai densitas terbaik yaitu 1,0768 g/mL karena nilai ini mendekati nilai teoritis yaitu sebesar 1,06 g/mL dan memiliki rendamen sebesar 77,89%. Hasil yang teruji dengan FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi yang mengandung solketal.

Kata kunci : *gliserol, katalis zeolit, solketal*

Abstract

Effect Of Natural Zeolite Concentration as A Catalyst on The Synthesis Of Solketal From Glycerol And Acetone Through The Cetalisation Process

Along with the growing biodiesel industry, the production of glycerol as a by-product of the biodiesel industry is also increasing. Solketal production is one of the right steps to deal with large amounts of glycerol waste, besides that solketal is also used as an additive to fuel oil because it can reduce particulate emissions, improve cold flow properties, and increase cetane number. The purpose of this study is to determine the effect of zeolite catalyst concentration on the rendement and density of solketal synthesis. This research was conducted to make solketal and use a zeolite catalyst. The variation was the concentrations of zeolite (2%, 4%, 6%, 8%, and 10%) by refluxing for 12 hours until the resulting solketal was obtained. To determine the solketal produced from the effect of variations in the concentration of zeolite added, several tests were carried out, namely analysis of rendement and density. From the results of the study, the best solketal results were obtained at a variation of 4% zeolite catalyst concentration and where this concentration had the best density value of 1.0768 g/mL because this value was close to the theoretical value of 1.06 g/mL and had a yield of 77.89%. The results tested by FT-IR showed the presence of functional groups containing solketals.

Keywords: *glyserol, catalyst zeolite, solketal*

PENDAHULUAN

Asosiasi Produsen Biofuel Indonesia (Aprobi) melaporkan produksi biodiesel nasional tumbuh 12,91% menjadi 973,55 ribu kiloliter pada Maret 2022 dibanding bulan sebelumnya. Secara kumulatif, produksi biodiesel selama periode Januari-Maret 2022 mencapai 2,74 juta kL. Sedangkan yang didistribusikan mencapai 2,45 juta liter dalam tiga bulan pertama tahun ini. Pada Februari 2022 ekspor biodiesel Indonesia tercatat mencapai 2,3 ribu liter dengan tujuan Tiongkok. Seiring dengan semakin tumbuhnya industri biodiesel, maka produksi gliserol sebagai hasil samping industri biodiesel juga semakin meningkat (Royon et al., 2011)(Ramadhani et al., 2017) (Nurwidayati, 2021).

Biodiesel dihasilkan dari reaksi esterifikasi-transesterifikasi minyak nabati dan metanol berlebih dengan katalis basa (KOH) dengan produk samping utama berupa gliserol, kelebihan metanol, katalis basa dan sabun. Diperkirakan gliserin yang dihasilkan sebanyak 10-15% dari kapasitas produksinya dengan tingkat kemurnian sekitar 40-50% (Hudha, 2017).

Salah satu proses pemanfaatan gliserol adalah pembentukan solketal yang biasanya menggunakan katalis heterogen. Kajian penggunaan katalisator padat pada saat ini berkembang cukup pesat, hal ini disebabkan katalisator padat cenderung lebih mudah dipisahkan secara mekanis pada unit separasi dibandingkan katalisator cair. Keuntungan yang lain adalah mampu mereduks dan mengeliminasi korosi yang muncul pada peralatan (Nanda et al., 2014)(Esteban et al., 2015). Salah satu katalis yang digunakan adalah zeolite.

. Zeolit merupakan mineral yang memiliki struktur kristal alumina silika dengan unsur yang terdiri dari kation alkali dan alkali tanah. Zeolit alam dan sintetik memiliki bentuk tetrahedral kerangka silika dan alumina yang sama. Zeolit alam memiliki kelebihan yaitu mudah didapat karena keberadaannya dialam dan biaya yang digunakan untuk mendapatkan zeolit alam tidak terlalu mahal, tetapi memiliki kelemahan yaitu adanya pengotor. Sehingga perlu dilakukan proses aktivasi untuk meningkatkan sifat khusus zeolit dan dimodifikasi untuk menghilangkan unsur pengotornya (Herlina et al., 2022)(Al-Ayubi, 2019).

