

PEMURNIAN DAN KARAKTERISASI GLISEROL HASIL SAMPING PRODUKSI BIODIESEL KEMIRI SUNAN

Pirdani Nur Fitri¹⁾, Sarifah Nurjanah²⁾, Asri Widyasanti²⁾

¹Mahasiswa Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem Universitas Padjadjaran
Email: pirdaninurfitri@gmail.com

²Staf Pengajar Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem Universitas Padjadjaran

Abstract

As world biodiesel production increases, glycerol production as a by product of the biodiesel production process also increases. Glycerol is a compound that is widely used in the pharmaceutical industry, care products, food, and cosmetics. Philippine tung is one of the sources of biodiesel raw material which is very potential to be developed in Indonesia and the yield of glycerol produced from the transesterification process can reach 19%. This study aims to purify and determine the characteristics of glycerol as a by-product of philippine tung biodiesel production. Glycerol quality analyzed included appearance, glycerol content, KOH content, soap content, water content and density. Based on the results of the research, it is known that the characteristics of glycerol as a by-product of philippine tung biodiesel production are viscous dark liquid appearance, 2,6348% glycerol content, 2,4160% KOH content, 11,9563% soap content, 10,3441% moisture content, and 1,0955 density, while the characteristics of glycerol after neutralization has appearance of light brown viscous liquid, 87.8913% glycerol content, 11.8576% moisture content, and 1.2537 density. In addition, the yield of purification process also calculated, included neutralization yields of 90.6195%, separation yield of 39,3090%, and total yield of 38,6842%.

Keywords: *Glycerol, Purification, Philippine Tung, Characterization*

1. PENDAHULUAN

Peningkatan kebutuhan dan konsumsi energi, menipisnya cadangan energi fosil, dan adanya isu perubahan iklim akibat adanya pemanasan global, telah mendorong para peneliti untuk terus mengembangkan penelitian terkait sumber energi terbarukan. Biodiesel merupakan salah satu sumber energi alternatif terbarukan yang dapat menggantikan penggunaan bahan bakar fosil. Biodiesel diperoleh melalui proses transesterifikasi minyak nabati atau lemak hewani. Transesterifikasi adalah proses mereaksikan trigliserida yang terdapat pada minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol (umumnya metanol) dan tambahan katalis basa, menghasilkan metil ester asam lemak (biodiesel) dan gliserol (gliserin) sebagai produk samping (Joelianingsih dkk, 2006). Gliserol yang dihasilkan dari produksi biodiesel disebut juga sebagai *crude glycerol* karena mengandung substansi pengotor seperti katalis, residu alkohol, dan mono/di/trigliserida yang tertinggal dari reaksi transesterifikasi. Dengan adanya peningkatan produksi biodiesel dunia, produksi gliserol sebagai hasil sampingnya juga turut meningkat. Gliserol hasil samping produksi biodiesel ini dapat dimanfaatkan lebih lanjut dan berdaya jual apabila kemurniannya ditingkatkan.

Penelitian yang dilakukan oleh Kramadibrata, dkk. (2016) melaporkan rendemen gliserol yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi minyak kemiri sunan dapat mencapai 19% dari total keseluruhan hasil reaksi. Tetapi sampai saat ini penelitian mengenai pemurnian gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan belum banyak dikaji, padahal kemiri sunan merupakan bahan baku biodiesel yang sangat potensial untuk dikembangkan di Indonesia. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk memurnikan dan mengetahui karakteristik gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan. Karakteristik gliserol

hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan penting untuk diketahui untuk menentukan metode pemurnian yang akan digunakan, sehingga proses pemurnian dapat berlangsung efektif.

2. KAJIAN LITERATUR

Pada penelitian ini bahan baku gliserol diperoleh dari hasil reaksi transesterifikasi minyak kemiri sunan menggunakan metanol dan katalis KOH. Secara umum terdapat beberapa metode yang dapat diterapkan untuk memurnikan gliserol hasil samping produksi biodiesel, diantaranya adalah pemurnian secara kimia, pemurnian secara fisika, dan pemurnian lanjutan. Pemurnian secara kimia meliputi proses netralisasi katalis dan sabun yang terkonsentrasi dalam gliserol, sehingga terjadi presipitasi garam dan pemisahan lapisan asam lemak bebas dari gliserol. Tahap awal pemurnian secara fisika yaitu pemisahan asam lemak bebas dan garam hasil reaksi netralisasi dengan metode filtrasi dan atau sentrifugasi, kemudian dilanjutkan dengan menguapkan alkohol dan air yang terkandung dalam gliserol. Tahap akhir proses pemurnian gliserol bertujuan untuk meningkatkan kadar kemurnian gliserol menjadi di atas 90%. Kemurnian gliserol dapat ditingkatkan menggunakan metode distilasi vakum, pertukaran ion, pemisahan membran, dan atau adsorpsi (Gerpen, *et al.*, 2004).

