



Dealuminasi dan Karakterisasi Zeolite Y sebagai Katalis untuk Konversi Gliserol menjadi *Glycerol Monolaurate*

Didi Dwi Anggoro^{1*}, Wahyu Bahari Setianto², Fadhil Rifqi P.¹, dan Antonio Giovanni¹

¹Jurusan Teknik Kimia, FT UNDIP, Kampus Tembalang, Semarang

²Pusat Teknologi Agroindustri, BPPT, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan

*E-mail: anggorophd@gmail.com

Abstract

Glycerol is a side product of a biodiesel production using transesterification process and an alcoholic compound that consists of three hydroxyl group. One of the glycerol derivative compound is Glycerol Monolaurate which used in food additives, surfactant, medicine, cosmetics and others. In the making of Glycerol Monolaurate, catalysts is used to accelerate the reaction and increasing the yield of Glycerol Monolaurate. One of the catalysts that had been used is Zeolite Y. Dealumination is used to increase the acidity of the zeolites. Characterization is used to determine the characteristics of the Zeolite Y that had been dealuminated. This study consists of several stages, there are dealumination of Zeolite Y using H₂SO₄. Then, drying at 110 ° C for 1 hour. Then, calcinating at 500-600 ° C for 3 hours. Catalyst characteristics are analyzed by the Surface Area Analyzer to determine the surface area of the catalyst, and analysis with X-Ray Diffraction (XRD) to identify the bulk phase and determine the nature of the catalyst crystals or crystallization of a catalyst, and Temperature-Programmed Desorption (TPD) to analyze the acidity of Zeolite Y that had been dealuminated. So we can get the optimum condition to produce Zeolite Y catalysts which also can Glycerol Monolaurate with the biggest yield possible.

Keyword: *Glycerol, Glycerol Monolaurate, dealumination, characterization, Zeolite Y*

Pendahuluan

Sumber energi merupakan hal yang sangat diperlukan makhluk hidup demi keberlangsungan hidup. Salah satu sumber energi terbarukan adalah biodiesel. Biodiesel terdiri dari alkil ester asam lemak nabati dan hewani yang memiliki sifat kimia dan fisika serupa dengan petroleum diesel.

Proses pembuatan biodiesel pada umumnya menggunakan dua tahapan. Proses Esterifikasi dan Transesterifikasi. Proses ini menghasilkan dua hasil utama, yaitu metil ester dan gliserol (Kusumaningsih, et al., 2006). Perbandingan hasil dari proses pembuatan biodiesel dari lemak nabati menghasilkan konversi metil ester sebesar 85%-90% dan 10%-15% gliserol sebagai residu (Rivai, 2013). Jumlah ini tidak sedikit, apabila dilakukan produksi biodiesel besar-besaran. Namun residu gliserol yang dihasilkan dari produksi biodiesel ini belum begitu termanfaatkan dengan baik, bahkan belum dilakukan pengolahan lebih lanjut sehingga nilai jualnya masih rendah.

Gliserol merupakan senyawa gliserida, hasil samping dari proses transesterifikasi biodiesel. Gliserol dengan nama lain propana-1,2,3-triol, atau gliserin, pada temperatur kamar berbentuk cairan memiliki warna bening seperti air, kental, higroskopis dengan rasa yang manis. Gliserol dapat dimurnikan dengan proses destilasi (Prasetyo, et al., 2012). Gliserol memiliki beberapa produk turunan yang bermanfaat bagi kehidupan manusia. Salah satu produk turunan yang bermanfaat tersebut adalah Gliserol Monolaurat. Gliserol Monolaurat dapat diaplikasikan pada banyak kehidupan manusia, seperti dalam penggunaan sebagai emulsifier pada makanan, penggunaan dalam pembuatan obat dan kosmetik (Wibowo, et al., 2010).

Gliserol Monolaurat dapat dibuat dengan proses esterifikasi dengan mereaksikan gliserol dengan asam laurat ditambahkan dengan bantuan katalis dengan dialiri gas N₂ selama proses berlangsung (Nakamura, et al., 2008). Reaksi esterifikasi pada sintesis monolaurat biasanya dilakukan pada suhu tinggi. Penggunaan katalis asam, dapat menurunkan suhu reaksi sintesis. Selain itu, dengan kondisi reaksi yang tepat, seperti perbandingan mol antara asam laurat dan gliserol, waktu dan suhu reaksi, diharapkan dapat menghasilkan monolaurin dengan rendemen yang tinggi (Widiyarti, et al., 2008).

Keasaman menjadi salah satu faktor yang mempengaruhi konversi pembuatan Gliserol Monolaurat dari Gliserol. Semakin tinggi tingkat keasaman, maka semakin cepat pula proses pembentukan Gliserol Monolaurat, karena dengan semakin tingginya tingkat keasaman, maka suhu reaksi sintesis dapat diturunkan dan dapat menurunkan energi aktivasi (Widiyarti, et al., 2008). Dengan kata lain, keasaman disini, dapat diartikan sebagai katalis.



