

KARBONILASI GLISEROL MENGUNAKAN KATALIS KIMIA HETEROGEN

Meta Rivani dan Tjahjono Herawan

Abstrak Gliserol karbonat diperoleh dari reaksi karbonilasi gliserol dengan alkil karbonat yang dikatalisasi oleh senyawa kimia yang bersifat basa. Tujuan dari kajian ini adalah mendapatkan kondisi optimum proses karbonilasi menggunakan katalis kimia heterogen dan mengetahui karakteristik produk gliserol karbonat. Bahan kimia yang digunakan antara lain gliserol dari proses biodiesel, dimetil karbonat (dmc), dan katalis kimia. Penelitian dilakukan tiga tahap yaitu seleksi katalis, optimasi proses dan karakterisasi produk. Katalis yang diseleksi adalah katalis homogen (NaOH dan Na_2CO_3) dan heterogen (CaO dan MgO). Kemudian, katalis terseleksi digunakan pada optimasi proses karbonilasi dengan menggunakan desain percobaan permukaan tanggap melalui rancangan komposit terpusat. Rancangan terdiri dari dua variabel bebas (rasio molar dmc terhadap gliserol dan suhu reaksi) dengan 5 level. Rancangan percobaan memberikan tanggapan konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat. Kemudian, produk optimum dikarakterisasi. Tahap seleksi katalis menghasilkan gliserol karbonat dengan konsentrasi 57% dan perolehan 43% pada penggunaan CaO 5% (b/b) terhadap berat gliserol dan waktu reaksi 8 jam. Tahap optimasi menghasilkan gliserol karbonat dengan konsentrasi lebih dari 60% ($R\text{-square}=0,83$) dan perolehan lebih dari 50% ($R\text{-square}=0,81$) pada rasio molar dmc 4:1 terhadap gliserol, suhu reaksi 94°C , CaO 5% (b/b) dan 8 jam reaksi. Hasil karakterisasi produk gliserol karbonat adalah pH 6, bilangan hidroksi 548,83, densitas 1,334 gr/ml, dan larut dalam air. Produk gliserol karbonat memenuhi karakterisasi gliserol karbonat komersil.

Kata kunci : gliserol, karbonilasi, gliserol karbonat, katalis kimia heterogen.

Abstract Glycerol carbonate obtained by glycerol carbonylation that catalyzed by alkali base chemicals. The aim of the study is attain the optimum condition of carbonylation using heterogeneous chemical catalyst and the characterization of the glycerol carbonate. The materials used were glycerol from biodiesel processing, dimethyl carbonate (dmc), and catalysts. The research was conducted in three steps, select catalysts, optimize process, and characterize products. Catalysts selected were homogeneous catalysts (NaOH, and Na_2CO_3) and heterogeneous (CaO and MgO). Then, the selected catalyst was used in optimize process using Response Surface Methodology (RSM) via Central Composite Design (CCD). The design consisted of two dependent variables (molar ratio of dmc to glycerol and reaction temperature) with five levels. Design experiment gave response to glycerol carbonate concentration and yield. Then, the optimum product was characterized. The catalyst selection step results glycerol carbonate with 57% concentration and 43% yield by using CaO 5% (w/w) to glycerol and 8 hours reaction. The optimization step results glycerol carbonate with more than 60% concentration ($R\text{-square}=0.83$) and more than 50% yield ($R\text{-square}=0.81$) at ratio molar dmc 4:1 to glycerol, 94°C , 5% (w/w) CaO and 8 hours reaction. The characterizations of glycerol carbonate are pH 6, hydroxy value 548.83, density 1.334 gr/ml and water soluble. This product meets the characterization of commercial glycerol carbonate.

Keywords : glycerol, carbonylation, glycerol carbonate, heterogeneous chemical catalysts.

PENDAHULUAN

Gliserol karbonat adalah cairan polar bening, bertitik didih tinggi dan tidak beracun. Gliserol karbonat digunakan sebagai adjuvan agrokimia, pelarut plastik dan resin, reaktan pembuatan polikarbonat dan

Penulis yang tidak disertai dengan catatan kaki instansi adalah peneliti pada Pusat Penelitian Kelapa Sawit

Meta Rivani (✉)
Pusat Penelitian Kelapa Sawit
Jl. Brigjen Katamso No. 51 Medan, Indonesia
Email: meta_rivani@yahoo.com

poliuretan (Chui *et al.*, 2008; Pagliaro dan Rossi, 2008; Rokicki *et al.*, 2005). Gliserol karbonat dibuat dari reaksi karbonilasi gliserol dengan alkil karbonat dengan bantuan katalis basa.

Salah satu jenis alkil karbonat adalah dimetil karbonat (dmc). Kelebihan dmc dibandingkan jenis alkil karbonat lain adalah ramah lingkungan, reaktifitas dan kelarutan tinggi, murah, tidak beracun dan tidak korosif (Tundo, 2001; Guangan *et al.*, 2011).

