

Available online at: <http://reactor.poltekadipdg.ac.id/>

REACTOR

Journal of Research on Chemistry and Engineering

| ISSN Online 2746-0401 |



Intensifikasi Sintesis Diasetin dan Triasetin Melalui Esterifikasi Gliserol Dengan Katalis Berbasis Daun Bambu

Maysa Fitri¹, Marwan², Yanna Syamsuddin², Nanda Suriaini²

¹ Program Studi Ilmu Lingkungan, Fakultas Teknik, Universitas Almuslim, Jl. Almuslim Matangglumpangdua, Bireuen, 24267, Indonesia

² Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Syiah Kuala, Jl. Teuku Nyak Arief, Banda Aceh, 23111, Indonesia

ARTICLE INFORMATION

Received: June 11, 2024

Revised: June 30, 2024

Accepted: July 03, 2024

KEYWORDS

Bamboo Leaf, Diacetin, Esterification, Microwave, Triacetin

CORRESPONDENCE

Name: Nanda Suriaini

E-mail: nanda_suriaini@usk.ac.id

ABSTRACT

The synthesis of acetins from glycerol is achieved through esterification assisted by a solid acid catalyst and microwave irradiation. Diacetin and triacetin, suitable as biofuel additives, are produced using biogenic silica from bamboo leaves, which is chemically activated with strong acid and calcined. No research has utilized silica catalysts derived from bamboo leaf ash to produce diacetin and triacetin. This study aims to employ bamboo leaf-based heterogeneous catalysts to enhance triacetin selectivity, simplify product purification and separation, and enable catalyst reuse. Furthermore, microwave application can accelerate the reaction time. The best total selectivity for diacetin and triacetin was obtained under operating conditions of 3% catalyst concentration, a 1:6 molar ratio, and 60 minutes of microwave irradiation. The yields of diacetin and triacetin under these conditions were 65.80% and 18.70%, respectively. GC-MS and FTIR analysis confirm the presence of monoacetin, diacetin, and triacetin, with a total selectivity for diacetin and triacetin of 84,50%.

PENDAHULUAN

Esterifikasi gliserol terhadap asam asetat dapat menghasilkan produk bernilai tinggi yaitu monoasetin, diasetin, dan triasetin. Beberapa penelitian telah melaporkan bahwa penambahan diasetin dan triasetin dapat meningkatkan sifat fisika-kimia biodiesel, memperbaiki proses pembakaran dan kinerja mesin. Diasetin dan triasetin sebagai aditif dapat mencegah kristalisasi dan penyumbatan di mesin pada suhu rendah [1] dan meningkatkan angka oktan [2].

Asetin dapat disintesis dengan mereaksikan gliserol dan asam asetat dengan bantuan katalis asam seperti asam sulfat. Namun, pada tahap pemurnian, katalis homogen seperti asam sulfat sulit dipisahkan dan dapat menyebabkan masalah bagi lingkungan [3], [4]. Katalis heterogen seperti Amberlyst-15 [5], silika mesopori sulfat [6], zirkonia sulfat [7], karbon aktif sulfat dan

zeolit [8] telah dicoba untuk meningkatkan produksi dan selektivitas diasetin dan triasetin.

Selain biaya yang relatif tinggi untuk tahap persiapan katalis, selektivitas produk menggunakan katalis padat masih belum optimal. Oleh karena itu, produksi katalis padat yang berasal dari sumber daya alam yang melimpah diperlukan untuk mengurangi biaya produksi dan meningkatkan selektivitas total diasetin dan triasetin serta mendukung gerakan teknologi ramah lingkungan.

Menurut penelitian sebelumnya, daun bambu kaya akan kandungan silika [9], [10], [11], dan sejauh ini, daun bambu hanya dianggap sebagai limbah tanpa penggunaan lebih lanjut. Sebagai eksportir produk bambu terbesar ketiga di dunia, bambu tersebar luas di Indonesia namun limbah daunnya masih belum dimanfaatkan dengan baik. Oleh karena itu, dalam studi ini digunakan katalis heterogen berbasis silika yang diekstraksi dari daun bambu. Penggunaan katalis biogenik ini diharapkan dapat berkontribusi pada

selektivitas total diasetin dan triasetin dalam reaksi esterifikasi gliserol. Selain itu, proses esterifikasi juga dipercepat lebih lanjut melalui aplikasi iradiasi *microwave*. *Microwave* memancarkan radiasi yang membantu memfasilitasi interaksi antara partikel dan meningkatkan suhu proses dengan sangat cepat. Dilaporkan bahwa kondisi ini mempersingkat waktu reaksi hingga 24 jam [12] atau bahkan 30 menit [11].

Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh konsentrasi katalis, rasio mol, dan waktu iradiasi terhadap selektivitas dan karakteristik diasetin dan triasetin yang dihasilkan. Pemanfaatan limbah daun bambu sebagai katalis diharapkan dapat menjadi solusi alternatif untuk mengatasi limbah dan meningkatkan nilai tambah dari tanaman bambu. Pemanfaatan iradiasi dari *microwave* diharapkan dapat membuat proses kontak asam asetat dan gliserol menjadi lebih efektif dan efisien, sehingga mempercepat waktu reaksi.

METODOLOGI

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan meliputi *microwave*, labu leher tiga, refluks kondensor, erlenmeyer, gelas ukur, buret, corong pemisah, pipet tetes, kertas saring dan aluminium foil. Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah daun bambu yang diperoleh dari Kuta Blang Bireuen, Aceh. Bahan kimia yang digunakan adalah grade Pro Analisis (PA) yaitu HCl 37% (Merck) untuk aktivasi kimia katalis daun bambu, gliserol 85% (Merck) dan asam asetat 100% (Merck) sebagai bahan baku utama reaksi esterifikasi dan aquades (Water One, OneMed).

Preparasi Katalis Daun Bambu

Sebanyak 10 gram abu daun bambu ditambahkan ke dalam 60 ml HCl 0,15 M, diaduk, dan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 40°C dengan kecepatan pengadukan 300 rpm. Selanjutnya, abu daun bambu yang telah dipanaskan dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada suhu 60°C. Selanjutnya, abu daun bambu yang sudah kering dikalsinasi dalam *furnace* selama 3 jam pada suhu 500°C. Katalis yang dihasilkan kemudian disimpan dalam desikator [13].

Sintesis Diasetin dan Triasetin

Reaksi esterifikasi gliserol dilakukan dengan tahapan sebagai berikut: tahap pertama dilakukan pemanasan secara terpisah untuk 10 gr gliserol dan asam asetat dengan perbandingan rasio mol gliserol terhadap asam asetat yaitu 1:4, 1:6, dan 1:8 (massa/volume) dipanaskan dalam enlemenyer terpisah hingga mencapai suhu 100°C. Setelah mencapai suhu reaksi, gliserol, asam asetat dan katalis berbasis daun bambu yang sudah diaktivasi (3%,

5% atau 7% dari volume gliserol) dimasukkan kedalam labu leher tiga, kemudian dipanaskan menggunakan *microwave* dengan variasi waktu iradiasi yaitu 20 menit, 40 menit dan 60 menit, serta pengadukan (*stirrer*) pada kecepatan 400 rpm. Reaksi dihentikan setelah mencapai waktu reaksi, lalu dilakukan penyaringan untuk memisahkan katalis dari produk dan didapatkan sampel yang mengandung produk. Perhitungan selektivitas produk (diasetin dan triasetin) dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Selektivitas (\%)} = \frac{\sum DT (\%)}{\sum MDT (\%)} \times 100\% \quad (1)$$

Keterangan

$\sum DT$ = Jumlah total diasetin dan triasetin

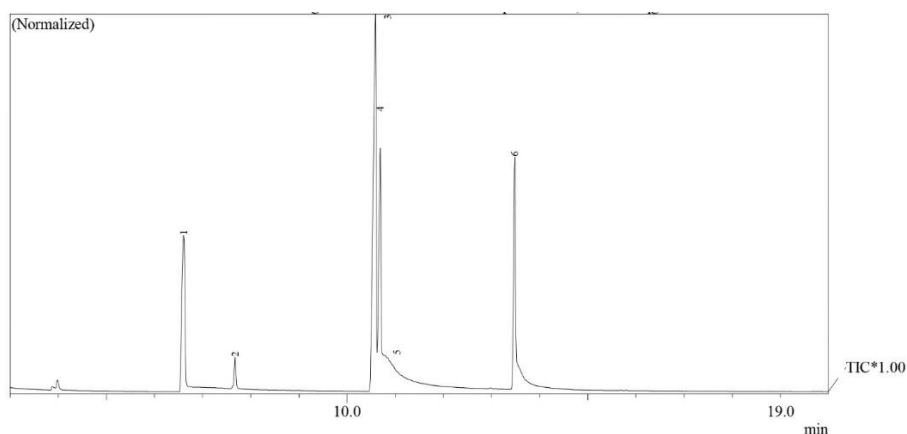
$\sum MDT$ = Jumlah total produk (monoasetin, diasetin, triasetin)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Selektivitas dari pembentukan diasetin dan triasetin ditinjau melalui analisis menggunakan instrumen kromatografi gas (*Gas Chromatography/GC*) yang dihubungkan dengan spektrometer massa (*Mass Spectrometer/MS*). Dengan instrumen ini senyawa produk dapat diketahui dan dihitung persentasenya dalam produk yang dihasilkan. Contoh hasil analisis GC-MS dari produk yang diperoleh pada penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 1. Pada kromatogram produk reaksi esterifikasi gliserol menggunakan katalis silika abu daun bambu dengan bantuan *microwave* yang ditampilkan, dapat dilihat bahwa esterifikasi dari gliserol terdiri dari degradasi gliserol menjadi monoasetin, dan diasetin sebelum akhirnya terbentuk menjadi triasetin.

