



e-ISSN Number
2655 2967

Available online at <https://jurnal.teknologiindustriumi.ac.id/index.php/JCPE/index>

Journal of Chemical Process Engineering

Volume 4 Nomor 1 (2019)



SINTA Accreditation
Number 10/E/KPT/2019

Pengaruh Rasio Berat Asidifikasi Dan Persen Berat Adsorben Terhadap Kemurnian Gliserol Dengan Metode Asidifikasi Dan Adsorpsi

(The Effect Of Heavy Ratio Of Acidification And Percent Of Weight Adsorbent In Glycerol Purification By Acidification And Adsorption)

Mersi Suriani Sinaga, Sandro Nadeak

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara,
Jl. Almamater Kampus USU, Medan 20155

Inti Sari

Meningkatnya produksi biodiesel sebagai bahan bakar mengakibatkan meningkatnya jumlah *crude* gliserol sebagai hasil samping. Untuk itu diperlukan beberapa perlakuan untuk memanfaatkan gliserol tersebut dengan cara memurnikannya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui rasio berat asam fosfat yang terbaik pada proses asidifikasi dan persen berat adsorben limbah cangkang telur ayam pada proses adsorpsi untuk menghasilkan kemurnian gliserol dengan kadar yang tertinggi. Percobaan diawali dengan *pretreatment* gliserol dengan asam fosfat dengan variabel uji rasio berat (b/b) asam yang ditambahkan (1:0,2; 1:0,4; 1:0,6; 1:0,8 dan 1:1), dilanjutkan dengan adsorpsi menggunakan limbah cangkang telur ayam yang sudah diaktivasi secara termal dengan variabel uji persen berat adsorben (%b/b) 3%, 6%, 9%, 12% dan 15% dengan kondisi reaksi kecepatan pengadukan 250 rpm dan waktu adsorpsi 120 menit. Hasil kemurnian terbaik didapatkan pada rasio berat (b/b) asidifikasi 1:0,6, persen berat adsorben (%b/b) 15% dengan kadar gliserol sebesar 67,22%, densitas 1,171 g/cm³, kadar air 2,796%, kadar abu 13,852% dan kadar MONG 16,130%. Hasil analisa gliserol yang sudah dimurnikan belum memenuhi standar gliserol komersial berdasarkan *British Standard 2621:1979* dimana kadar gliserol harus >80%, densitas 1,2671 g/cm³, kadar air <10%, kadar abu <10% dan kadar MONG <2,5%.

Kata Kunci: gliserol, asidifikasi, adsorpsi.

Key Words : *glycerol, acidification, adsorption.*

Abstract

Increased biodiesel production as fuel caused amount of crude glycerol as a by-product increased. For this reason, some treatment is needed to utilize glycerol by purifying it. This study aims to determine the best ratio of phosphoric acid weight to the acidification process and the weight percent of chicken eggshell waste adsorbent in the adsorption process to produce the highest levels of glycerol purity. This research was begun with the pretreatment of glycerol using phosphoric acid with the variable of test weight ratio (b/b) acid added 1: 0,2; 1: 0,4; 1: 0,6; 1: 0,8 and 1: 1 , continued with adsorption using

Published by

Department of Chemical Engineering
Faculty of Industrial Technology
Universitas Muslim Indonesia, Makassar

Address

Jalan Urip Sumohardjo km. 05 (Kampus 2 UMI)
Makassar- Sulawesi Selatan

Phone Number

+62 852 5560 3559
+62 823 4988 0792

Corresponding Author

mersisinaga68@yahoo.com



Journal History

Paper received : 17 April 2019
Received in revised form: 19 Mei 2019
Accepted : 29 Mei 2019

thermally activated chicken egg shell waste with the variable weight percent adsorbent (%b/b) 3%, 6%, 9%, 12% and 15% with reaction conditions, stirring speed 250 rpm and adsorption time 120 minutes. The purest result was obtained at weight ratio (b/b) acidification of 1: 0,6, weight percent adsorbent (% b/b) 15% with glycerol content of 67,22%, density 1,171 g / cm³, moisture content 2,796%, ash content 13,852% and MONG content 16.130%. The analysis results of purified glycerol have not appropriated the standard of commercial glycerol based on British Standard 2621: 1979 with glycerol content must >80%, density 1,2671 g/cm³, moisture content <10%, ash content <10% and MONG content <2,5%.

