

PERMUNIAN GLISERIN HASIL SAMPING PRODUKSI BIODIESEL

Tirto Prakoso*, Huter Sira dan Herawan Bintoro

*Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Bandung

ABSTRAK

Proses pembuatan biodiesel dari minyak nabati menghasilkan produk samping yaitu gliserin dengan tingkat kemurnian yang masih sangat rendah (*crude glycerine*, gliserin kotor). Gliserin kotor ini masih bercampur dengan pengotor sehingga belum dapat dimanfaatkan, sehingga hanya akan menjadi limbah saja apabila tidak dilakukan proses lebih lanjut yaitu mengolahnya menjadi gliserin dengan kelas tertentu. Langkah-langkah pemurnian gliserin kotor telah diteliti dan menghasilkan gliserin dengan warna bening (*Lovibond 30*) dan konsentrasi yang cukup tinggi.

Kata kunci : biodiesel, gliserin, pemurnian

PENDAHULUAN

Bila bahan bakar solar yang diimpor Indonesia sebanyak 7 – 8 milyar liter setahun dikonversi ke dalam satuan berat, maka akan diperoleh sebanyak 6,125 – 7 juta ton bahan bakar solar yang tiap tahun diimpor oleh Indonesia. Jumlah impor solar Indonesia ini adalah sebanyak 25% dari kebutuhan total solar Indonesia. Sehingga dapat dihitung kebutuhan total solar Indonesia yaitu 24,5 – 28 juta ton. Bila dari jumlah tersebut disubstitusi oleh bahan bakar biodiesel sebanyak 1% saja maka akan diperoleh 245.000 – 280.000 ton biodiesel yang harus diproduksi. Dengan jumlah biodiesel sebesar itu akan menghasilkan produk samping gliserin sebanyak 24500 – 28000 ton gliserin per tahunnya.

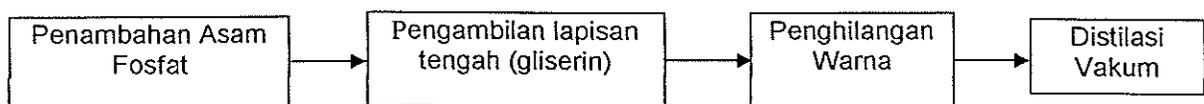
Proses pembuatan biodiesel dari minyak nabati ini menghasilkan produk samping yaitu gliserin dengan tingkat kemurnian yang masih sangat rendah (*crude glycerine*, *gliserin kotor*). Gliserin kotor ini masih bercampur dengan pengotor sehingga belum dapat dimanfaatkan, sehingga hanya akan menjadi limbah saja apabila tidak dilakukan proses lebih lanjut yaitu mengolahnya menjadi *glycerol*. Di pasaran, *glycerol* dikenal juga dengan nama gliserin. Gliserin dengan berbagai macam tingkatan kualitas sangat dibutuhkan sebagai bahan baku dalam industri farmasi dan industri kosmetika. Selain itu, gliserin digunakan dalam industri makanan, industri pengolahan tembakau, industri bahan pelumas, industri oleokimia, dan juga untuk bahan peledak.

Tujuan penelitian ini secara umum adalah untuk memberi nilai tambah pada proses produksi biodiesel sehingga gliserol dengan kualitas yang tinggi dapat diproduksi dan dikomersialkan. Secara khusus, penelitian diarahkan untuk memisahkan dan memurnikan gliserin yang merupakan produk samping pengolahan minyak nabati menjadi biodiesel. Penelitian ini dilakukan adalah sampai dengan tahap memisahkan gliserin dari pengotor-pengotornya yang maksud adalah sabun, alkohol, metil ester dan warna. Gliserin yang akan dipisahkan ini merupakan hasil samping dari proses transesterifikasi minyak sawit menjadi ester metilnya dengan katalis KOH

PERCOBAAN

Langkah pertama yang dilakukan adalah pemisahan gliserin dari *crude glycerol* dengan penambahan asam fosfat (H_3PO_4). Penambahan asam fosfat (H_3PO_4) mengubah sabun kembali menjadi asam lemak bebas (FFA) dan menyebabkan terjadinya pemisahan menjadi tiga lapisan yang berbeda. Campuran katalis dan fosfat berada di dasar, campuran metanol dan gliserin berada di tengah, dan asam lemak bebas berada di lapisan atas.