Dari hasil analisis GC-MS yang ditunjukkan pada Gambar 1 terlihat bahwa pada proses esterifikasi tersebut gliserol terkonversi menjadi senyawa monoasetin yang puncaknya terbaca pada waktu retensi (tR) 6-8 menit, kemudian dilanjutkan menjadi diasetin yang terbaca pada waktu retensi ~10 menit. Dilaporkan bahwa puncak yang mengindikasikan keberadaan triasetin terletak pada rentang waktu retensi 13,48 menit, sesuai dengan *library search report* (Wiley7Nist05.L) pada GC [14]. Komposisi senyawa yang diperoleh setelah esterifikasi gliserol pada kondisi operasi menggunakan katalis 3%, rasio mol 1:6, dan iradiasi *microwave* 60 menit dapat dilihat pada Tabel 1.

Sama halnya seperti konversi, pengaruh dari variabel-variabel seperti konsentrasi katalis, rasio mol dan waktu iradiasi juga dipelajari terhadap selektivitas dari pembentukan triasetin. Berikut pembahasan lebih rinci mengenai pengaruh-pengaruh masing-masing variabel yang dikaji dalam penelitian ini.



Gambar 1. Hasil Analisis GC-MS dari Produk yang Dihasilkan Menggunakan Katalis 3%, Rasio Mol 1:6, dan Iradiasi Microwave 60 Menit

Tabel 1. Komposisi senyawa hasil esterifikasi gliserol Menggunakan Katalis 3%, Rasio Mol 1:6, dan Iradiasi Microwave 60 Menit

Puncak	Waktu Retensi (Menit)	Area (%)	Senyawa
1	6,603	13,88	Monoasetin
2	7,674	1,62	Monoasetin
3	10,589	32,26	Diasetin
4	10,689	17,52	Diasetin
5	10,784	16,02	Diasetin
6	13,481	18,71	Triasetin
Total		100	

Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Selektivitas Triasetin

Pengaruh konsentrasi katalis pada reaksi sintesis triasetin dianalisis dengan melakukan percobaan dengan variasi konsentrasi katalis 3%, 5% dan 7% berat gliserol. Kondisi yang dipilih sebagai representatif untuk dibahas disini adalah pada rasio mol 1:6 dan waktu iradiasi 60 menit karena proses pada variabel ini menghasilkan persentase selektivitas triasetin tertinggi diantara semua variabel lainnya. Hasil uji GC-MS untuk esterifikasi pada kondisi reaksi tersebut ditampilkan dalam Tabel 2.

Dari hasil yang ditampilkan pada Tabel 2 diatas terlihat bahwa konsentrasi dari katalis yang digunakan untuk esterifikasi gliserol menunjukkan pengaruh yang signifikan terhadap pembentukan triasetin pada penelitian ini. Secara umum terlihat bahwa pada kondisi reaksi tersebut (rasio mol 1:6; waktu iradiasi 60 menit), selektivitas pembentukan triasetin cenderung menurun dengan meningkatnya konsentrasi dari katalis abu daun bambu yang digunakan. Pada eksperimen menggunakan 3% katalis, triasetin tercatat memiliki luas puncak tertinggi yaitu 18,71%, sedangkan ketika konsentrasi katalis dinaikkan menjadi 5%, triasetin yang terbentuk memiliki puncak yang cukup rendah yaitu 3,31% yang mengindikasikan bahwa sedikit sekali gliserol yang terkonversi menjadi triasetin pada reaksi ini. ketika

konsentrasi dari katalis ditingkatkan menjadi 7% terjadi peningkatan kembali dari selektivitas pembentukan produk yaitu sebesar 15,98%.