Bagi kelayakan skala proses, pemilihan katalis memenuhi beberapa kriteria yaitu murah, selektifitas dan perolehan tinggi serta mudah dipisahkan dari produk sehingga dapat digunakan kembali. Katalis heterogen memenuhi semua kriteria. Namun, katalis heterogen umumnya berasal dari logam dan membutuhkan energi aktivasi tinggi.

Beberapa teknologi karbonilasi yang menggunakan dimetil karbonat dan katalis heterogen sudah dilakukan. Aresta *et al.* (2006) melaporkan hasil sintesa pada tekanan superkritikal antara gliserol, karbon dioksida dan katalis Sn. Teknologi ini menghasilkan perolehan 7% selama 15 jam reaksi. Schmitt *et al.* (2008) menghasilkan 95% perolehan gliserol karbonat selama 8 jam reaksi dengan bahan baku gliserol, dimetil karbonat dan campuran katalis LiCl dan CaO. Gomez *et al.* (2009) mempublikasikan penggunaan CaO pada karbonilasi gliserol dengan dimetil karbonat. Gliserol yang diperoleh mencapai 95% selama 1,5 jam reaksi pada reaktor bertekanan.

Simanjuntak *et al.* (2011) menggunakan gliserol/dmc/CaO kalsinasi 1/2/20 pada reaktor karbonilasi bertekanan.

Pada penelitian ini dilakukan karbonilasi gliserol dengan menggunakan katalis heterogen tidak dikalsinasi dan dmc sebagai reaktan. Proses kalsinasi menghasilkan selektifitas katalis tinggi tetapi juga membutuhkan energi besar dan rumit. Proses kalsinasi katalis tidak dilakukan sebaliknya pemanasan katalis dilakukan untuk menghilangkan air di permukaan pori katalis. Reaksi diharapkan berlangsung pada permukaan pori katalis. Sisi aktif katalis yang tidak dalam pori memperpanjang umur katalis karena mudah dimurnikan.

Kajian yang diamati adalah pengaruh jenis katalis, jumlah katalis heterogen, rasio molar dmc, waktu dan suhu reaksi terhadap konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat. Manfaat dari penelitian ini adalah meningkatkan nilai jual gliserol sawit dan menghasilkan gliserol karbonat yang dapat digunakan sebagai adjuvan pada industri agrokimia.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Gliserol dari proses biodiesel dimurnikan dengan metode asidifikasi (Herawan *et al.*, 2007). Katalis kimia homogen (NaOH dan Na_2CO_3) dan heterogen (CaO dan MgO). CaO dan MgO dikeringkan di tungku

Tabel 1. Kode level untuk katalis heterogen terseleksi.

No.	Kode rasio molar dmc	Kode Suhu	Katalis heterogen	
			Rasio molar dmc	Suhu (°C)
1	-1,00000	-1,00000	3	70
2	-1,00000	1,00000	3	90
3	1,00000	-1,00000	5	70
4	1,00000	1,00000	5	90
5	-1,41421	0,00000	2,6	80
6	1,41421	0,00000	5,4	80
7	0,00000	-1,41421	4	66
8	0,00000	1,41421	4	94
9	0,00000	0,00000	4	80
10	0,00000	0,00000	4	80

bersuhu 600°C selama 48 jam. Dimetil karbonat, katalis dan bahan kimia analisa (metanol, bahan sililasi, heptan, dll) diperoleh dari Merck.

Metode

Kegiatan dilakukan tiga tahapan yaitu seleksi katalis kimia (NaOH, Na_2CO_3 , CaO dan MgO), optimasi proses, dan karakterisasi produk. Sebanyak 4 g gliserol dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 ml yang dilengkapi dengan *magnetic stirrer*, kondensor dan termometer. Gliserol dikarbonilasi dengan dimetil karbonat pada rasio, jenis katalis, dan suhu tertentu (sesuai rancangan percobaan) selama 8 jam pada tekanan atmosfer. Setelah reaksi selesai, campuran produk disaring kemudian metanol dan sisa dimetil karbonat dalam supernatan dievaporasi secara vakum pada suhu 80°C.

Analisis

Isomer gliserol dan gliserol karbonat dianalisa dengan kromatografi gas GC-2010 Shimadzu yang dilengkapi *flame ionization detector* (FID) dan kolom DB 5HT. Suhu kolom dan injektor GC adalah 380°C dengan aliran gas helium. Spektrum serapan gliserol karbonat dianalisa dengan ATR FTIR Alpha P Bruker. Karakter gliserol karbonat yang dianalisa meliputi pH (digital pH Mettler Toledo), densitas (ASTM D1298), dan bilangan hidroksi (AOCS Official Method Cd 13-60).