Pemurnian gliserol hasil samping produksi biodiesel telah banyak diteliti sebelumnya dengan berbagai metode. Farobie (2009) melakukan pemurnian gliserol hasil samping produksi biodiesel jarak pagar dengan metode netralisasi menggunakan H_3PO_4 85% sebanyak 5% (v/v) pada suhu $65^\circ C$. Penelitiannya berhasil meningkatkan kemurnian gliserol dari 40,19% menjadi 82,15%. Kemudian Wita (2015) melakukan pemurnian gliserol hasil samping produksi biodiesel minyak sawit dengan menggunakan metode netralisasi dan distilasi vakum. Penelitiannya berhasil meningkatkan kadar gliserol dari 46,74% menjadi 94,19%, sedangkan Chol (2018) berhasil meningkatkan kadar gliserol hasil samping produksi biodiesel dari 40% menjadi 93,7% menggunakan metode saponifikasi, netralisasi, ekstraksi dengan pelarut, filtrasi membran, dan adsorpsi.

Netralisasi merupakan metode yang paling umum digunakan sebagai metode awal proses pemurnian gliserol untuk menghilangkan katalis basa dan sabun dari gliserol dengan melibatkan reaksi kimia menggunakan asam (Ardi *et al.*, 2015). Faktor yang mempengaruhi proses netralisasi antara lain: jenis, konsentrasi dan jumlah asam, waktu netralisasi, dan suhu netralisasi. Berdasarkan hasil penelitian Kocsisová dan Cvengroš (2006), Rahmi (2006), Fanani (2010), Manosak (2011), Nanda *et al.* (2014), serta Sadhukhan dan Ujjaini (2016), penggunaan asam fosfat pada proses netralisasi menghasilkan kemurnian gliserol terbaik dibandingkan penggunaan jenis asam lain. Selain itu, proses pengendapan garam dan pemisahan gliserol pada netralisasi menggunakan asam fosfat berlangsung lebih cepat dan mudah dibandingkan netralisasi menggunakan jenis asam lain (Hajek dan Frantisek, 2010).

Proses netralisasi akan memisahkan gliserol menjadi tiga lapisan, dimana asam lemak bebas di lapisan atas, lapisan kaya akan gliserol di bagian tengah, dan garam anorganik di bagian bawah (Ardi *et al.*, 2015). Pemisahan antara lapisan gliserol, asam lemak bebas, dan garam berlangsung sempurna setelah semua katalis basa dan sabun terurai pada proses netralisasi. Oleh karena itu, jumlah asam fosfat yang ditambahkan pada penelitian ini disesuaikan dengan kadar KOH dan sabun yang terdapat pada gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan. Menurut Gerpen *et al.* (2004), proses netralisasi sebaiknya dilakukan pada suhu $50-80^\circ C$ ($150-200^\circ F$) dimana viskositas gliserol pada suhu tersebut rendah tetapi tetap stabil. Suhu dan waktu proses netralisasi yang digunakan pada penelitian ini mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Wita (2015) yaitu pada suhu $80^\circ C$ selama 30 menit. Kondisi suhu operasi sebesar $80^\circ C$ dipilih untuk menguapkan metanol dari bahan, karena titik didih metanol berada pada suhu $64,7^\circ C$.