Tabel 2. Selektivitas Produk Hasil Esterifikasi Gliserol pada Rasio Mol 1:6 dan Waktu Iradiasi Microwave 60 Menit.

Konsentrasi Katalis (%)	Area (%)	Senyawa
3	15,50	Monoasetin
	65,80	Diasetin
	18,70	Triasetin
	84,50	Selektivitas
5	43,95	Monoasetin
	52,72	Diasetin
	3,31	Triasetin
	56,03	Selektivitas
7	18,06	Monoasetin
	65,90	Diasetin
	15,98	Triasetin
	81,88	Selektivitas

Pada konsentrasi katalis 3%, triasetin yang terbentuk cukup tinggi dikarenakan sebagian besar dari situs aktif dari katalis terpakai secara maksimal dan cukup untuk

mengkonversi gliserol menjadi triasetin. Penurunan selektivitas terjadi ketika konsentrasi katalis terus ditingkatkan pada rasio mol yang sama, hal ini dikarenakan jumlah gliserol yang dapat terkonversi pada rasio mol tersebut sudah tidak proporsional terhadap jumlah situs aktif katalis yang tersedia [15], [16]. Penurunan aktivitas katalis juga dapat disebabkan oleh beberapa faktor yang terjadi pada sisi aktif katalis, seperti deaktivasi situs aktif akibat penyumbatan atau pengotoran, perubahan struktur dan morfologi katalis yang mengurangi efisiensinya, atau efek inhibisi yang kuat antara molekul reaktan dan situs aktif. Sumber utama deaktivasi katalis meliputi *fouling*, *poisoning*, *sintering*, dan perubahan termal. *Fouling* terjadi akibat pengendapan fisik pada permukaan katalis, sedangkan *poisoning* disebabkan oleh adsorpsi kuat dari spesies kimia yang menghalangi reaksi yang diinginkan pada situs katalis. *Sintering* dan degradasi termal juga dapat mengurangi luas permukaan katalis yang aktif [17].

Meskipun penurunan selektivitas normal terjadi pada penggunaan katalis dengan konsentrasi lebih tinggi, akan tetapi pada hasil yang ditunjukkan dalam Tabel 2 terjadi penurunan yang sangat tajam dari selektivitas triasetin. Hal ini dikarenakan sebagian besar gliserol yang terkonversi selama reaksi masih dalam bentuk mono- dan diasetin (belum sepenuhnya membentuk triasetin). Hal ini diduga karena terjadinya limitasi dari perpindahan massa yang menghambat gliserol terkonversi lebih cepat menjadi triasetin. Khayoon dkk. [18] juga melaporkan hal serupa dimana terjadi penurunan konversi dan selektivitas triasetin yang diakibatkan oleh tercapainya limit optimum dari katalis untuk berinteraksi dengan gliserol. Sehingga dapat dikatakan bahwa peningkatan konsentrasi katalis (>5%) tidak memberikan efek positif terhadap selektivitas diasetin dan triasetin dalam penelitian ini.

Pengaruh Rasio Mol terhadap Selektivitas Triasetin

Evaluasi pengaruh rasio mol terhadap konversi gliserol dan selektivitas pembentukan triasetin dilakukan dengan menggunakan tiga variasi rasio mol gliserol terhadap asam asetat, yaitu 1:4, 1:6, dan 1:8. Selektivitas pembentukan diasetin dan triasetin dievaluasi dari hasil yang diperoleh ditunjukkan pada Tabel 3.

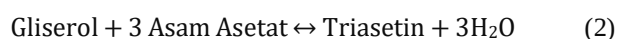
Tabel 3 menunjukkan selektivitas triasetin dan produk lain yang dihasilkan pada proses esterifikasi untuk tiga rasio mol yang berbeda. Dari hasil analisis pada Tabel diatas terlihat bahwa peningkatan rasio mol gliserol terhadap asam asetat berdampak cukup signifikan terhadap selektivitas dari pembentukan triasetin. Pada proses esterifikasi dengan pemakaian katalis dengan konsentrasi yang sama dan waktu iradiasi yang sama,

peningkatan rasio mol dari 1:4 menjadi 1:6 menaikkan selektivitas produk hamper dua kali lipat yang ditandai dengan penambahan luas area triasetin dari 4,07% menjadi 18,71%.

Tabel 3. Selektivitas Produk Hasil Esterifikasi Gliserol pada Konsentrasi Katalis 3% dan Waktu Iradiasi 60 Menit.