Produksi solketal merupakan salah satu langkah yang tepat untuk mengatasi limbah gliserol dalam jumlah besar, selain itu solketal juga digunakan sebagai bahan tambahan pada bahan bakar minyak karena dapat menurunkan emisi partikulat, memperbaiki sifat aliran dingin, dan meningkatkan bilangan setana (Nurwidayati, 2021). Solketal adalah aditif bahan bakar yang dapat disintesis dari gliserol dan aseton menggunakan katalis (Sulistyo et al., 2020) yang dapat digunakan untuk meningkatkan kualitas bahan bakar dengan mengurangi emisi partikulat, meningkatkan sifat aliran. Solketal diproduksi dengan menggunakan katalis asam (asam klorida, asam sulfat, fosfor pentoksida, asam p-toluensulfonat) dalam pelarut seperti kloroform, eter atau minyak (Royon et al., 2011).

Beberapa katalis asam heterogen yang digunakan adalah resin Amberlyst, Zeolit, K10 montmorillonit, silika berstruktur sulfonat, dan asam heteropoli yang didukung silica (Syah, 2023).

Pada penelitian yang dilakukan oleh (Sulistyo & Perdana, 2019) yaitu sintesis bioaditif melalui asetalisasi gliserol menggunakan katalis Basolite F300 yang telah diaktivasi dengan cara dipanaskan pada oven pada temperatur 150°C selama 3 jam, dilakukan reaksi asetalisasi gliserol sebanyak 0,1 mol yang ditambahkan aseton dengan variasi perbandingan mol reaktan gliserol dan aseton berturut-turut yaitu 1:2, 1:4, 1:6, variasi konsentrasi katalis 0,5;1;1,5% dari massa gliserol, variasi temperature 30°C,40°C, 50°C. Untuk mengetahui jumlah gliserol yang terkonversi menjadi solketal, hasil sampling dianalisis komposisinya menggunakan GC-FID. Berdasarkan dari hasil pengamatan dapat diketahui bahwa konversi akhir tertinggi diperoleh pada perbandingan 1:6 temperatur 50°C yaitu sebesar 84,04%.

Pada penelitian yang dilakukan oleh (Nuryoto et al., 2017) melakukan penelitian mengenai peningkatan unjuk kerja katalisator zeolit alam bayah pada reaksi ketalisasi gliserol. Zeolit alam bayah yang telah diaktivasi secara kimia dengan H₂SO₄ dilakukan reaksi ketalisasi gliserol dengan perbandingan pereaksi 6:1 (mol aseton/mol gliserol, dipanaskan sampai suhu 50°C, kemudian dimasukkan ke dalam reaktor dan dilakukan pengadukan (200-800rpm) selama 90 menit. Dilakukan analisis menggunakan

kromatografi gas (GC) untuk mengetahui persentase produk solketal yang terbentuk dari reaksi ketalisasi yang terjadi. Dilakukan perbandingan pengaruh konsentrasi katalis pada konversi gliserol. Seiring meningkatnya konsentrasi katalisator, diikuti dengan meningkatnya konversi gliserol yang dihasilkan. Konversi gliserol pada konsentrasi katalis yaitu 1;3;5;7;9; dan 11% berturut-turut adalah 47,30; 50,65; 57,89; 58,14; 60,92; dan 61,76%.