Langkah kedua adalah pengambilan lapisan tengah yaitu campuran metanol, air dan gliserin. Pengambilan lapisan ini dilakukan dengan menggunakan corong pemisah. Selanjutnya, langkah ketiga adalah penghilangan warna lapisan tengah dengan menggunakan karbon aktif. Langkah keempat yang dilakukan adalah penghilangan kandungan air di dalam lapisan tengah. Proses yang digunakan adalah dengan distilasi vakum, untuk menghindari temperatur tinggi sehingga mencegah rusaknya lapisan tengah ini. Secara garis besar, diagram alir proses pemurnian gliserin dapat dilihat pada gambar 1 berikut ini.



Gambar 1 Diagram Alir Proses Pemurnian Secara Umum

HASIL DAN PEMBAHASAN

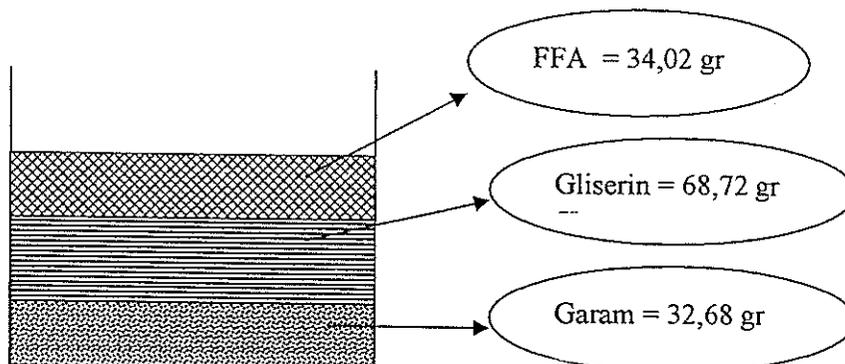
Pemisahan pengotor utama

Gliserin kotor yang digunakan dalam percobaan adalah hasil samping dari reaksi pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis KOH. Gliserin kotor ini berwujud cair. Hal ini disebabkan oleh sifat dari sabun yang terbentuk oleh senyawa K adalah berwujud cair, berbeda dengan sifat dari sabun yang terbentuk oleh senyawa Na adalah berwujud padatan. Apabila dalam proses pembuatan biodiesel digunakan katalis NaOH maka gliserin kotor yang terbentuk juga akan berwujud padatan. Katalis KOH dipilih karena hasil samping yang berupa gliserin kotor berbentuk cair sehingga lebih mudah dalam penanganannya.

Penambahan asam fosfat ke dalam *crude glycerol* menyebabkan terbentuknya 3 lapisan dengan distribusi berat rata-rata adalah sebagai berikut :

- Lapisan atas (FFA) → berat = 34,02 gr, pada suhu kamar berwujud padat
- Lapisan tengah (gliserin) → berat = 68,72 gr, berwujud cair, pH = 5
- Lapisan bawah (garam K_3PO_4) → berat = 32,68 gr, berwujud padat

Distribusi berat tersebut dapat dilihat pada gambar 2 di bawah ini :



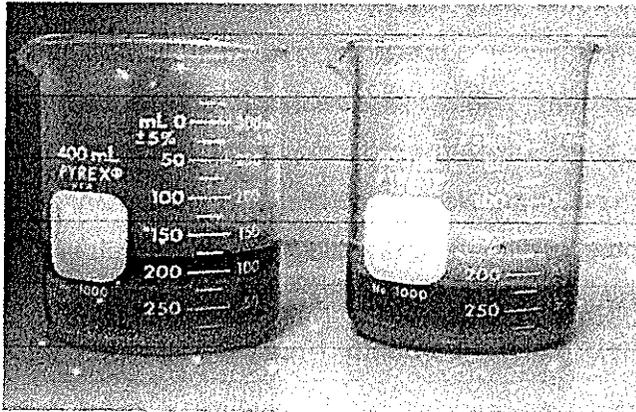
Gambar 2. Gambar masing-masing lapisan dan rata-rata beratnya

Rata-rata fraksi massa lapisan tengah yang diperoleh dalam satu kali *batch* percobaan adalah sebesar 0,50 dan fraksi atas 0,25 serta fraksi bawah 0,25. Dengan kata lain, gliserin yang terkandung di dalam gliserin kotor setelah penambahan asam fosfat berjumlah setengah dari total berat gliserin kotor.