Rasio Gliserol: As. Asetat (mol)	Area (%)	Senyawa
1:4	52,04	Monoasetin
	43,85	Diasetin
	4,07	Triasetin
	47,92	Selektivitas
1:6	15,50	Monoasetin
	65,80	Diasetin
	18,70	Triasetin
	84,50	Selektivitas
1:8	53,83	Monoasetin
	43,25	Diasetin
	2,90	Triasetin
	46,15	Selektivitas

Penambahan rasio mol menjadi 1:8 justru menghambat pembentukan dari triasetin yang terlihat dari penurunan % area menjadi 2,90%. Hasil serupa juga dilaporkan dalam sebuah studi yang dilakukan oleh Gao dkk. [19], peningkatan rasio mol gliserol : asam asetat dari 1:2 menjadi 1:6 menyebabkan peningkatan konversi dari gliserol menjadi triasetin. Hal ini dilaporkan karena kelebihan asam asetat akan menggeser kesetimbangan ke arah produk, sehingga meningkatkan pembentukan dari monoasetin dan diasetin. Kemudian peningkatan rasio mol gliserol : asam asetat selanjutnya dari 1:6 ke 1:8 menyebabkan penurunan konversi gliserol menjadi triasetin, karena terjadinya penurunan tajam dalam konsentrasi gliserol terhadap volume larutan total. Mekanisme reaksi pembentukan triasetin dalam reaksi esterifikasi antara gliserol dan asam asetat terjadi melalui reaksi:



Secara stoikiometri, reaksi esterifikasi untuk menghasilkan satu mol triasetin dan tiga mol air memerlukan satu mol gliserol dan tiga mol asam asetat. Namun, karena reaksi esterifikasi merupakan reaksi reversibel sehingga asam asetat berlebih dapat menggeser kesetimbangan ke arah produk. Hal ini menunjukkan bahwa rasio mol reaktan memberikan pengaruh yang signifikan terhadap konversi asam asetat. Ketika rasio mol dari reaktan yang lebih besar meningkat, laju reaksi yang berjalan lebih cepat begitu juga dengan konversi. Dilaporkan bahwa jika konsentrasi

reaktan semakin tinggi di mana konsentrasi zat yang besar mengandung lebih banyak partikel, maka partikel tersebut tersusun lebih padat daripada zat dengan konsentrasi rendah. Partikel yang lebih berdekatan akan lebih sering bertumbukan sehingga kemungkinan reaksi semakin besar [8].

Pengaruh Waktu Iradiasi Microwave terhadap Selektivitas Triasetin

Selektivitas pembentukan triasetin dievaluasi dari hasil yang diperoleh dari analisis menggunakan GC-MS seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Selektivitas Produk Hasil Esterifikasi Gliserol pada Konsentrasi Katalis 3%, Rasio Mol 1:6

Waktu Iradiasi (menit)	Area (%)	Senyawa
20	20,15	Monoasetin
	62,01	Diasetin
	17,81	Triasetin
	79,82	Selektivitas
40	24,71	Monoasetin
	60,75	Diasetin
	14,51	Triasetin
	75,26	Selektivitas
60	15,50	Monoasetin
	65,80	Diasetin
	18,70	Triasetin
	84,50	Selektivitas