PENDAHULUAN

Gliserol diperoleh sebagai produk samping dari empat proses yaitu transesterifikasi (produksi biodiesel), safonifikasi (produksi sabun), hidrolisis untuk produksi asam lemak dan mikrobial (Dhabhai dkk, 2016). Untuk produksi biodiesel setiap ton di peroleh 100 kg *crude* gliserol (Luo dkk, 2016). *Crude* gliserol merupakan cairan yang sangat kental dengan warna coklat gelap dan memiliki pH 9,6 (Pan dkk, 2019). *Crude* gliserol mengandung impuritis seperti garam anorganik, MONG dan air. MONG terdiri dari FAME (*Fatty Acid Methyl Ester*), tri, di dan mono gliserida, beberapa jenis asam lemak bebas dan metanol atau etanol (Chol dkk, 2018). Pada umumnya komposisi dari *crude* gliserol tergantung pada bahan baku dan proses yang digunakan dalam memproduksi biodiesel (Thammarat dkk, 2016). *Crude* gliserol pemanfaatannya sangat terbatas dan murah dibandingkan dengan gliserol murni. Gliserol murni memiliki pemanfaatan yang banyak seperti bahan baku industri makanan, farmasi dan produk kimia serta bahan bakar adkitif. Pemanfaatan *crude* gliserol terbatas karena kandungan garam dan impuritis yang tekandung didalamnya sehingga perlu dilakukan pemurnian untuk mendapatkan gliserol murni (Chen dkk, 2017).

Crude gliserol dapat dimurnikan dengan distilasi, penukaran ion, pengolahan secara fisika dan kimia seperti filtrasi, safonifikasi, asidifikasi, netralisasi, ekstraksi dan adsorpsi (Elisa dkk, 2019). Masing-masing teknologi pemurnian gliserol ini memiliki kelemahan dan keunggulan. Sebagai contoh untuk proses distilasi vakum, keunggulannya menghasilkan produk dengan kualitas yang tinggi, sedangkan kelemahannya memerlukan energi yang tinggi, tidak cocok untuk skala kecil, membutuhkan penanganan untuk pencucian air, dan tidak cocok untuk skala industri.

Aziz (2014) melaporkan bahwa pemurnian gliserol dengan menggunakan asam sulfat dan adsorpsi dengan zeolit dapat meningkatkan kemurnian gliserol dari 60,74% menjadi 88,91%. Lestari (2015) melaporkan bahwa konsentrasi asam fosfat 5% dan berat semen putih 5 gram pada pemurnian *crude* gliserol diperoleh kadar kemurnian tertinggi yaitu 84,20%. Sedangkan Windi (2016) menggunakan asam klorida untuk proses asidifikasi, dilanjutkan dengan proses ekstraksi dengan kloroform dan adsorpsi dengan karbon aktif dapat meningkatkan kemurnian gliserol dari 74,716% menjadi 90,90%. Perbedaan proses yang digunakan, penggunaan asam dalam proses asidifikasi dan penggunaan adsorben ternyata mempengaruhi kemurnian gliserol yang diperoleh.

Cangkang telur merupakan bagian terluar dari telur yang berfungsi memberikan perlindungan bagi komponen-komponen isi telur dari kerusakan secara fisik, kimia maupun mikrobiologis. Cangkang telur tersusun atas kristal CaCO₃ (98,41%), MgCO₃ (0,84%) dan Ca₃(PO₄)₂ (0,75%). Cangkang telur memiliki kadar kalsium yang cukup tinggi sehingga memiliki potensi untuk menjadi penyerap atau adsorben (Ibnu Hajar dkk, 2016).

Dalam penelitian ini, beberapa proses diatas dikombinasikan yaitu dengan menggunakan perlakuan asidifikasi dengan asam fosfat sebagai *pretreatment* awal kemudian dilanjutkan dengan adsorpsi dimana adsorben yang digunakan adalah limbah cangkang telur ayam yang diharapkan akan didapat gliserol dengan kemurnian yang tinggi dan juga warna yang bersih.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *crude* gliserol hasil samping pembuatan biodiesel dengan kemurnian 37,2283%, asam fosfat

(H_3PO_4), natrium hidroksida (NaOH) (p.a) 12,5 M, *aquadest* (H_2O), limbah cangkang telur ayam, asam sulfat (H_2SO_4) 0,2 N, sodium periodate (NaIO_4), etilen glikol dan indikator biru bromtimol.