Proses Pemurnian Gliserin

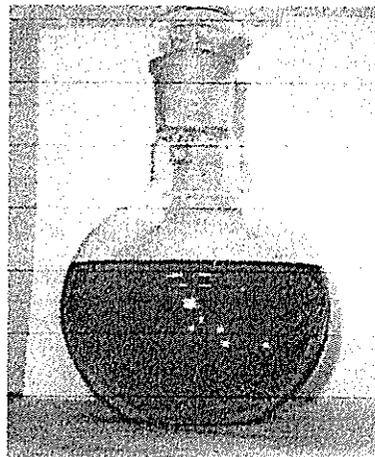
Lapisan-lapisan yang terbentuk dengan penambahan asam fosfat dapat dilihat pada Gambar 3. Gambar 3 (a) diambil setelah didiamkan selama 5 menit, sedangkan gambar 3 (b) diambil setelah temperatur campuran sama dengan temperatur kamar. Perbedaan yang nampak dari kedua gambar tersebut adalah

pada lapisan atas (FFA). Pada temperatur di atas 35°C , lapisan ini akan berwujud cair dan akan berbentuk padatan pada temperatur di bawahnya.



(a) (b)
Gambar 3. Tiga lapisan yang terbentuk setelah penambahan asam fosfat

Setelah dilakukan pengumpulan lapisan tengah, dilakukan penyaringan menggunakan corong Buchner dan kertas saring. Penyaringan dilakukan untuk memisahkan garam K_3PO_4 berwujud padatan yang terbawa di dalam larutan gliserin. Proses penyaringan ini membutuhkan waktu yang agak lama yaitu sekitar satu jam untuk 150 ml larutan gliserin. Hal ini dikarenakan larutan gliserin yang berwujud cairan *viscous*. Larutan gliserin hasil penyaringan ini berwarna kemerahan seperti dapat dilihat pada Gambar 4.



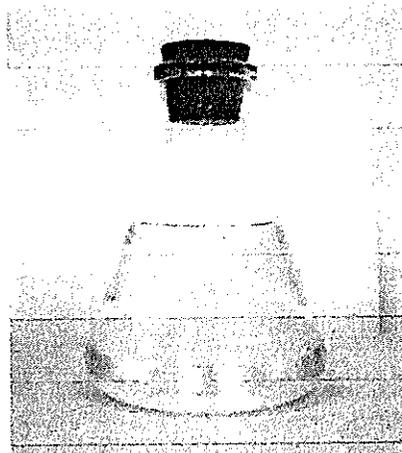
Gambar 4. Gambar lapisan gliserin setelah disaring

Hasil saringan ini kemudian ditambahkan karbon aktif untuk menghilangkan warna. Sebelum ditambahkan karbon aktif, sampel ditambahkan air terlebih dahulu dengan perbandingan volume 2:3. Karbon aktif yang ditambahkan adalah sebanyak 10% dari berat sampel. Sebelum digunakan,

karbon aktif dicuci terlebih dahulu untuk mempercepat laju pengendapan. Selama percobaan, lama pengadukan larutan gliserin dan karbon aktif menggunakan *magnetic stirrer* adalah 30 menit, sedangkan waktu pengendapan dan proses adsorpsi oleh karbon aktif adalah satu hari. Hasil yang diperoleh dari penambahan karbon aktif berwarna bening dan jernih setelah disaring kembali.

Selanjutnya, dilakukan distilasi vakum untuk menguapkan air dan sedikit metanol yang masih terkandung dalam lapisan gliserin. Distilasi vakum dipilih untuk mencegah temperatur yang terlalu tinggi sehingga tidak terbentuk senyawa lain pada lapisan gliserin ini. Gliserin yang didapat terkumpul pada *bottom product* sedangkan pada distilat adalah campuran air dan sedikit metanol. Jumlah larutan gliserin yang didistilasi adalah sebesar 470 ml dan tekanan pompa vakum -80 kPa.

Pompa vakum dijalankan setelah temperatur dinaikkan sampai 30°C terlebih dahulu. Pada temperatur 34°C , sampel mulai bergolak dan tetesan pertama pada distilat terjadi pada temperatur 36°C . Temperatur distilasi vakum ini konstan pada 60°C . Distilasi vakum dilakukan selama tiga jam sampai tidak ada tetesan lagi pada distilat. *Bottom product* yang tersisa adalah sebesar 230 ml dengan $\text{pH} = 8$ dan distilat sebesar 234 ml. Kemudian, larutan sampel disaring sehingga didapatkan produk yang jernih dan tidak berwarna seperti dapat dilihat pada Gambar 5 di bawah ini.



Gambar 5. Produk akhir gliserin

Analisis Kandungan Gliserin

Kandungan gliserin dianalisis untuk masing-masing tahap yang telah dilakukan dengan hasil sebagai berikut :

1. Analisis *crude glycerol* → kandungan gliserin = 9,05%
2. Analisis lapisan tengah (gliserin) → kandungan gliserin = 11,138%
3. Analisis lapisan tengah (gliserin) setelah distilasi vakum → kandungan gliserin = 55,65%.