Rancangan Percobaan

Optimasi proses menggunakan respon permukaan tanggap dengan rancangan komposit terpusat yang terdapat pada *software* Statsoft 8, Statistica. Tanggapan yang diamati adalah konsentrasi gliserol karbonat dan perolehan. Pengkodean level dan keluaran disain dapat dilihat pada Tabel 1.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Seleksi Katalis Kimia

Secara umum, industri produksi gliserol karbonat dilakukan dengan menggunakan NaOH sebagai katalis. Meskipun harganya relatif murah, NaOH sulit dipisahkan dari produk dan menimbulkan banyak kendala proses seperti penyabunan. Oleh karena itu, banyak industri proses mengganti penggunaan katalis homogen menjadi heterogen.

Seleksi katalis dilakukan terhadap katalis homogen (NaOH dan Na_2CO_3) dan katalis heterogen tidak dikalsinasi (CaO dan MgO). Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa penggunaan katalis NaOH menghasilkan korelasi kemiripan gliserol karbonat lebih tinggi daripada penggunaan Na_2CO_3 , CaO dan MgO. Akan tetapi, penggunaan CaO menghasilkan kemiripan gliserol karbonat lebih tinggi daripada MgO dan Na_2CO_3 . Hal ini menunjukkan bahwa CaO berpotensi digunakan pada proses karbonilasi sebagai pengganti katalis NaOH yang umum digunakan pada industri. Penggantian katalis NaOH menjadi CaO akan memudahkan proses pemurnian produk dari sisa katalis.

Pengaruh persen berat CaO dan waktu reaksi terhadap produk gliserol karbonat

Meskipun penggunaan CaO 6% (b/b) paling baik, yaitu 58% dan 40%, namun persentase tersebut tidak signifikan jika dibandingkan dengan penggunaan CaO 5% dan 4% (Gambar 2). Penggunaan katalis berlebih membuat reaksi tidak efektif sedangkan jumlah sedikit mengurangi selektifitas. Gomez *et al.* (2009) melaporkan penggunaan katalis CaO pada karbonilasi adalah 4 sampai 6% (b/b). Oleh karena itu, pada tahap optimasi selanjutnya digunakan 5% (b/b) CaO.

Tabel 2. Hasil seleksi katalis

Jenis Katalis	Nama Katalis	Rasio Molar Reaktan	Rasio Katalis (% b/b)	Suhu (°C)	Waktu reaksi (jam)	Korelasi ^{*)} (%)
Homogen	Na_2CO_3	3	1	80	8	37,10
	NaOH	3	1	80	8	93,05
Heterogen	CaO	3	1	80	8	41,77
	MgO	3	1	80	8	37,04

^{*)} korelasi kemiripan spektra infra merah antara sampel dengan gliserol karbonat pa.



Karakterisasi awal produk gliserol karbonat dikenali dari spektra infra merah. Karakteristik pita serapan gliserol karbonat berada pada 1780 cm^{-1} untuk C=O dan 1260 cm^{-1} untuk C-O. Sisa gliserol ada di 920 cm^{-1} (Gambar 1). Absorbansi uluran C=O pada gliserol karbonat penggunaan CaO tidak besar (22%) dibandingkan gliserol karbonat pa dan penggunaan NaOH. Oleh karena itu optimasi proses karbonilasi menggunakan CaO dilakukan untuk mendapatkan konsentrasi gliserol karbonat yang lebih tinggi.

Ada dua hal yang penting pada reaksi karbonilasi gliserol yaitu sifat kebasaan katalis dan gugus hidroksi. Semua katalis yang diseleksi pada penelitian ini memiliki sifat basa kuat. Pada golongan oksida, CaO lebih bersifat basa daripada MgO (Liu *et al.*, 2008). Akan tetapi, basa NaOH lebih kuat daripada CaO dan MgO. Oleh karena itu, pada penggunaan CaO menghasilkan gliserol karbonat lebih tinggi dari pada MgO, meskipun lebih rendah dari penggunaan NaOH. Menurut Gomez *et al.* (2009), mekanisme reaksi karbonilasi tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut (Gambar 2.):