Prosedur Penelitian

Pretreatment Bahan Baku

Sebagai langkah pretreatment, dimasukkan gliserol dengan berat 30 gram ke dalam *erlenmeyer*, kemudian ditambahkan asam fosfat dengan rasio yang telah ditentukan. Campuran dipanaskan hingga mencapai suhu 70°C dan dilakukan pengadukan dengan kecepatan 250 rpm selama 1 jam, kemudian dimasukkan ke dalam corong pemisah dan didiamkan hingga terbentuk tiga lapisan. Difiltrasi untuk menghilangkan garam yang mengendap. Lapisan gliserol diambil dan dilakukan penetralan dengan NaOH . Setelah itu gliserol dievaporasi untuk menghilangkan kadar air.

Pembuatan Adsorben Cangkang Telur Ayam

Limbah cangkang telur ayam dicuci dengan air keran hingga bersih dan lapisan membran dilepas dan dipisahkan dari cangkangnya kemudian limbah cangkang telur ayam dikeringkan dan dihancurkan menjadi lebih kecil dengan lumpang dan alu serta digiling menjadi serbuk dengan *ball mill*. Selanjutnya serbuk cangkang telur ayam diayak dengan ayakan yang berukuran 100 mesh, hasil ayakan yang lolos di *furnace* selama 2 jam dengan suhu 600°C . Setelah itu hasil pemanasan disimpan dalam desikator selama 24 jam.

Proses adsorpsi

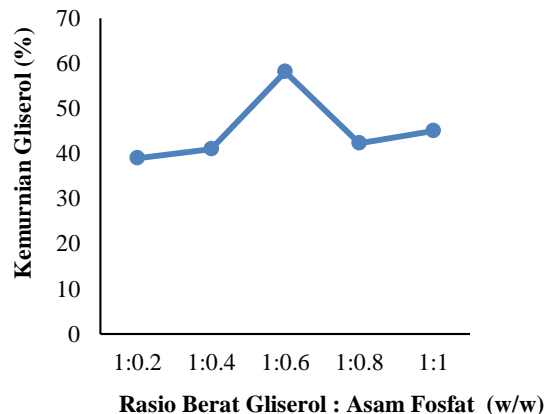
Limbah cangkang telur ayam dan gliserol dimasukkan dengan persen berat yang telah ditentukan, kemudian dicampur dengan pengadukan 250 rpm selama 2 jam dan dilakukan filtrasi

Analisis Produk

Analisis terhadap gliserol yang telah dimurnikan meliputi analisis komposisi bahan baku dan produk dengan kromatograf gas, kadar air, kadar abu, kadar MONG (*Matter Organic Non Glycerol*), pH, dan kadar gliserol.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh Rasio Berat Asidifikasi Terhadap Kemurnian Gliserol.



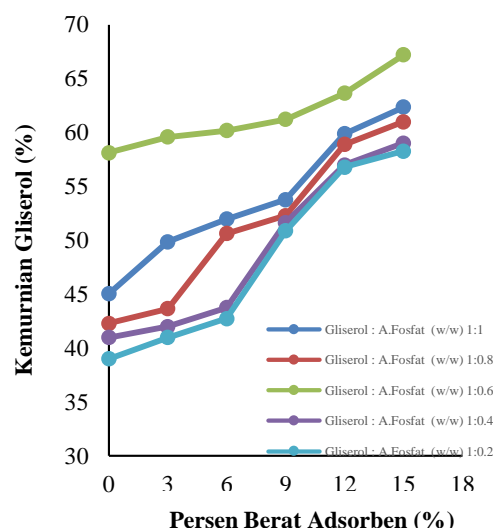
Gambar 1. Hubungan Rasio Berat Gliserol dengan Asam Fosfat terhadap Kemurnian Gliserol.

Secara umum dari grafik terlihat bahwa kadar gliserol akan meningkat seiring dengan bertambahnya rasio berat asam fosfat yang ditambahkan. Kadar asam yang semakin tinggi, akan mengakibatkan proses asidifikasi emulsi menjadi asam lemak akan semakin tinggi, sehingga kadar kemurnian gliserol pun akan semakin baik. Dari gambar 1 dapat dilihat bahwa pada rasio berat gliserol :asam fosfat 1:0,6 diperoleh kemurnian gliserol tertinggi dibandingkan dengan rasio berat gliserol:asam fosfat yang lain. Hal ini disebabkan oleh pH, dimana pH mempengaruhi kadar gliserol yang diperoleh. Pada pH 3 kadar gliserol akan menunjukkan hasil yang optimum, pada pH 2 terjadi asidifikasi yang berlebih dan pada pH 4 terjadi asidifikasi yang tidak sempurna. Dalam penelitian ini untuk rasio berat gliserol:asam fosfat 1:0,6 pH yang diperoleh adalah 3 sehingga hasil yang diperoleh juga optimum. Hal ini juga didukung oleh penelitian-penelitian sebelumnya. Sadhukkan dan Ujjaini (2016) melaporkan bahwa kondisi terbaik untuk pemurnian gliserol adalah menggunakan asam fosfat 0,43N pada pH 3,26 dengan kemurnian gliserol 90,4%.