Kandungan gliserin setelah melalui tahap-tahap percobaan meningkat dari 9,05 % yaitu yang masih berupa *crude glycerol* menjadi 55,65% setelah dilakukan distilasi vakum. Kenaikan nilai kandungan gliserin setelah melalui tahap-tahap proses dapat dilihat pada gambar 4.5 berikut ini.

Proses yang dilakukan pada masing-masing tahap percobaan ditujukan untuk memisahkan gliserin dari pengotor-pengotomya sehingga didapatkan kandungan gliserin yang semakin tinggi. Pada tahap pertama yaitu penambahan asam fosfat, akan mengubah sabun kembali menjadi asam lemak bebas (FFA) dan mengikat sisa katalis yaitu KOH sehingga membentuk garam K_3PO_4 yang berwujud padat. Akibatnya akan terbentuk tiga lapisan yang tidak saling bercampur yang terdiri dari lapisan atas yaitu FFA, lapisan tengah yaitu gliserin yang masih bercampur dengan air dan sedikit metanol, serta lapisan bawah yaitu garam K_3PO_4 . Lapisan tengah (gliserin) ini berwujud cairan *viscous* berwarna kemerahan. Lapisan tengah (gliserin) ini mempunyai kandungan gliserin sebesar 11,138 %. Dengan penambahan asam fosfat ini terjadi kenaikan kandungan gliserin sebesar 2,088% dari 9,05%.

Langkah selanjutnya adalah penambahan karbon aktif yang bertujuan untuk menghilangkan warna dan juga mengikat senyawa organik yang masih terkandung dalam lapisan tengah ini. Sebelum penambahan karbon aktif, sampel terlebih dahulu diencerkan dengan air dengan perbandingan volume 2 : 3. Penambahan air ini dilakukan untuk memudahkan proses adsorpsi warna dan senyawa organik yang terkandung di dalam larutan gliserin oleh karbon aktif. Selain itu, penambahan air ini juga ditujukan untuk mempercepat waktu penyaringan setelah proses penambahan karbon aktif selesai dilakukan karena larutan gliserin merupakan cairan *viscous*. Karbon aktif dicampurkan dengan larutan sampel dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Setelah itu, larutan sampel dibiarkan selama satu hari untuk proses pengendapan dan adsorpsi oleh karbon aktif. Kemudian, larutan sampel disaring sehingga didapatkan produk yang jernih dan tidak berwarna.

Sebelum digunakan, karbon aktif harus dicuci dengan air terlebih dahulu. Hal ini ditujukan untuk mempercepat laju pengendapan karbon aktif ketika

ditambahkan pada larutan sampel. Percobaan dengan menggunakan karbon aktif yang tidak dicuci terlebih dahulu akan memakan waktu pengendapan selama dua hari. Pencucian karbon aktif akan mempercepat laju pengendapan karena dengan proses pencucian, terjadi penyeragaman ukuran partikel dari karbon aktif tersebut. Karbon aktif yang digunakan dalam percobaan adalah tipe ANK-103 yang berukuran 12 x 40 mesh.

Setelah penambahan karbon aktif, dilakukan distilasi vakum untuk menghilangkan kandungan air dan sedikit metanol yang masih terkandung di dalam larutan gliserin.

Ketika proses distilasi vakum dilakukan, harus dipastikan sambungan-sambungan pada rangkaian alat distilasi vakum tidak ada yang bocor. Kebocoran pada rangkaian alat distilasi vakum akan menurunkan efisiensi dari proses. Untuk sambungan-sambungan peralatan gelas, *joint* terlebih dahulu dilapisi oleh *silicone grease*.

Di dalam rangkaian alat distilasi vakum terdapat *safety* untuk mencegah uap yang dihasilkan masuk ke dalam pompa vakum. *Safety* berupa peralatan gelas yang saling dihubungkan sebanyak tiga buah yang dimasukkan ke dalam wadah berisi air pendingin. Dalam percobaan, air pendingin yang digunakan adalah air keran biasa dan ditambahkan es batu ke dalamnya. Dengan *safety* ini, diharapkan uap-uap yang tidak terkondensasi oleh kondenser akan terkondensasikan oleh air pendingin di dalam peralatan gelas sehingga uap tersebut tidak masuk ke dalam pompa vakum.