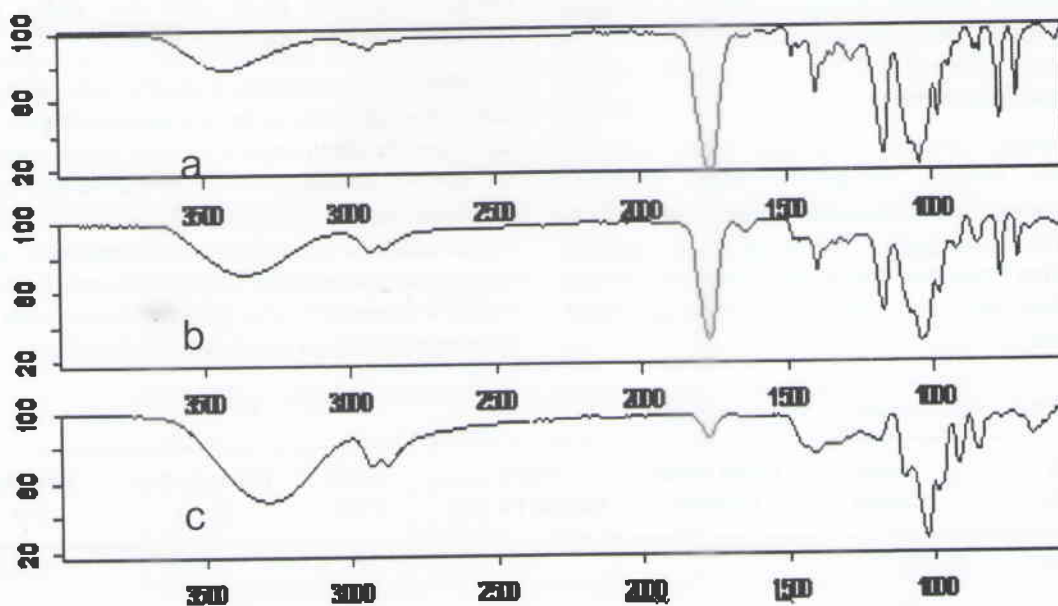
1. Katalis basa menarik ion H^+ pada gugus hidroksi sn-3 gliserol.

2. Alkil karbonat berikatan dengan O pada sn-3 gliserol menghasilkan intermediat gliserol karbonat (linier gliserol karbonat).
3. Gugus alkil karbonat lainnya akan terlepas dan menyerang H^+ yang menempel pada katalis B sehingga membentuk metanol sebagai produk samping.

Intermediat gliserol akan berubah menjadi silkil dengan cara H^+ pada gugus hidroksi sn-2 lepas dan berikatan dengan O pada sn-3 gliserol. Ketika proses siklisasi terjadi, diperlukan penguapan metanol secara simultan agar reaksi terus bergerak ke kanan untuk memaksimalkan produk.

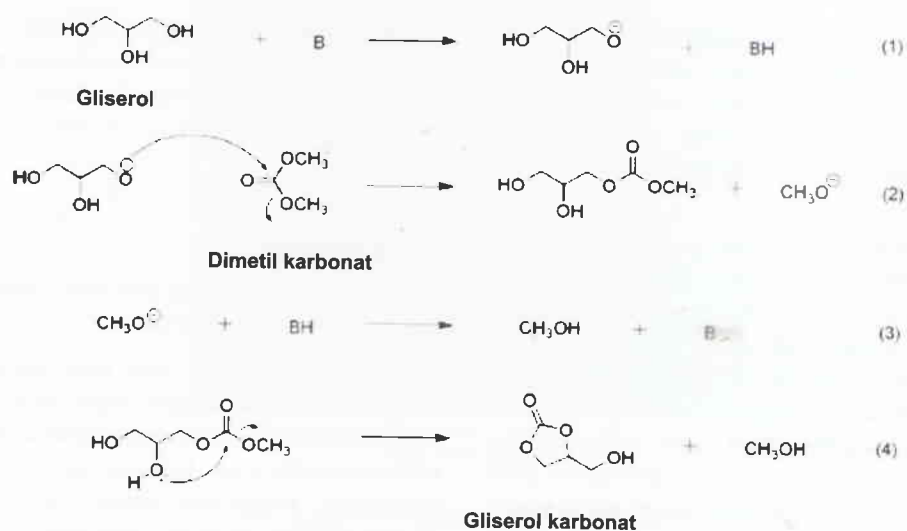
Pengaruh persen berat CaO dan waktu reaksi terhadap produk gliserol karbonat

Grafik bar berikut (Gambar 3) menunjukkan pengaruh persen berat CaO terhadap konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat. Penggunaan CaO 6% (b/b) pada proses karbonilasi menghasilkan konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat paling tinggi, yaitu 58% dan 40%. Penggunaan 5% (b/b) CaO mampu menghasilkan gliserol karbonat dengan konsentrasi



Gambar 1. Spektra infra merah

- (a) Gliserol karbonat pa
- (b) Gliserol karbonat dengan menggunakan NaOH
- (c) Gliserol karbonat dengan menggunakan CaO