Dari gambar 1 dapat juga dilihat sebelum penambahan asam fosfat dengan rasio berat gliserol : asam fosfat 1:0,6 terjadi asidifikasi tidak sempurna dimana proses asidifikasi tidak berjalan maksimal sehingga sabun pada *crude* gliserol tidak terurai yang mengakibatkan gliserol tidak dapat dipisahkan dari

garam dan asam lemaknya. Dari gambar 1 dapat juga dilihat setelah penambahan asam fosfat dengan rasio berat gliserol : asam fosfat 1:0,6 mengalami penurunan kadar gliserol. Hal ini disebabkan karena terjadi asidifikasi berlebih dimana terjadi stratum antara asam lemak dan lapisan gliserol yang mengandung garam yang tidak akan bisa mengendap (Ardi dkk, 2015).

Pengaruh Persen Berat Adsorben Terhadap Kemurnian Gliserol.



Gambar 2. Hubungan Persen Berat Adsorben Terhadap Kemurnian Gliserol.

Grafik di atas menunjukkan hubungan persen berat adsorben terhadap kemurnian gliserol. Secara umum dari grafik terlihat bahwa kadar gliserol akan meningkat seiring dengan bertambahnya persen adsorben. Semakin bertambahnya konsentrasi adsorben, maka semakin banyak molekul adsorbat dan adsorben yang saling berinteraksi dalam proses adsorpsi. Pengotor seperti asam lemak bebas, metil ester, air dan kalium semakin banyak yang teradsorpsi (Aziz dkk, 2014). Hal ini juga didukung oleh penelitian sebelumnya. Lestari, dkk (2015) dalam penelitiannya melaporkan bahwa pada penambahan berat semen putih yang terbaik adalah sebanyak 5 gram dengan kemurnian gliserol yang diperoleh adalah 84,20%. Semakin banyak semen putih yang ditambahkan maka kadar gliserol yang di peroleh semakin meningkat. Sedangkan semen putih dalam jumlah sedikit akan mengakibatkan proses penyerapan warna tidak berjalan optimal.

Karakteristik Gliserol Murni

Dari tabel 1 dapat dilihat bahwa kadar gliserol yang diperoleh setelah proses adsorpsi mengalami peningkatan. Hal ini menunjukkan bahwa cangkang telur ayam berhasil mengurangi pengotor dalam *crude* gliserol seperti asam lemak bebas, metil ester air dan kalium. Dari tabel 1 dapat dilihat juga bahwa kadar air dan kadar abu serta MONG setelah proses adsorpsi mengalami penurunan dibandingkan dengan kadar air dan kadar abu serta MONG hasil asidifikasi. Penurunan kadar air disebabkan karena sebagian air teradsorpsi oleh adsorben, dimana kadar air makin tinggi maka densitas gliserol akan makin rendah (Ardi dkk, 2015).

Kadar abu menunjukkan kandungan materi anorganik seperti garam kalium, yang berasal dari katalis yang digunakan pada proses transesterifikasi. Kandungan garam ini dipengaruhi oleh pH dari perlakuan kimia yang dilakukan pada *crude* gliserol. Semakin tinggi pH larutan maka semakin meningkat pula kelarutan garam katalis dalam *crude* gliserol yang menyebabkan tingginya kadar abu (Aziz dkk, 2014). Semakin rendah pH, semakin baik proses penguraian sabun menjadi asam lemak sehingga sisa-sisa logam pun akan lebih rendah yang mengakibatkan kadar abu rendah. Densitas gliserol dipengaruhi oleh kadar air yang terkandung didalam produk. Semakin tinggi kadar air, semakin rendah densitas gliserol, begitu juga sebaliknya semakin rendah kadar air maka densitas gliserol juga akan meningkat. Pada penelitian ini kadar gliserol dan MONG yang diperoleh masih dibawah standard. Hal ini disebabkan karena *crude* gliserol yang diperoleh masih banyak mengandung katalis, mineral, monoglisericida, diglisericida, triglisericida, air, metil ester dan alkohol sehingga gliserol yang dimurnikan dalam penelitian ini belum sesuai dengan gliserol standard BS 2621 : 1979.

Tabel 1. Sifat Fisika *Crude* Gliserol, Gliserol Hasil Pemurnian, dan Gliserol Standard.