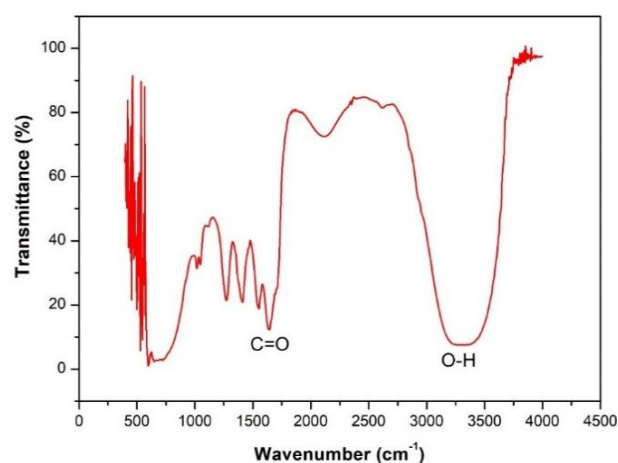
Dari hasil GC-MS yang ditampilkan pada Tabel 4 diatas, terlihat adanya peningkatan dari selektivitas produk dengan meningkatnya durasi iradiasi *microwave* pada esterifikasi menggunakan jumlah katalis serta rasio mol yang sama. Pada reaksi menggunakan rasio mol 1:6, katalis dengan konsentrasi 3% dengan 20 menit iradiasi *microwave*, triasetin yang diperoleh yaitu 17,81% dan terjadi penurunan pada reaksi dengan durasi iradiasi 40 menit yaitu 14,51%. Hal ini disebabkan karena pembentukan triasetin pada reaksi esterifikasi umumnya terjadi pada 15-20 menit pertama reaksi. Nuryoto dkk. [20] melaporkan bahwa umumnya pembentukan triasetin terlihat jelas pada permulaan reaksi (waktu reaksi 0-15 menit), dimana pada awal reaksi, reaksi berlangsung sangat cepat dan kemudian melambat. Hal ini terjadi karena efek air yang dihasilkan sebagai produk sampingan, dimana dengan adanya air reaksi akan cenderung bergeser ke kiri dan air memiliki daya tarik yang sangat kuat diantara komponen yang ada dalam sistem yang akan sangat mempengaruhi laju difusi dan laju reaksi [19]. Akan tetapi, pada durasi iradiasi 60 menit triasetin yang dihasilkan justru meningkat tajam

menjadi 18,71%. Dilaporkan bahwa pemancaran menggunakan *microwave* pada durasi yang lama atau power tinggi akan semakin besar energi yang disuplai ke dalam proses degradasi gliserol, sehingga dapat meningkatkan terjadinya tumbukan-tumbukan antar molekul yang menyebabkan peningkatan dari konversi produk yang dihasilkan [21], [22].

Pada dasarnya penggunaan *microwave* pada reaksi esterifikasi memanfaatkan efek termal dan non-termal yang dihasilkan oleh iradiasi *microwave*. Efek termal yaitu pemanasan dielektrik, pemanasan volumetrik, dan pemanasan selektif, sedangkan efek non-termal yaitu perubahan secara termodinamik dan penurunan energi aktivasi, sehingga gliserol dapat terkonversi menjadi triasetin dengan memanfaatkan kedua efek dari iradiasi *microwave* yaitu efek termal dan nontermal [21].

Analisis Gugus Fungsi Produk

Triasetin merupakan senyawa ester dari gugus asetat dan gugus gliseril. Keberadaan senyawa ini dalam suatu produk dapat dikenali dari gugus fungsi yang muncul pada spektra *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Hasil analisis IR dari produk yang diperoleh dari reaksi menggunakan 3% katalis, rasio mol 1:6 dan waktu 60 menit ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektra IR produk hasil esterifikasi gliserol asam asetat menggunakan katalis 3%, rasio mol 1:6 dan iradiasi *microwave* selama 60 menit

Triasetin memiliki rumus kimia $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3\text{COO})\text{CH}_2(\text{CH}_3\text{COO})$. Senyawa ini terdiri atas gugus ester, gugus metil serta ikatan atom karbon dengan atom karbon. Dalam analisis FTIR, gugus-gugus tersebut akan menyebabkan vibrasi, regangan maupun goyangan yang menyerap sebagian energi radiasi inframerah [23], [24]. Selain itu, dari Gambar 2 terlihat adanya gugus C=O yang teridentifikasi pada *range* bilangan gelombang $1700\text{--}1750\text{ cm}^{-1}$, gugus ini merupakan gugus representatif dari gugus ester. Gugus fungsi lainnya juga terdeteksi dari hasil bacaan

spektra infra merah dari produk triasetin, yaitu berupa serapan melebar pada bilangan gelombang 2900 cm^{-1} sampai 3600 cm^{-1} , yang menunjukkan adanya vibrasi dari gugus hidroksil (O-H). Gugus hidroksil tersebut dapat berasal dari asam asetat sebagai produk samping, maupun dari gliserol dan anhidrida asam asetat (berlebih) yang belum bereaksi [25], [26]. Dari data FT-IR tersebut dapat diketahui bahwa gliserol telah mengalami reaksi esterifikasi dan telah terkonversi menjadi suatu produk yang mengandung triasetin.

Spektra IR yang ditunjukkan pada Gambar 2 menunjukkan hasil yang serupa dengan yang dilaporkan pada riset-riset lain terdahulu mengenai karakterisasi triasetin khususnya keberadaan peak tajam pada bilangan gelombang pada *range* $2900\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan ciri khas utama dari senyawa triasetin [26].