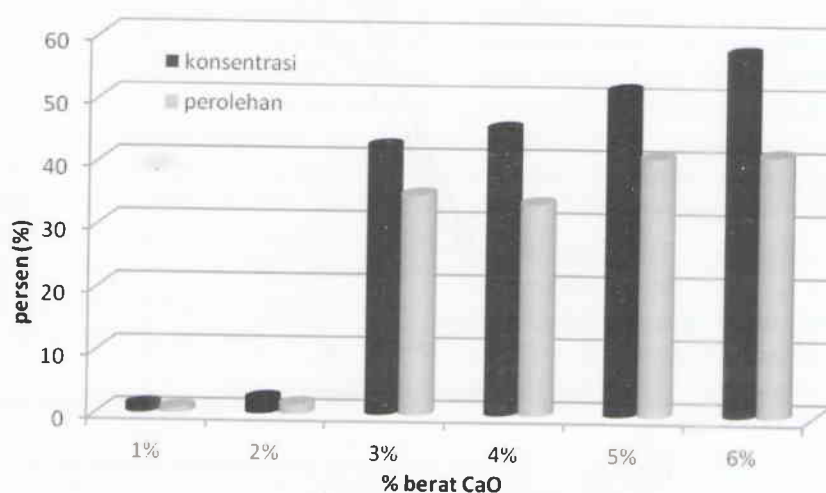
Gambar 2. Mekanisme reaksi karbonilasi gliserol dengan katalis basa heterogen.

50% dan perolehan 40%. Penggunaan CaO 4% (b/b) menghasilkan 43% konsentrasi dan 31% perolehan gliserol karbonat.

Dari tiga persen berat CaO yang berbeda (4, 5 dan 6%) dapat diketahui bahwa selisih konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat tidak besar. Selisih konsentrasi antara penggunaan 5 dan 6% (b/b) CaO adalah 8% sedangkan pada penggunaan 4 dan 5% (b/b) CaO adalah 15%. Hal ini menunjukkan bahwa penambahan lebih dari 5% CaO tidak efektif

meningkatkan konsentrasi. Alasan ini dipertegas dengan tidak ada perbedaan perolehan gliserol karbonat ketika digunakan 6% maupun 5% CaO.

Berdasarkan grafik bar berikut maka dapat disimpulkan bahwa penggunaan katalis berlebih membuat reaksi tidak efektif sedangkan jumlah sedikit mengurangi selektifitas. Gomez *et al.* (2009) melaporkan penggunaan katalis CaO pada karbonilasi adalah 4 sampai 6% (b/b). Oleh karena itu, pada tahap optimasi digunakan 5% (b/b) CaO.



Gambar 3. Pengaruh persen berat CaO terhadap konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat pada 80°C, gliserol:dmc (1:3) dan 8 jam reaksi.



Selain faktor persen berat CaO, waktu reaksi juga mempengaruhi konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat. Profil waktu diperlukan untuk mengetahui efektifitas proses karbonilasi. Profil waktu terhadap perubahan konsentrasi dan perolehan dapat dilihat pada Gambar 4.

Profil konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat meningkat 13 kali dan 15 kali pada selang waktu 2 jam setelah jam ke-4 reaksi. Profil landai dimulai setelah 6 jam reaksi, dimana peningkatan konsentrasi dan perolehan hanya 7% dan 3% pada selang waktu 2 jam. Profil landai menunjukkan bahwa konsentrasi produk lebih besar dari pada komposisi bahan baku sehingga laju reaksi ke arah produk menurun. Berdasarkan profil landai tersebut maka diambil kesimpulan waktu reaksi lebih lama (lebih dari 8 jam) dianggap tidak efektif meningkatkan konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat.

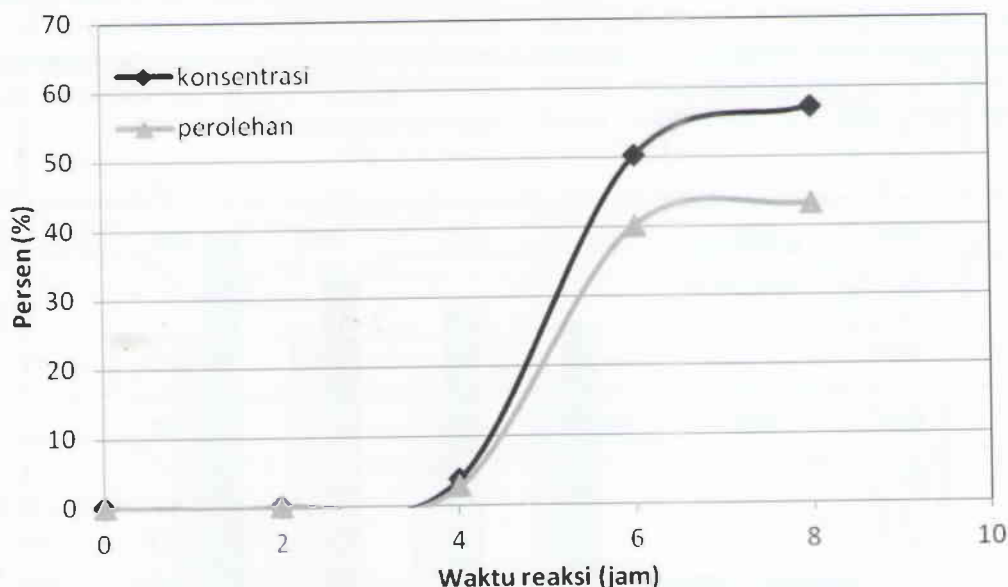
Waktu reaksi pada penelitian (8 jam) lebih lama daripada penelitian Gomez *et al.* (2009), Simanjuntak *et al.* (2011) dan Jiabo *et al.* (2011) yaitu 90, 40 dan 180 menit. Hal ini disebabkan penelitian ini tidak