Pada penelitian yang dilakukan oleh (da Silva et al., 2017) melakukan penelitian mengenai pengujian katalis SnF₂ terhadap ketalisasi gliserol pada proses sintesis solketal pada suhu ruangan. Dilakukan reaksi ketalisasi gliserol sebanyak 21 mmol dengan propanone dengan perbandingan mol yaitu 1:8 (gliserol/propanone) dan ditambahkan katalis padat heterogen SnF₂ berturut-turut yaitu 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 (%mol) dengan suhu reaksi yaitu 298 K. Untuk mengetahui hasil konversi gliserol menjadi solketal dianalisis komposisinya menggunakan GC-MS. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis SnF₂ terhadap konversi solketal yang dihasilkan pada waktu reaksi yang tetap, yaitu selama 2 jam. Dapat diketahui dari hasil penelitian bahwa seiring meningkatnya konsentrasi katalis yang digunakan, maka semakin meningkat juga konversi solketal yang dihasilkan. Dengan menggunakan katalis SnF₂ berturut-turut sebanyak 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 (%mol), hasil konversi solketal yang didapatkan adalah 3;8;40;76;97%.

Pada penelitian yang dilakukan oleh (Atikah, 2017) yaitu potensi zeolit alam gunung kidul teraktivasi sebagai media adsorben pewarna tekstil, dilakukan perbandingan volume pori zeolit alam dengan uji BET berdasarkan cara aktivasinya, yaitu aktivasi zeolit alam secara kimia menggunakan bahan HCl dan secara fisika dengan dipanaskan dalam tanur pada suhu 150°C selama 60 menit. Didapatkan volume pori pada zeolit alam yang diaktivasi secara kimia yaitu 0,133 cc/g. Sedangkan pada zeolit alam yang diaktivasi secara fisika lebih rendah, yaitu 0,124 cc/g.

Penelitian yang dilakukan oleh (Kurniawati, 2019) tentang analisis pengaruh perbandingan mol reaktan, waktu reaksi dan konsentrasi katalis zeolit terhadap konversi gliserol serta selektivitas solketal. Berdasarkan hasil dari reaksi ketalisasi,

solketal dikarakterisasi menggunakan GC-MS diperoleh kondisi optimum perbandingan mol gliserol dan aseton 1:2, waktu 5 jam, dan konsentrasi katalis 1%. Nilai konversi dan selektivitas yang diperoleh sebesar 98,73% dan 74,66%.

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh (Nuryoto et al., 2017) terlihat bahwa seiring meningkatnya konsentrasi katalisator, konversi gliserol yang dihasilkan akan semakin tinggi. Maka pada penelitian ini, dilakukan peningkatan parameter konsentrasi katalis dari penelitian yang dilakukan oleh (Nuryoto et al., 2017) yaitu (2%, 4%, 6%, 8% dan 10% dari massa gliserol) dengan menggunakan perbandingan gliserol dan aseton 1:3. Semakin besar konsentrasi katalis yang digunakan, maka rendamen yang diperoleh dari proses refluks semakin besar.

METODOLOGI

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya Gliserol, zeolite alam, aseton, kloroform, zeolite dan Na₂SO₄ Anhidrat. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya labu leher 3, mortar, screen 200 mesh, *beaker glass* 100 mL, *beaker glass* 250 mL, magnetic stirrer, kaca arloji, pompa vakum, neraca analitik, thermometer, hot plate, stirrer, kondensor, satu set alat *refluks*, timbangan, thermometer, kertas saring, furnace, corong kaca, cawan porselin, FT-IR, *rotary evaporator*, *density meter* dan ayakan 200 mesh.

Preparasi Zeolit

Menumbuk zeolit alam granular dengan mortar. Mengayak dengan menggunakan screen dengan ukuran 200 mesh. Mengambil zeolit yang melewati screen sebagai katalis.

Aktivasi Zeolit secara Fisika

Memasukkan zeolit bubuk ke dalam cawan porselain. Memanaskan dalam furnace pada suhu 150°C selama 60 menit. Mendinginkan dalam furnace sampai sesuai dengan suhu ruang dan menampung dalam wadah tertutup rapat. Mengeringkan zeolit hasil pengaktifan fisika pada suhu udara.