KESIMPULAN

Esterifikasi gliserol dari asam asetat telah berhasil dilakukan menggunakan katalis silika dari daun bambu dan iradiasi *microwave*. Pada penelitian ini katalis silika biogenik yang digunakan berasal dari daun bambu yang diaktivasi dengan HCl dan dikalsinasi pada suhu 500°C . Selektivitas total diasetin dan triasetin terbaik diperoleh pada kondisi operasi konsentrasi katalis 3%, rasio mol 1:6 dan waktu iradiasi *microwave* 60 menit, mencapai 84,50%. *Yield* dari diasetin dan triasetin yang diperoleh 18,70% pada kondisi operasi ini berturut-turut 65,80 % dan 18,70%.

ACKNOWLEDGEMENT

Penulis mengucapkan Terimakasih kepada Universitas Syiah Kuala atas hibah penelitian (No. 4/UN11.2.1/PT.01.03/PNBP/2020) yang mendukung kelancaran penelitian ini. Penulis juga dengan hormat berterima kasih atas izin penggunaan fasilitas penelitian di Departemen Teknik Kimia, Universitas Syiah Kuala.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Casas, Á. Pérez, and M. J. Ramos, "Effects of diacetinmonoglycerides and triacetin on biodiesel quality," *Energies*, vol. 16, no. 17, 2023, doi: 10.3390/en16176146.
- [2] R. B. Cahyono, Z. Mufrodi, A. Hidayat, and A. Budiman, "Acetylation of glycerol for triacetin production using Zr-natural zeolite catalyst," *ARPN J. Eng. Appl. Sci.*, vol. 11, no. 8, pp. 5194–5197, 2016.
- [3] B. Zada, M. Kwon, and S.-W. Kim, "Current trends in acetins production: green versus non-green synthesis," *Molecules*, vol. 27, no. 7. 2022. doi: 10.3390/molecules27072255.
- [4] M. E. Manríquez-Ramírez, M. Trejo-Valdez, L. V. Castro, and E. Ortiz-Islas, "Acetylation of glycerol using acetic acid and heterogeneous MgO-KOH-Based catalysts to produce acetins," *Catal. Letters*, vol. 154, no. 7, pp. 3294–3308, 2024, doi: 10.1007/s10562-023-04556-z.
- [5] I. Banu *et al.*, "A kinetic study of glycerol esterification with acetic acid over a commercial amberlyst-35 ion exchange resin," *Rev. Chim*, vol. 70, pp. 2325–2329, 2019, doi: 10.37358/rc.19.7.7332.
- [6] M. Bandyopadhyay, N. Tsunoji, R. Bandyopadhyay, and T. Sano, "Comparison of sulfonic acid loaded mesoporous silica in transesterification of triacetin," *React. Kinet. Mech. Catal.*, vol. 126, pp. 167–179, 2019, doi: 10.1007/s11144-018-1447-4.
- [7] R. L. Temóteo, M. J. da Silva, F. de Avila Rodrigues, W. F. da Silva, D. de Jesus Silva, and C. M. Oliveira, "A kinetic investigation of triacetin methanolysis and assessment of the stability of a sulfated zirconium oxide catalyst," *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 95, no. 7, pp. 865–874, 2018.
- [8] L. Setyaningsih, F. Siddiq, and A. Pramezy, "Esterification of glycerol with acetic acid over lewattit catalyst," *MATEC Web Conf.*, vol. 154, pp. 2–5, 2018, doi: 10.1051/mateconf/201815401028.
- [9] R. Manurung, H. Siregar, and R. R. S. Zuhri, "Synthesis and characterization of K-Silica catalyst based bamboo-leaves for transesterification reaction," *AIP Conf. Proc.*, vol. 2085, no. March 2019, 2019, doi: 10.1063/1.5095047.
- [10] S. Setiadji *et al.*, "The increased use value of bamboo leaves as silica source for t-type zeolite synthesis," *MATEC Web Conf.*, vol. 197, pp. 1–4, 2018, doi: 10.1051/mateconf/201819705003.
- [11] I. Fatimah *et al.*, "Physicochemical characteristics and photocatalytic performance of TiO₂/SiO₂ catalyst synthesized using biogenic silica from bamboo leaves," *Heliyon*, vol. 5, no. 11, p. e02766, 2019, doi: 10.1016/j.heliyon.2019.e02766.
- [12] S. Kale, S. B. Umbarkar, M. K. Dongare, R. Eckelt, U. Armbruster, and A. Martin, "Selective formation of triacetin by glycerol acetylation using acidic ion-exchange resins as catalyst and toluene as an entrainer," *Appl. Catal. A Gen.*, vol. 490, pp. 10–16, 2015, doi: 10.1016/j.apcata.2014.10.059.
- [13] G. Padmasari and A. Melati, "Sintesis Karbon Aktif Tempurung Kelapa Dengan Aktivator HCl," in *Prosiding Seminar Nasional Fisika Festival*, 2020, pp. 1–4.
- [14] M. N. Salman, D. Krisdiyanto, K. Khamidinal, and P. Arsanti, "Preparasi katalis silika sulfat dari abu sekam padi dan uji katalitik pada reaksi