menggunakan katalis kalsinasi dan tidak menggunakan reaktor bertekanan. Reaktor bertekanan mempercepat difusi massa dalam pori katalis. Namun, penggunaan reaktor bertekanan dan kalsinasi katalis membutuhkan energi yang besar.

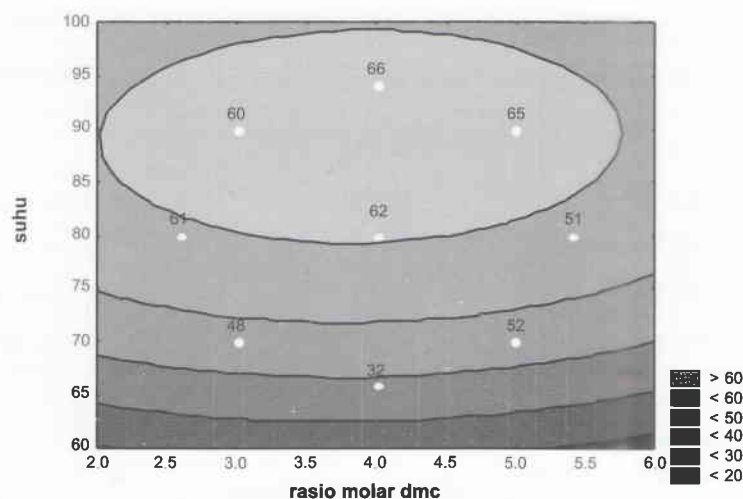
Optimasi Proses

Pengaruh rasio reaktan dan suhu reaksi terhadap konsentrasi gliserol karbonat

Profil optimasi rasio molar dmc dan suhu terhadap konsentrasi gliserol karbonat dapat dilihat pada Gambar 5. Konsentrasi gliserol karbonat optimal (66%) tercapai pada rasio molar 4 dmc terhadap gliserol dan suhu 94°C. Sebaliknya, konsentrasi gliserol karbonat minimum (kurang dari 45%) diperoleh pada rasio molar kurang dari 3.5 dmc terhadap gliserol dan suhu lebih rendah dari 65°C. Hasil tersebut diperkuat dengan diperoleh *R-squared* 0,83 dan *p-value* 0,016. Model matematis untuk estimasi pengaruh rasio dimetil karbonat dan suhu reaksi terhadap konsentrasi gliserol karbonat adalah $Y = 60,66 - 0,47X_1 + 9,04X_2 - 1,39X_1^2 - 4,85X_2^2 + 0,16X_1X_2$.



Gambar 4. Pengaruh waktu reaksi terhadap konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat pada 5% (b/b) CaO pada 80°C, gliserol:dmc (1:3) rasio g.



Gambar 5. Permukaan tanggap konsentrasi gliserol karbonat terhadap variasi suhu dan rasio molar reaktan dmc pada penggunaan 5% (b/b) CaO selama 8 jam.

Tabel 3. Signifikansi konsentrasi pada selisih level faktor.

Level	Faktor	Peningkatan level faktor	Peningkatan konsentrasi gliserol karbonat (%)
Level rendah	Rasio dmc	2,8	4,28
	suhu	20°C	11,93
Level tinggi	Rasio dmc	2,8	4,94
	suhu	20°C	12,59

*) korelasi kemiripan spektra infra merah antara sampel dengan gliserol karbonat pa.