Sintesis Solketal

Memasukkan sebanyak 10 g gliserol dan aseton 18,8964 g, katalis zeolit dengan konsentrasi (2%, 4%, 6%, 8%, 10% %b/b dari massa gliserol) dalam 50 g kloroform sebagai pelarut ke dalam labu leher tiga. Merefluks larutan selama 12 jam pada suhu 60-70 °C. Menambahkan campuran Na_2SO_4 sebanyak 2 g lalu diaduk selama 10 menit. Menyaring campuran dengan kertas saring. Mengevaporasi residu dengan Rotary Evaporator. Mengukur pH nya 5-7. Menguji dengan FT-IR, rendamen dan densitasnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

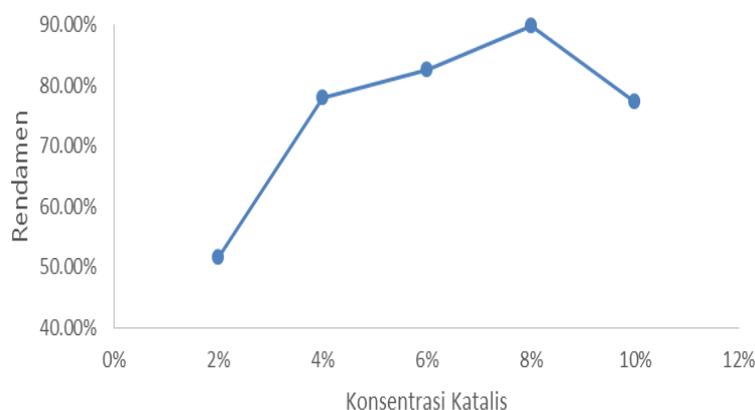
Penggunaan katalis bertujuan untuk mencari jalur lain reaksi agar energi aktivasi yang harus dilampaui lebih kecil sehingga reaksi dapat berjalan lebih cepat. Jumlah katalis berkenaan dengan jumlah sisi aktif sebagai tempat untuk bereaksi (Sulistyo & Perdana, 2019). Semakin besar jumlah katalis yang digunakan, jumlah sisi aktif akan meningkat sehingga konversi reaktan menjadi produk berjalan lebih cepat. Hasil analisa rendamen dilihat pada Gambar 1.

Pengaruh konsentrasi katalis terjadi pada temperatur 50-60°C, perbandingan mol reaktan 1:3 dalam waktu reaksi 12 jam. Pada Gambar 1 menunjukkan pengaruh konsentrasi katalis terhadap rendamen dimana semakin besar jumlah katalis yang digunakan konversi yang diperoleh semakin besar. Pada reaksi dengan katalis 2% sampai 8% mengalami peningkatan pada

rendamen. Peningkatan ini dikarenakan oleh peningkatan jumlah situs asam yang mendorong asetalisasi gliserol reaksi dengan aseton untuk pembentukan solketal. Pada konsentrasi 10% terlihat bahwa terjadi penurunan rendamen dibandingkan dari variasi konsentrasi sebelumnya yaitu 8%. Hal ini dikarenakan bahwa reaksi telah melewati fase optimum yang dimana titik optimumnya terdapat pada titik puncak grafik yaitu 8%. Semakin banyak konsentrasi katalis zeolit yang digunakan maka rendamen semakin menurun. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi pada 8% reaksi telah tercapai dan dengan adanya reaksi reversible pada proses ketalisasi perolehan rendamen pada konsentrasi 10% cenderung menurun.