Sifat Fisika	<i>Crude</i> Gliserol	Gliserol Hasil Asidifikasi	Gliserol Hasil Adsorpsi	Gliserol Standard BS 2621:1979
Kadar Gliserol (%)	37,2283	58,135	67,22	>80
Densitas (gr/cm ³)	1,1134	1,156	1,171	1,2671
Kadar Abu (%)	22,7990	16,096	13,852	<10
Kadar Air (%)	6,7360	3,784	2,796	<10
MONG (%)	33,2367	21,985	16,130	<2,5
Warna	Coklat Gelap	Kuning	Bening	Bening

KESIMPULAN

Rasio berat asam fosfat yang terbaik pada proses asidifikasi adalah 1:0,6 dan persen berat adsorben limbah cangkang telur ayam yang terbaik pada proses adsorpsi adalah 15% dengan kemurnian gliserol yang diperoleh 67,222%.

SARAN

Sebaiknya pemurnian gliserol dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode ekstraksi dan adsorpsi, ekstraksi dilakukan dengan menggunakan pelarut non polar seperti kloroform dan adsorpsi dilakukan dengan menggunakan adsorben seperti silika.

DAFTAR PUSTAKA

- Ardi, M.K.Aroua, N.A.Hashim. (2015). Progress, Prospect And Challenges In Glycerol Purification Process : A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 42, 1164-1173.
- A.Isalmi, T. Las dan A. Shabrina. (2014). Pemurnian Crude Glycerol Dengan Cara Pengasaman Dan Adsorpsi Menggunakan Zeolit Alam Lampung. *Chem. Prog*, 7 (2).
- C.Jiaxin, S.Yan, X.Zhang, R.D. Tyagi , R.Y. Surampalli, J. R. Valero. (2017). Chemical and Biological Conversion Of Crude Glycerol Derived From Waste Cooking Oil To Biodiesel. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2017.10.044>.
- C. Chol, R. Dhabhai, A. K. Dalaia, M. Reaney. (2018). Purification Of Crude Glycerol Derived From Biodiesel Production Process: Experimental Studies And Techno-Economic Analyses. *Fuel Processing Technology*, 178, 78-87.
- D. Ravi, E. Ahmadifeijani, A. K. Dalai, M. Reaney. (2016). Purification Of Crude Glycerol Using A Sequential Physico-Chemical Treatment, Membrane Filtration, And Activated Charcoal Adsorption. *Separation and Purification Technology*, 168, 101-106.
- E. Carolina, D. Oro, M. Bonato, J. V. Oliveira, M. V. Tres, M. L. Mignoni, R. M. Dallago. (2019). A New Approach For Salts Removal From Crude Glycerin Coming From Industrial Biodiesel Production Unit. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7 , 102883.
- I. Hajar, Ernawati, R. S. Sitorus, N. Mulianingtias, F. J. Welan. (2016). Efektivitas Adsorpsi Logam Pb²⁺ Dan Cd²⁺ Menggunakan Media Adsorben Cangkang Telur Ayam. *Jurnal Konversi*, 5, 1-7.
- L. M. Arsa, dan I. W. Suirta. (2015). Pengaruh Konsentrasi Asam Fosfat Dan Berat Semen Putih Sebagai Adsorben Dalam Pemurnian Crude Gliserol. *Jurnal Kimia*, 9(2), 279-288.
- Luo, Xialon, X. Ge, S. Cui, Y. Li. (2016). Value-Added Processing Of Crude Glycerol Into Chemicals And Polymers. *Bioresource Technology*, 215, 144-154.
- P. Chaozhi, G. Y. A. Tan, L. Ge, C. L. Chen, J. Y. Wang. (2019). Two-Stage Microbial Conversion Of Crude Glycerol To 1,3-Propanediol After Pretreatment. *Journal of Environmental Management*, 232, 615-624.
- S. Suvra , U. Sarkar. (2016). Production of purified glycerol using sequential desalination and extraction of crude glycerol obtained during trans-esterification of Crotonia juncea oil. *Energy Conversion and Management*. 118, 450-458.
- Thammarat, Paweena, A. Charoensaeng, U. Suriyaphadiloka. (2016). Design And Economic Analysis Of 1,2-Propanediol Derived From Crude Glycerol. The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University. Bangkok. Thailand.
- W. M. Surbakti. (2016). Pemurnian Gliserol Dengan Metode Asidifikasi Asam Klorida Dan Ekstraksi Dengan Pelarut Kloroform. Skripsi. Teknik Kimia. Fakultas Teknik. Universitas Sumatera Utara.