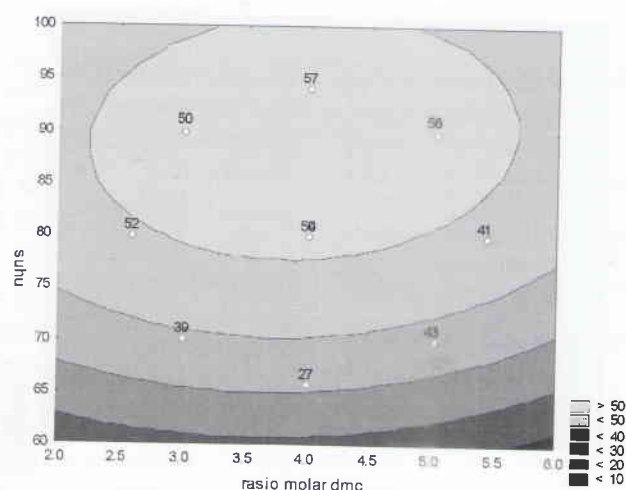
Hasil perhitungan peningkatan konsentrasi setiap kenaikan level dapat dilihat pada Tabel 3 dimana reaksi karbonilasi berkatalis heterogen lebih dipengaruhi oleh suhu daripada rasio dmc. Setiap kenaikan 20°C diperoleh 11 hingga 12% konsentrasi gliserol karbonat sedangkan kenaikan 2,8 rasio molar reaktan hanya mampu menghasilkan 4% konsentrasi gliserol karbonat. Reaksi karbonilasi berkatalis heterogen idealnya berlangsung pada kondisi *interface* antara fasa cair dan gas karena pemutusan rantai alkil berlangsung pada titik didih reaktannya, dimana titik didih dmc ada 92°C.

Pengaruh rasio reaktan dan suhu reaksi terhadap perolehan gliserol karbonat

Hasil permukaan tanggap pada Gambar 6 menunjukkan bahwa titik optimum perolehan gliserol karbonat (57%) tercapai pada rasio molar 4 dmc

terhadap gliserol dan suhu 94°C. Perolehan minimum gliserol karbonat (kurang dari 20%) diperoleh pada rasio dmc kurang dari 3,5 dan suhu lebih rendah dari 70°C. Analisis menghasilkan *R-squared* 0,81 dan *p-value* 0,019. Model matematis untuk estimasi pengaruh rasio dmc dan suhu reaksi terhadap perolehan gliserol karbonat adalah $Y = 52,16 - 0,63X_1 + 8,28X_2 - 2,07X_1^2 - 4,36X_2^2 + 0,36X_1X_2$

Suhu lebih berpengaruh terhadap perolehan daripada rasio molar dmc pada reaksi karbonilasi. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 4, dimana peningkatan konsentrasi lebih tinggi pada variasi suhu daripada variasi rasio molar dmc. Menurut Simanjuntak *et al.* (2011), ada pengaruh suhu reaksi terhadap mekanisme ionisasi sisi aktif katalis dan sifat fluida densitas. Hal ini juga berhubungan dengan proses deaktivasi katalis.



Gambar 6. Permukaan tanggap perolehan gliserol karbonat terhadap variasi suhu dan rasio molar dmc pada kondisi 5% (b/b) CaO selama 8 jam.

Tabel 4. Signifikansi level faktor terhadap peningkatan perolehan.

Level	Faktor	Peningkatan level faktor	Peningkatan konsentrasi gliserol karbonat (%)
Level rendah	Rasio dmc	2	4,06
	suhu	20°C	10,42
Level tinggi	Rasio dmc	2	5,94
	suhu	20°C	12,31

*) korelasi kemiripan spektra infra merah antara sampel dengan gliserol karbonat pa.

Pada tahap seleksi katalis diketahui bahwa reaksi karbonilasi gliserol dan dimetil karbonat (dmc) dapat dikatalisasi dengan baik oleh CaO daripada MgO dan Na_2CO_3 . Jumlah CaO yang paling baik menghasilkan gliserol karbonat (konsentrasi 45,58% dan perolehan 33,62%) adalah 5% (b/b) terhadap berat gliserol. Hal ini sesuai dengan penelitian Gomez *et al.* (2009) yang melaporkan penggunaan katalis CaO pada karbonilasi adalah 4 sampai 6% (b/b).

Tahap seleksi juga menentukan waktu reaksi. Profil perubahan konsentrasi dan perolehan mengalami peningkatan drastis pada jam ke 4 hingga 6 reaksi (konsentrasi 50% dan perolehan 40%), sedangkan profil peningkatan landai pada jam ke-6 hingga 8 (konsentrasi 57% dan perolehan 43%). Meskipun waktu reaksi penelitian ini lebih lama dari pada penelitian lain, Gomez *et al.* (2009), Simanjuntak *et al.* (2011) dan Jiabo *et al.* (2011), namun penelitian

ini lebih ekonomis karena tidak menggunakan reaktor bertekanan. Dari dua kegiatan seleksi maka ditentukan 5% (b/b) CaO dan waktu reaksi 8 jam digunakan sebagai variabel tetap pada tahap optimasi proses.