Densitas Solketal

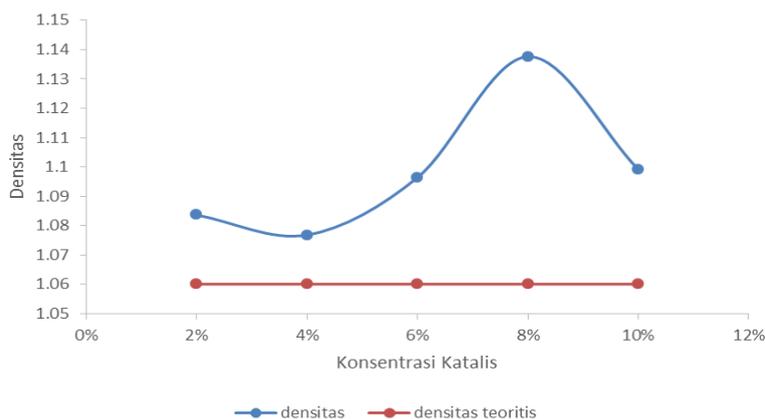
Hasil perolehan pengukuran densitas pada solketal dapat dilihat pada Gambar 2. Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi katalis maka semakin tinggi densitas yang diperoleh pada solketal. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi katalis berpengaruh terhadap densitas pada solketal. Selain itu densitas pada solketal dipengaruhi oleh zat pengotor yang masih terdapat pada solketal sehingga mempengaruhi berat dan densitasnya. Hasil kelima sampel menunjukkan bahwa konsentrasi katalis terbaik terdapat pada konsentrasi katalis 4% yaitu sebesar 1,0768 g/mL namun masih belum memenuhi standar densitas pada teoritis yang ditetapkan oleh National Center for Biotechnology Information (2022) yaitu 1,06 g/mL.



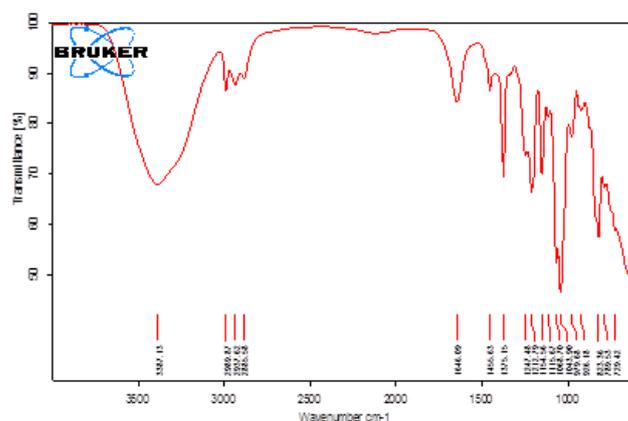
Gambar 1. Hubungan antara konsentrasi katalis dengan rendemen solketal

Tabel 1. Hasil Analisa FT-IR Solketal

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Gugus Fungsi
3750-3000	regang O-H
3000-2700	regang -CH ₃ , -CH ₂ -, C-H
1475-1300	C-H bending
1300-1000	C-O - C



Gambar 2. Pengaruh Konsentrasi Katalis Zeolit Terhadap Densitas Solketal



Gambar 3. Analisa FT-IR Solketal

Jika dilihat dari sisi rendamen, rendamen tertinggi yang terdapat pada Gambar 1 ditujukan pada konsentrasi katalis 8% yaitu 89,83%. Akan tetapi, jika dilihat dari sisi sifat fisik ternyata yang paling mendekati densitas solketal adalah pada konsentrasi katalis 4% yaitu 77,89%, sehingga rendamen yang semakin tinggi belum menunjukkan bahwa senyawa yang dihasilkan adalah senyawa solketal.

Analisa FT-IR Soketal

Hasil perolehan analisa FT-IR pada solketal dapat dilihat pada Gambar 3. Analisis produk ketal dari gliserol dilakukan menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy dan hasilnya disajikan pada Gambar 4.3. Dari FT-IR tersebut dapat diidentifikasi bahwa munculnya serapan pada daerah 1475 hingga 1300 cm⁻¹,

menunjukkan adanya gugus C-H bending. Munculnya pita lebar kuat yang sangat karakteristik dari rentangan gugus regang O-H pada daerah $3387,13\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada daerah $2989,87\text{ cm}^{-1}$ hingga $2885,58\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus regang $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2-$, C-H, C-H aldehyd. Munculnya serapan pada daerah 1300 hingga 1000 cm^{-1} menunjukkan gugus C-O-C (eter).

KESIMPULAN

Katalis zeolit memiliki pengaruh pada pembuatan solketal hal ini terjadi pada konsentrasi katalis zeolit 4% dan dimana konsentrasi ini merupakan nilai densitas terbaik yaitu $1,0768\text{ g/mL}$ karena nilai ini mendekati nilai teoritis yaitu sebesar $1,06\text{ g/mL}$ dan memiliki rendamen sebesar 77,89%. Hasil yang teruji dengan FT-IR menunjukkan adanya gugus fungsi yang mengandung solketal.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada teknisi dan analis jurusan teknik kimia atas dukungannya sehingga penelitian ini dapat diselesaikan dengan tepat waktu.