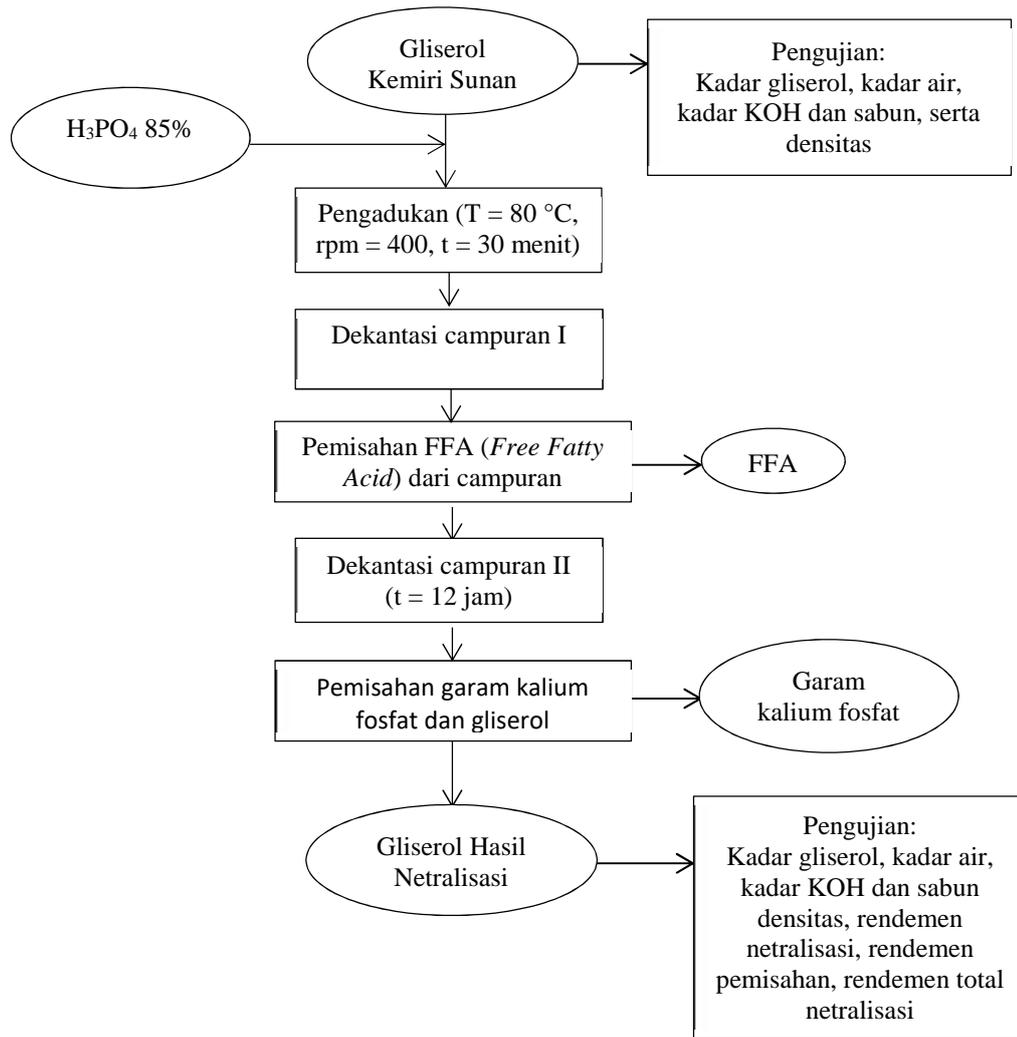
3. METODE PENELITIAN

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *magnetic hot plate stirrer*, *beaker glass*, pipet tetes, kertas saring, timbangan analitik, buret, erlenmeyer, desikator, corong Buchner, batang pengaduk, corong pisah, oven konveksi, piknometer, dan gelas ukur. Bahan baku utama yang digunakan pada penelitian ini adalah gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan. Bahan penunjang yang digunakan pada penelitian ini adalah akuades, indikator bromtimol biru 0,4%, indikator fenolftalein 1%, HCl 0,01 N, asam fosfat teknis (H_3PO_4) 85%, dan etanol.

Tahapan penelitian ini terdiri dari analisis karakteristik gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan, proses pemurnian dengan metode netralisasi, analisis karakteristik gliserol hasil proses netralisasi. Analisis karakteristik yang dilakukan meliputi kadar KOH dan Sabun (Gerpen *et al.*, 2004), kadar gliserol (HPLC), kadar air (AOAC 1995), densitas (SNI 06-2570-1992), dan kenampakan (SNI 06-2570-1992).