Katalis sendiri didefinisikan sebagai suatu zat kimia yang dapat menaikkan laju reaksi dan terlibat didalam reaksi kimia walaupun zat itu sendiri tidak ikut bereaksi secara permanen. Berdasarkan definisinya, dapat diambil tiga fungsi utama katalis, yaitu: aktivitas, selektivitas dan deaktivasi. Katalis dapat dibagi menjadi tiga bagian, yaitu: katalis homogen, katalis heterogen, dan katalis enzim. Penggunaan ketiga jenis katalis tersebut dibedakan berdasarkan fasanya terhadap reaktan dan produk reaksi (Istadi, 2011).

Salah satu jenis katalis padat yang sering digunakan dalam proses pembuatan Gliserol Monolaurat adalah Zeolit. Mineral zeolit adalah suatu kelompok mineral alumunium silikat terhidrasi dari logam alkali dan alkali tanah (terutama Ca, dan Na). Zeolit merupakan suatu kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa. Perkembangan teknologi dalam pembuatan zeolit mengantarkan manusia dalam menemukan zeolit sintesis, yang mempunyai sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam (Saputra, 2006).

Katalis zeolit sintesis yang dihasilkan terkadang belum memenuhi spesifikasi untuk digunakan sebagai katalis dalam mempercepat laju reaksi. Oleh karena itu, diperlukan proses karakterisasi katalis untuk mengubah sifat katalis tersebut sesuai dengan spesifikasi yang dibutuhkan (Wang, et al., 2015). Salah satu proses untuk mengubah sifat katalis tersebut adalah proses dealuminasi. Dealuminasi digunakan untuk proses penghilangan logam alumunium pada suatu zeolit dengan menggunakan larutan asam (Xu, et al., 2014). Tujuan dari proses dealuminasi zeolit ini adalah untuk meningkatkan keasaman dari suatu katalis zeolit dan dapat meningkatkan efisiensi dari katalis itu sendiri (Muller, et al., 2014).

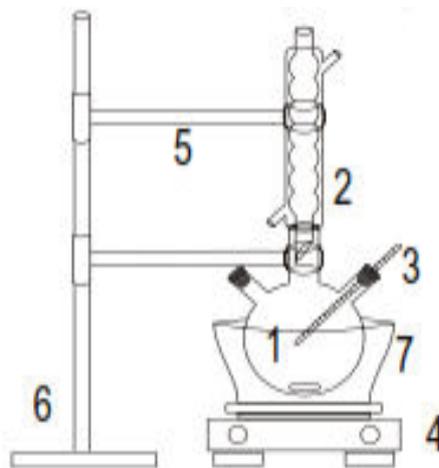
Pada penelitian ini, menggunakan tiga tahapan, yaitu proses perlakuan kimia/dealuminasi, pencucian, pengeringan/proses kalsinasi. Variabel yang akan kami gunakan dalam proses dealuminasi ini adalah variabel suhu dan variabel konsentrasi larutan asam (HCl). Penelitian ini diharapkan mendapatkan kondisi operasi optimum proses dealuminasi pada katalis zeolit.

Metode Penelitian

Dealuminasi Katalis Zeolit Y Menggunakan Larutan H_2SO_4 dengan tahapan langkah sebagai berikut:

- Membuat larutan H_2SO_4 sesuai konsentrasi pada variabel, dilarutkan dalam aquadest 25 ml.
- Zeolit Y sebanyak 5 gram dimasukkan ke dalam campuran.
- Proses dealuminasi dilakukan selama waktu dengan variabel yang ditentukan.
- Campuran disaring dengan saringan penghisap.
- Endapan hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada suhu $110^\circ C$.
- Katalis yang sudah termodifikasi ini siap untuk dikalsinasi.

Rangkaian alat digambar 1 digunakan untuk perlakuan kimia proses dealuminasi. Rangkaian ini terdiri dari labu leher tiga sebagai tempat untuk mencampurkan Zeolit Y dengan HCl dan H_2SO_4 . *Magnetic stirrer* digunakan untuk pengaduk campuran. Berikut adalah gambar rangkaian alat secara lengkap:



Keterangan:

- Labu leher tiga
- Pendingin balik
- Termometer
- Magnetic stirrer* + pemanas
- Klem
- Statif
- Waterbath

Gambar 1. Rangkaian Alat Dealuminasi

Setelah proses dealuminasi, katalis dikalsinasi dengan dimasukkan dalam *furnace*. *Furnace* dihidupkan dengan diatur suhunya konstan $550^\circ C$. Waktu kalsinasi dihitung mulai suhu $550^\circ C$ selama 3 jam. Kemudian katalis dibiarkan dingin untuk dilakukan uji katalitik.



Katalis Zeolit Y yang didealuminasi dengan perlakuan asam akan menghasilkan Zeolit Y terdealuminasi, diujikan pada analisis BET (*Brunauer Emmett Teller*) untuk mengetahui luas permukaan, XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui struktur *crystalline* pada zeolit dan menggugurkan TPD (*Temperature-Programmed Desorption*) untuk mengetahui sifat keasaman dari Zeolit Y hasil proses dealuminasi.