Sebelum menjalankan pompa vakum, temperatur larutan gliserin dinaikkan terlebih dahulu sampai 30°C. Hal ini bertujuan untuk menurunkan beban pemanasan dari *heating mantle* dan mempercepat proses perpindahan panas. Proses penaikan temperatur larutan gliserin ini dilakukan di dalam rangkaian alat distilasi.

Dengan menggunakan distilasi vakum, produk gliserin akan terkumpul pada *bottom product* sedangkan air dan sedikit metanol pada distilat. Jumlah larutan gliserin yang didistilasi adalah sebesar 470 ml. Dengan jumlah larutan gliserin tersebut, diperoleh gliserin pada *bottom product* sebesar 230 ml dengan pH = 8 dan campuran air dengan sedikit metanol pada distilat sebesar 234 ml. Jumlah air ini banyak dikarenakan pada proses sebelumnya yaitu penambahan karbon aktif, larutan gliserin ditambahkan dengan air. Proses distilasi vakum ini dilakukan selama tiga jam sampai tidak ada tetesan lagi pada distilat. Kandungan

gliserin setelah distilasi vakum ini mencapai 55,65%. Terjadi peningkatan kandungan gliserin sebesar 40,382% dibandingkan dengan tahap sebelumnya. Produk akhir gliserin ini mempunyai massa jenis sebesar $1,132 \text{ gr/cm}^3$ dan $\text{pH} = 8$. Dari data literatur, nilai massa jenis tersebut adalah pada kandungan gliserin sebesar 53%. Dengan menggunakan metode iodometri, kandungan gliserin yang diperoleh kandungan gliserin pada produk akhir sebesar 55,65%. Ada perbedaan sebesar 2,65% antara penentuan kandungan produk akhir gliserin menggunakan metode iodometri dan hasil perhitungan massa jenis.

KESIMPULAN

Produk akhir gliserin yang didapat dari hasil samping pengolahan minyak nabati menjadi biodiesel, mempunyai kandungan gliserin sebesar 55,65%. Dari 135 gr *crude glycerol* yang ditambahkan dengan asam fosfat, diperoleh lapisan gliserin rata-rata sebesar 68,72 gr dengan fraksi massa rata-rata adalah 0,50947. Karbon aktif merupakan zat yang cukup efektif dalam penghilangan warna larutan gliserin. Jumlah karbon aktif sebesar 10% dari berat sampel cukup baik untuk menghilangkan warna larutan gliserin dengan waktu pengendapan selama satu hari. Penambahan air diperlukan dalam proses penghilangan warna untuk mempermudah proses adsorpsi oleh karbon aktif dengan perbandingan volume 2 : 3.

DAFTAR PUSTAKA

- Choo Y.M; Ma A.N.; Cheah K.Y; Yusof Basiron, 2001, "*Biofuel from Palm Oil*", Malaysian Oil Science and Technology Vol. 10 No. 1
- Ma, Fangrui; Hanna, Milford A., 1999, "Biodiesel Production : A Review", Elsevier Science B.V
- May, Choo Yuen, Dr.; Ngan, Ma Ah, Dr. Ir.; Basiron, Yusof Dr., 1993, "Palm Oil Methyl Esters As Fuel : Palm Diesel" , Palm Oil Research Institute of Malaysia.
- Mehlenbacher, Virgil C., 1956, *Organic Analysis Volume 1 "Determination of Hydroxyl Groups"*, New York : Interscience Publishers, Inc. Pp. 43-44
- Nouredini, H.; Hrkey, D., Medikonduru, V., 1998, "A Continous Process for The Conversion of Vegetables Oils into Methyl Ester of Fatty Acids", AOCS Press
- Othmer, Kirk, 1966, "Encyclopedia of Chemical Technology", vol. 8, John Wiley & Sons Inc,
- Othmer, Kirk, 1966, "Encyclopedia of Chemical Technology", vol. 10, John Wiley & Sons Inc
- Othmer, Kirk, 1992, "Encyclopedia of Chemical Technology", vol. 12, John Wiley & Sons Inc
- Pakpahan, Agus, Dr. Ir., 2001, "Palm Biodiesel: Its Potency, Technology, and Environmental Implication in Indonesia", International Biodiesel Workshop
- Swearingen, Todd, 2001, "Separating Glycerine/FFAs", <http://journeytoforever.org>.
- Swearingen, Todd, 2001, "Optimization of a Batch Type Ethyl Ester Process", <http://journeytoforever.org>
- Versae, Roberto; Versae, Marco, 1996, "Methyl Ester Biodiesel : Opportunity or Necessity ?", Inform Vol. 7 No.8.