Langkah pertama dalam proses pemurnian gliserol yaitu memasukkan gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan sebanyak 400 gram ke dalam *beaker glass* berukuran 500 ml, kemudian memanaskan gliserol di atas *magnetic hot plate stirrer* hingga suhu $60^{\circ}C$. Setelah suhu stabil, asam fosfat 85% ditambahkan ke dalam gliserol secara perlahan dalam keadaan terus teraduk. Pengadukan campuran dilakukan selama 30 menit dengan kecepatan 400 rpm pada suhu $80^{\circ}C$. Campuran kemudian didekantasi menggunakan corong pisah selama 60 menit sampai terbentuk tiga lapisan yaitu asam lemak bebas di lapisan atas, gliserol di bagian tengah, dan garam di bagian bawah. Lapisan asam lemak bebas dipisahkan dari campuran. Campuran gliserol dan garam kalium fosfat kemudian diendapkan dalam corong pisah selama 12 jam sehingga terbentuk dua lapisan, yaitu gliserol pada lapisan atas dan garam kalium fosfat pada lapisan bawah. Gliserol kemudian dipisahkan dari garam kalium fosfat menggunakan kertas saring dan corong Buchner.

Gliserol yang diperoleh kemudian dianalisis sifat fisikokimianya meliputi analisis kadar KOH dan Sabun, kadar gliserol, kadar air, densitas, dan kenampakan. Selain itu dilakukan pula perhitungan rendemen proses pemurnian meliputi rendemen netralisasi, rendemen pemisahan, dan rendemen total. Diagram proses penelitian pemurnian dan karakterisasi gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram Proses Penelitian

4. HASIL PENELITIAN

Karakteristik gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan dan gliserol hasil pemurnian dibandingkan dengan standar gliserol kasar dan gliserin teknis yang terdapat pada SNI 06-1564-1989 dan SNI 06-2570-1992, seperti disajikan pada Tabel 1.

Pengukuran kadar KOH dan sabun pada gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan dilakukan guna mengetahui kadar katalis dan sabun yang perlu dinetralisasi pada saat pemurnian gliserol. Berdasarkan hasil pengukuran, diperoleh kadar KOH dan sabun gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan secara berturut-turut yaitu sebesar 2,4160% dan 11,9563%. Kandungan sabun kalium berasal dari proses produksi biodiesel sebagai hasil reaksi penyabunan asam lemak bebas dan KOH, dan atau penyabunan trigliserida dan KOH dengan adanya air. Kandungan KOH dalam gliserol berasal dari katalis basa kalium yang digunakan dalam proses transesterifikasi.

Berdasarkan hasil analisis gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan, parameter mutu kadar gliserol, densitas, kadar air, dan kenampakan masih belum sesuai dengan standar yang ditetapkan SNI 06-1564-1989 dan SNI 06-2570-1992. Nilai kadar gliserol yang rendah menandakan sebagian besar komponen yang terkandung dalam gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan adalah material non-gliserol. Menurut Bart *et al.* (2010), gliserol dengan kemurnian di bawah 50% mengandung metil ester, metanol, air,

residu katalis, garam, asam lemak bebas, mono/di/trigliserida yang tidak bereaksi, dan zat organik lainnya.

Tabel 1. Karakteristik Gliserol Hasil Samping Produksi Biodiesel Kemiri Sunan

Parameter	Satuan	<i>Crude Glycerol</i>	Gliserol Hasil Netralisasi	SNI 06-1564-1989	SNI 06-2570-1992
Kadar KOH	% (b/b)	2,4160 ± 0,0827	-	-	-
Kadar Sabun	% (b/b)	11,9563 ± 0,4337	-	-	-
Kadar Gliserol	%	2,6348	87,8913	Min. 80	Min. 87
Densitas (25°C)	g/cm ³	1,0955 ± 0,0024	1,2537 ± 0,0021	-	Min. 1,228
Kadar Air	% (wb)	10,3441 ± 0,2356	11,8576 ± 0,1743	Maks. 10	-
Kenampakan	-	Kental, coklat kehitaman	Kental, coklat terang	-	Kental, jernih, tidak berwarna sampai kekuning-kuningan

*Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali. Nilai pada tabel adalah nilai rata-rata ± standar deviasi