esterifikasi gliserol dengan anhidrida asam asetat,” *Reaktor*, vol. 15, no. 4, pp. 231–240, 2015, doi: 10.14710/reaktor.15.4.231-240.

- [15] B. Liu and F. Gao, “Navigating glycerol conversion roadmap and heterogeneous catalyst selection aided by density functional theory: a review,” *Catalysts*, vol. 8, no. 2. 2018. doi: 10.3390/catal8020044.
- [16] N. Ebadipour, S. Paul, B. Katryniok, and F. Dumeignil, “Alkaline-based catalysts for glycerol polymerization reaction: a review,” *Catalysts*, vol. 10, no. 9. 2020. doi: 10.3390/catal10091021.
- [17] S. Bhat, Y. J. Pagán-Torres, and E. Nikolla, “Strategies for designing the catalytic environment beyond the active site of heterogeneous supported metal catalysts,” *Top. Catal.*, vol. 66, no. 15, pp. 1217–1243, 2023, doi: 10.1007/s11244-023-01835-2.
- [18] M. S. Khayoon, S. Triwahyono, B. H. Hameed, and A. A. Jalil, “Improved production of fuel oxygenates via glycerol acetylation with acetic acid,” *Chem. Eng. J.*, vol. 243, pp. 473–484, 2014, doi: 10.1016/j.cej.2014.01.027.
- [19] X. Gao, S. Zhu, and Y. Li, “Graphene oxide as a facile solid acid catalyst for the production of bioadditives from glycerol esterification,” *Catal. Commun.*, vol. 62, pp. 48–51, 2015, doi: 10.1016/j.catcom.2015.01.007.
- [20] N. Nuryoto, H. Sulisty, and S. Rahayu, Suprihastuti Sri Sutijan, “Kinetika reaksi esterifikasi gliserol dengan asam asetat menggunakan katalisator Indion 225 Na,” *J. Rekayasa Proses*, vol. 5, no. 2, p. 35, 2011, doi: 10.22146/jrekpros.1897.
- [21] V. Palma, D. Barba, M. Cortese, M. Martino, S. Renda, and E. Meloni, “Microwaves and heterogeneous catalysis: a review on selected catalytic processes,” *Catalysts*, vol. 10, no. 2, 2020, doi: 10.3390/catal10020246.
- [22] A. A. Arpia, W. H. Chen, S. S. Lam, P. Rousset, and M. D. G. de Luna, “Sustainable biofuel and bioenergy production from biomass waste residues using microwave-assisted heating: a comprehensive review,” *Chem. Eng. J.*, vol. 403, p. 126233, 2021, doi: 10.1016/j.cej.2020.126233.
- [23] T. Hong, J. Y. Yin, S. P. Nie, and M. Y. Xie, “Applications of infrared spectroscopy in polysaccharide structural analysis: progress, challenge and perspective,” *Food Chem. X*, vol. 12, no. October, p. 100168, 2021, doi: 10.1016/j.fochx.2021.100168.
- [24] M. O. Guerrero-Pérez and G. S. Patience, “Experimental methods in chemical engineering: Fourier transform infrared spectroscopy—FTIR,” *Can. J. Chem. Eng.*, vol. 98, no. 1, pp. 25–33, 2020, doi: 10.1002/cjce.23664.
- [25] R. Pastres, A. L. Panzeri, D. Visentin, and V. Causin, “Determination by infrared spectroscopy of triacetin content in diesel: a tool for countering designer fuel frauds,” *Talanta Open*, vol. 5, no. March, p. 100109, 2022, doi: 10.1016/j.talo.2022.100109.
- [26] N. Tasuna, K. H. Hidayatillah, Marwan, and Zuhra, “Selective esterification of glycerol diacetin and triacetin over rice husk biosilica catalyst with microwave heating,” *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 1087, no. 1, p. 012063, 2021, doi: 10.1088/1757-899x/1087/1/012063.