Dua faktor yang belum dioptimasi adalah rasio dmc dan suhu reaksi. Pada tahap optimasi kedua faktor tersebut menjadi variabel. Hasil dua grafik permukaan tanggap dan dua tabel signifikansi level yang menunjukkan suhu lebih lebih mempengaruhi konsentrasi dan perolehan gliserol karbonat daripada rasio dimetil karbonat pada jumlah CaO yang sama (5% (b/b)) dan waktu reaksi yang sama (8 jam reaksi). Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang Gomez *et al.* (2009), Simanjuntak *et al.* (2011) dan Jiabo *et al.* (2011) melaporkan bahwa pengaruh suhu lebih mempengaruhi reaksi karbonilasi daripada rasio reaktan, dimana suhu optimum 90 sampai 130°C.

Tabel 5. Karakterisasi gliserol karbonat.

Karakteristik	Gliserol karbonat pa	Gliserol karbonat produk
pH	6	6
Bilangan hidroksi	575,6	548,83
Densitas (gr/ml)	1,4	1,334
% Total karbonat	98	81,65
Kelarutan dalam air	sangat larut	sangat larut

KESIMPULAN

CaO dapat digunakan sebagai katalis kimia heterogen pada reaksi karbonilasi gliserol untuk menghasilkan gliserol karbonat. Konsentrasi optimum (lebih dari 60%) dan perolehan optimum (lebih dari 50%) diperoleh pada kondisi rasio molar dmc terhadap gliserol 4:1, suhu 94°C, 5% (b/b) CaO dan 8 jam reaksi. Suhu reaksi lebih mempengaruhi perolehan dan konsentrasi gliserol karbonat daripada rasio dmc. Hal ini berhubungan dengan mekanisme reaksi ionisasi katalis dan fluiditas fluida.

SARAN

Perlu dilakukan kajian lebih lanjut tentang analisis fisika CaO (kebasaan, luas permukaan, diameter pori, dsb) masa deaktivasi dan proses regenerasinya sehingga dapat digunakan berulang. Selain itu, diperlukan kajian mekanisme reaksi ionisasi katalis CaO lebih detail untuk mengetahui pengaruh lanjut suhu reaksi dan de-aktivasi katalis terhadap reaksi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada Kementerian RISTEK sebagai penyandang dana penelitian melalui Program Riset Insentif Terapan 2010.

DAFTAR PUSTAKA

Aresta, M., A. Dibenedetto, F. Nocito, and C. Pastore. 2006. A study on the carboxylation of glycerol to glycerol carbonate with carbon dioxide :The role of catalyst, solvent and reaction condition. *Journal of Molecular Catalysis*. 257: 149-153.

Chui-Hui, Z., J.N. Beltramini, Y.X. Fan, and G.Q. Lu. 2008. Chemoselective catalytic conversion of glycerol as a biorenewable source to valuable commodity chemicals. *Chemical Society Review*. 37: 527-549.

Gomez, J.R.O., O.G.J. Aaberasturi, B.M. Madurga, A.P. Rodriguez, C.R. Lopez, L.L. Ibaretta, J.T. Soria, and M.C.V. Velasco. 2009. Synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate by transesterification : Catalyst screening and reaction optimization. *Journal of Applied Catalysis*. 366: 315-324.

Guangnan, Ou, B. He, and Y.Yuan. 2011. Lipases are soluble and active in glycerol carbonate as a novel biosolvent. *Journal of Enzyme and Microbial technology* 49: 167-170.

Herawan, T., Darnoko, M.A. Nasution, dan B.G. Yudanto. 2007. Pengembangan teknologi biofuel dari minyak sawit. Laporan penelitian kerjasama Badan Litbang Pertanian.

Jiabo, L. and T. Wang. 2011. On the deactivation of alkali solid catalyst for synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate. *Reaction Kinetics, Mechanisms and Catalysis*. 102: 113-126.

Liu, X., H. Huayang, W. Yujun, Z. Shenlin, and P. Xianglan. 2008. Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. *Fuel*. 87 : 216-221.

Pagliari, M. and M. Rossi. 2008. The future of glycerol, new usage for a versatile raw material. RCS Publishing. United Kingdom.



Rokicki G., P. Rakoczy, P. Parzuchowski, and M. Sobiecki. 2005. Hyperbranched aliphatic polyethers obtained from environmentally benign monomer: glycerol carbonate. *Green Chemistry* 7: 529-539.

Schmitt B., J. Knebel, and M. Caspari. 2008. Process for preparing glyceryl carbonate. US Patent No. 0255372 A1.

Simanjuntak, F.S.H., T.K. Kim, S.D.Lee, B.S.Ahn, H.S.Kim, and H. Lee. 2011. CaO-catalyzed synthesis of glycerol carbonate from glycerol and dimethyl carbonate : Isolation and characterization of an active Ca Species. *Applied Catalysis A : General* 401: 220-225

Tundo, Piero. 2001. New developments in dimethyl carbonate Chemistry. *IUPAC Pure Applied Chemistry*. 73(7): 1117-1124.