Hasil pengukuran densitas gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan yaitu sebesar 1,0955 g/cm³. Nilai densitas gliserol rendah disebabkan gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan masih mengandung kontaminan dengan bobot jenis yang lebih rendah dibandingkan gliserol, seperti *Fatty Acid Methyl Esters* (FAME), asam lemak, metanol, dan air. Kadar air gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan yang terukur yaitu sebesar 10,3441%. Kadar air pada gliserol kasar berasal dari proses pencucian selama produksi biodiesel (proses esterifikasi), atau dapat juga berasal dari bahan baku biodiesel yang digunakan. Kadar air tinggi bisa juga disebabkan oleh adanya proses absorpsi kelembaban dari lingkungan sekitar selama proses produksi biodiesel, karena gliserol bersifat higroskopis. Gliserol yang dihasilkan dari proses transesterifikasi minyak kemiri sunan berwujud cairan kental berwarna coklat kehitaman. Kenampakan warna coklat kehitaman pada gliserol dapat berasal dari asam lemak bahan baku produksi biodiesel.

Pengukuran Kadar KOH dan sabun dilakukan pula pada gliserol hasil netralisasi untuk mengetahui keberhasilan proses netralisasi. Dari hasil pengukuran tidak ditemukan adanya sisa katalis KOH dan sabun pada gliserol hasil netralisasi. Hal ini menunjukkan proses netralisasi berhasil menghilangkan KOH dan sabun dari gliserol.

Berdasarkan hasil analisis gliserol hasil netralisasi, diketahui terjadi peningkatan kadar gliserol dari 2,6348% menjadi 87,8913%. Hal ini menandakan bahwa sebagian besar kontaminan pada gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan berhasil dipisahkan. Nilai densitas gliserol juga meningkat setelah proses netralisasi, yang sebelumnya sebesar 1,0955 g/cm³ menjadi 1,2537 g/cm³. Kadar air gliserol hasil netralisasi lebih tinggi dibandingkan dengan nilai kadar air gliserol sebelum dimurnikan yaitu dari 10,3441% menjadi 11,8576%. Hal ini dikarenakan pada saat netralisasi terjadi pembentukan air dari reaksi antara asam fosfat dengan katalis KOH menjadi garam kalium fosfat dan air. Secara visual gliserol hasil netralisasi memiliki kenampakan kental dan berwarna coklat terang. Warna dan kekentalannya lebih rendah dibandingkan gliserol sebelum dimurnikan. Karakteristik gliserol hasil netralisasi pada beberapa parameter mutu seperti kadar gliserol dan densitas sudah memenuhi standar SNI 06-1564-1989 dan SNI 06-2570-1992, tetapi kadar air dan kenampakan gliserol hasil netralisasi masih belum sesuai dengan standar tersebut.

Rendemen netralisasi merupakan persentase rasio antara massa keseluruhan hasil proses netralisasi yang terdiri dari asam lemak bebas, gliserol, dan garam, dengan massa bahan input proses netralisasi yang terdiri dari gliserol kasar dan asam fosfat. Besarnya rendemen netralisasi yang diperoleh yaitu 90,6195%. Pengurangan massa hasil proses netralisasi dikarenakan selama proses netralisasi terjadi penguapan metanol sebagai salah satu kontaminan dalam gliserol. Proses netralisasi yang berlangsung selama 30 menit pada suhu 80°C menyebabkan metanol menguap karena titik didih metanol yang berada pada suhu 64,7°C.

Rendemen pemisahan merupakan persentase rasio antara massa lapisan gliserol dengan keseluruhan hasil reaksi netralisasi. Besarnya rendemen pemisahan yang diperoleh yaitu 39,3090%. Hasil perhitungan rendemen pemisahan pada penelitian ini berbeda dengan hasil penelitian Wita (2015) dan Farobie (2009), dimana rendemen pemisahan keduanya secara berturut-turut yaitu sebesar 27% dan 40,34%. Hal ini dikarenakan bahan baku biodiesel, proses produksi biodiesel, dan proses netralisasi pada penelitian ini berbeda dengan Wita (2015) dan Farobie (2009), sehingga memengaruhi hasil proses netralisasi. Rendemen total netralisasi merupakan persentase rasio antara massa lapisan gliserol hasil netralisasi dengan massa gliserol kasar. Besarnya rendemen pemisahan yang diperoleh yaitu 38,6842%.

5. SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian diketahui karakteristik mutu gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan yaitu kenampakan kental berwarna cokelat kehitaman, kadar gliserol 2,6348%, kadar KOH 2,4160%, kadar sabun 11,9563%, kadar air 10,3441%, dan densitas 1,0955, sedangkan karakteristik gliserol setelah dinetralisasi yaitu kenampakan kental cokelat terang, kadar gliserol 87,8913%, kadar air 11,8576%, dan densitas 1,2537%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa pemurnian gliserol hasil samping produksi biodiesel kemiri sunan menggunakan metode netralisasi menggunakan asam fosfat 85% berhasil meningkatkan mutu gliserol.

6. REFERENSI

- AOAC. *Official Methods of Analysis Association of Official Analytical Chemists*. Washington: Benjamin Franklin Station. 2005.
- Ardi, M.S., M.K. Arouna, N. Awanis Hashim. Progress, Prospect, and Challenges in Glycerol Purification Process: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 42 (2018): pp. 1164-1173.
- Badan Standardisasi Nasional. SNI Gliserol Kasar 06-1564-1989. 1989.
- Badan Standardisasi Nasional. SNI Gliserin Teknis 06-2570-1992. 1992.
- Bart, Jan C.J., Natale P., Stefano C. *Biodiesel Science and Technology*. United State of America: Woodhead Publishing. 2010.
- Chol, G.C., Ravi D., Ajay K.D., Martin R. Purification of Crude Glycerol Derived from Biodiesel Production Process: Experimental Studies and Techno-Economic Analyses. *Fuel Processing Technology* 178 (2018): pp.78-87.
- Fanani. *Kajian Pemurnian Gliserol Hasil Samping Biodiesel Jarak Pagar Menggunakan Asam Nitrat, Sulfat, dan Fosfat*. Bogor: Institut Pertanian Bogor. 2010.
- Farobie, O. *Pemanfaatan Gliserol Hasil Samping Produksi Biodiesel sebagai Bahan Penolong Penghancur Semen*. Bogor: Institut Pertanian Bogor. 2009.
- Gerpen, J.Van., B. Shanks, R. Pruszko. *Biodiesel Production Technology*. Colorado: National Renewable Energy Laboratory. 2004.
- Hajek, M., and Frantisek, S. Treatment of Glycerol Phase Formed by Biodiesel Production. *Bioresource Technology* 101 (2010): pp.3242-3245.
- Joelianingsih, Armansyah H.T., Hisrohi N., Yasuyuki S., Kamaruddin A. Perkembangan Proses Pembuatan Biodiesel Sebagai Bahan Bakar Nabati (BBN). *Jurnal Keteknik Pertanian* 20 (2006): hal. 205-216.

- Kocsisová, T., and Cvengroš, J. G-phase from Methyl Ester Production-Splitting and Refining. *Petroleum & Coal* 48 (2006): pp. 1-5.
- Kramadibrata dkk. *Laporan Penelitian ALG Biodiesel Kemiri Sunan - ALG (Academic Leaderships Grant)*. Universitas Padjadjaran. Direktorat Riset dan Pengabdian Masyarakat. 2016.
- Manosak, R., Siripong L., Mali H. Sequential-Refining of Crude Glycerol Derived from Waste Used-Oil Methyl Ester Plant Via A Combined Process of Chemical and Adsorption. *Fuel Processing Technology* 92 (2011): pp.92-99.
- Nanda, M.R., Yuan Z., Qin W., Poirier M.A., Chunbao X. Purification of Crude Glycerol using Acidification: Effects of Acid Types and Product Characterization. *Austin Chem Eng.* 1(2014): pp. 01-07.
- Rahmi, U. *Pengaruh Jenis Asam dan pH Pada Pemurnian Residu Gliserol dari Hasil Sampung Produksi Biodiesel*. Medan: Universitas Sumatera Utara. 2006.
- Sadhukhan, S., and Ujjaini, S. Production of Purified Using Sequential Desalination and Extraction of Crude Glycerol Obtained During Trans-Esterification of *Crotalaria juncea* Oil. *Energy Conversion and Management* 118 (2016): pp.450-458.
- Wita, M. *Perbaikan Proses Pemurnian Gliserol Hasil Sampung Industri Biodiesel Menggunakan Distilasi Vakum*. Bogor: Institut Pertanian Bogor. 2015.