Hasil percobaan proses dealuminasi katalis Zeolit Y digunakan untuk produksi *Glycerol Monolaurate*. Analisis GC-MS akan dilakukan untuk mengetahui berat molekul dari senyawa *Glycerol Monolaurate* yang dihasilkan, dan menunjukkan kemurnian *Glycerol Monolaurate* yang menggunakan katalis Zeolit Y terdealuminasi (Chen, et al., 2009).

Hasil yang Diharapkan (*Expected Result*)

Dengan dealuminasi maka kandungan Al dalam katalis zeolite Y akan berkurang. Dengan berkurangnya Al maka kandungan rasio Si/Al dalam frame work akan meningkat. Meningkatnya rasio Si/Al dalam framework katalis zeolit akan menyebabkan kekuatan asam katalis meningkat. Machado *et al* (2000) melaporkan bahwa kekuatan asam katalis menentukan jumlah laurine yang dihasilkan. Selain dari itu sifat hydrophobic juga akan berubah. Dimana sifat hydrophobic sangat menentukan jumlah glysesol dan asam laurate yang diadsorbsi di permukaan katalis.

Kesimpulan

Proses dealuminasi katalis zeolite Y akan meningkatkan sifat asam dan daya adsorbsi katalis zeolite Y, sehingga meningkatkan jumlah *Glycerol monolaurate* yang dihasilkan.

Ucapan Terima Kasih

Terima kasih diucapkan kepada LAPTIA, BPPT, Puspiptek Serpong, Tangerang yang telah membantu dalam menyediakan bahan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- Chen, X., Wu, D., He, Y. & Liu, S., Detecting the Quality of Glycerol Monolaurate: A Method for Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy with Wavelet Transform and Modified Uninformative Variable Elimination. *Analytica Chimica Acta*. 2009.
- Istadi, *Teknologi katalis untuk konversi energi*. Yogyakarta: Graha Ilmu, 2011.
- Kusumaningsih, T., Pranoto & Saryoso, R., Pembuatan Bahan Bakar Biodiesel dari Minyak Jarak; Pengaruh Suhu dan Konsentrasi KOH pada Reaksi Transesterifikasi Berbasis Katalis Basa. *Bioteknologi*. 2006.
- Machado, M. d. S. et al., Selective Synthesis of Glycerol Monolaurate with Zeolitic Molecular Sieves. *Applied Catalysis*. 2000.
- Muller, J. M. et al., Solid-State Dealumination of Zeolites for Use as Catalysts in Alcohol. *Microporous and Mesoporous Materials*. 2014.
- Prasetyo, A. E., Widhi, A. & Widayat, Potensi gliserol dalam pembuatan turunan gliserol melalui proses esterifikasi. *Jurnal Ilmu Lingkungan*. 2012.
- Rivai, M., Upaya Peningkatan Nilai Tambah Gliserol Hasil Samping Industri Biodiesel di SBRC LPPM IPB. *Surfactant and Bioenergy Research Center*. 2013.
- Saputra, R., Pemanfaatan zeolit sintetis sebagai alternatif pengolahan limbah industri. 2006.
- Wang, Y., Otomo, R., Tatsumi, T. & Yokoi, T., Dealumination of Organic Structure-Directing Agent (OSDA) Free Beta Zeolite for Enhancing Its Catalytic Performance In N-Hexane Cracking. *Microporous and Mesoporous Materials*. 2015.
- Wibowo, T. Y., Abdullah, A. Z. & Zakaria, R., Organo-montmorillonites as catalysts for selective synthesis of glycerol monolaurate. *Applied Clay Science*. 2010.
- Widiyarti, G., Hanafi, M. & Soewarso, W. P., Pengaruh Konsentrasi Katalis dan Perbandingan Molritas Reaktan Pada Sintesis Senyawa α -Monolaurin. 2008.
- Xu, W., Li, L. Y. & Grace, J. R., Dealumination of Clinoptilolite and Its Effect on Zinc Removal from Acid Rock Drainage. *Chemosphere*. 2014.





Lembar Tanya Jawab
Moderator : Soepriyanto (ITS Surabaya)
Notulen : Putri Restu Dewati (UPN "Veteran" Yogyakarta)

1. Penanya : Novianto
Pertanyaan : Zeolit didapat dari mana ? Harga berapa?
Jawaban : Zeolit sintesis diimpor 500 gram 100 USD. Grup Penelitian sudah mampu membuat zeolit Y dengan komposisi silica dari abu sekam padi.

2. Penanya : Hermanto
Pertanyaan : Pada pemurnian kenapa menggunakan H_2SO_4 ? Reaksi ?
Jawaban : Penggunaan H_2SO_4 lebih efektif dari asam-asam lain. HF terlalu kuat dan HCl kurang kuat.

3. Penanya : Gunanjar (BATAN Serpong)
Pertanyaan : Apakah zeolit alam sudah digunakan?
Jawaban : Zeolit alam, kristalnya tidak homogen. Sedangkan zeolit sintesis kristalnya cocok untuk absorber. Zeolit sintesis cocok untuk katalis.