DAFTAR PUSTAKA

Al-Ayubi, S. 2019. Pembuatan biodiesel dari minyak jarak (Castor Oil) melalui reaksi transesterifikasi dengan variasi suhu menggunakan katalis KOH/Zeolit. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.

Atikah, W.S. 2017. Media Adsorben Pewarna Tekstil the Potentiality of Activated Natural Zeolite From Gunung. *Arena Tekstil*, 32(1), 17–24.

da Silva, M. J., de Ávila Rodrigues, F., & Júlio, A. A. 2017. SnF₂-catalyzed glycerol ketalization: A friendly environmentally process to synthesize solketal at room temperature over on solid and reusable Lewis acid. *Chemical Engineering Journal*, 307: 828–835.

Esteban, J., Ladero, M., & García-Ochoa, F. 2015. Kinetic modelling of the solventless synthesis of solketal with a sulphonic ion exchange resin. *Chemical Engineering Journal*, 269:

194–202.

Herlina, I., Puspitarum, D. L., Al Qadri, L., & Safitra, E.R. 2022. Pembuatan Biodiesel Berbahan Baku Fraksi Minyak Cpo (Crude Palm Oil) Parit Terkatalisis Zeolit Alam Lampung. *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*, 7(1): 1–8.

Hudha, I. 2017. Pemurnian Gliserin Produk Samping Produksi Biodiesel Dengan Metode Asidifikasi. *Indonesian Chemistry and Application Journal*, 1(2): 68–73.

Nanda, M.R., Yuan, Z., Qin, W., Ghaziaskar, H.S., Poirier, M.A., & Xu, C.C. 2014. Thermodynamic and kinetic studies of a catalytic process to convert glycerol into solketal as an oxygenated fuel additive. *Fuel*, 117 (Part A): 470–477. DOI: 10.1016/j.fuel. 2013.09.066

Nurwidayati, A. 2021. Pengolahan Gliserol dengan Aseton menjadi Solketal Menggunakan Katalis Purolite PD206 serta Unjuk Kerjanya Sebagai Bioaditif terhadap Kinerja Mesin Diesel. Universitas Gadjah Mada.

Nuryoto, N., Sulisty, H., Sediawan, W.B., & Perdana, I. 2017. Peningkatan Unjuk Kerja Katalisator Zeolit Alam Bayah pada Reaksi Ketalisasi Gliserol. *Reaktor*, 17(1): 9–16.

Ramadhani, D.G., Fatimah, N.F., Sarjono, A.W., Setyoko, H., & Nuhayati, N.D. 2017. Sintesis Ni/Zeolit Alam Teraktivasi Asam Sebagai Katalis Pada Biodiesel Minyak Biji Ketapang. *Jurnal Kimia Dan Pendidikan Kimia*, 2(1): 72–79.

Royon, D., Locatelli, S., & Gonzo, E.E. 2011. Ketalization of glycerol to solketal in supercritical acetone. *The Journal of Supercritical Fluids*, 58(1): 88–92.

Sulisty, H., Huda, E.N., Utami, T.S., Sediawan, W. B., Rahayu, S. S., & Azis, M.M. 2020. Solketal production by glycerol acetalization using amberlyst-15 catalyst. *ASEAN Journal of Chemical Engineering*, p.67–76.

Sulisty, H., & Perdana, I. 2019. Sintesis Bioaditif Melalui Asetalisasi Gliserol Menggunakan Katalis Basolite F300. *Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*, 5p..

Syah, T.R.O.R. 2023. Pembuatan Biofuel Dari Minyak Jarak Dengan Metode Hydrocracking Menggunakan Katalis Berbasis Kobalt/Zeolit Hierarki. Fakultas Sains Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta. (pp. 1–14).