

**PEMANFAATAN GLISEROL DARI LIMBAH BIODIESEL
MENJADI AKROLEIN MENGGUNAKAN
GELOMBANG SUARA**

Tesis

untuk memenuhi sebagian persyaratan
mencapai derajat Magister

Program Studi Magister Teknik Kimia



ISRAN ASNAWI
0005.07.13.2016

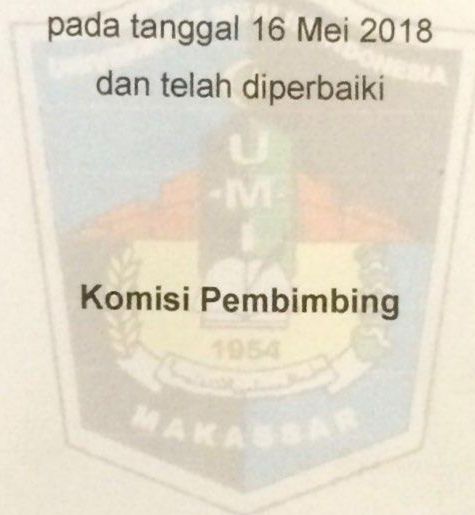
**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS MUSLIM INDONESIA
MAKASSAR
2018**

Tesis

**PEMANFAATAN GLISEROL DARI LIMBAH BIODIESEL
MENJADI AKROLEIN MENGGUNAKAN
GELOMBANG SUARA**

ISRAN ASNAWI
0005.07.13.2016

telah dipertahankan di hadapan Tim Penguji
pada tanggal 16 Mei 2018
dan telah diperbaiki



Komisi Pembimbing

Ketua,

Dr. Ir. Ruslan Kalla, ST. , MT.

Anggota,

Dr. Rismawati Rasyid, ST., MT.

25 AUG 2018

Makassar,
Program Studi Magister Teknik Kimia
Ketua,

Dr. Andi Suryanto, ST., MT.

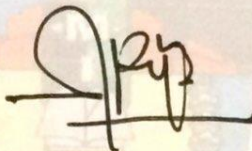
**PEMANFAATAN GLISEROL DARI LIMBAH BIODIESEL
MENJADI AKROLEIN MENGGUNAKAN
GELOMBANG SUARA**

ISRAN ASNAWI
0005.07.13.2016

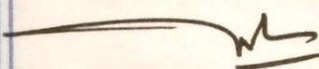
Telah diujikan pada tanggal 16 Mei 2018
dan dinyatakan memenuhi syarat

Susunan Tim Penguji

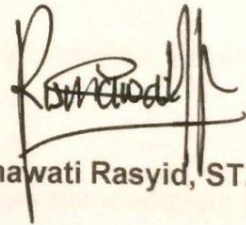
Ketua



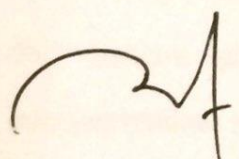
Dr. Andi Suryanto, ST., MT.



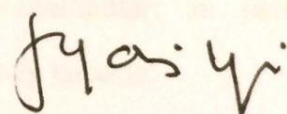
Dr. Ir. Ruslan Kalla, ST., MT.



Dr. Rismawati Rasyid, ST., MT.



Hj. Setyawati Yani, ST., MT., Ph.D., IPM.



H. Syamsuddin Yani, ST., MT., Ph.D., IPM.

Makassar, **25 AUG 2018**
Program Pascasarjana UMI
Direktur,



Prof. Dr. H. Basri Modding, SE., M.Si.



KATA PENGANTAR

Dengan memanjatkan puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan Rahmat dan Hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan tesis dengan judul “Pemanfaatan Gliserol Dari Limbah Biodiesel Menjadi Akrolein Menggunakan Gelombang Suara”.

Dalam perjalanan proses penelitian dan penyusunan tesis ini, penulis memperoleh banyak pelajaran dan motivasi mengenai penting nya melanjutkan jenjang pendidikan ke tingkat yang lebih tinggi. Proses untuk memperoleh gelar magister adalah hal yang tidak mudah. Banyak rintangan dan halangan yang dihadapi mulai proses perkuliahan berlangsung dari proses penelitian hingga melaksanakan seminar hasil penelitian.

Dalam penyelesaian tesis, tim penulis telah mendapatkan bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, pada kesempatan ini penulis ingin menyampaikan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Kedua orang tua penulis yang senantiasa mencurahkan doa, kasih sayang, dukungan dan semangat, yakni ibu Hj. Halmiah dan ayah H. Asnawi Rahim. Dukungan yang telah diberikan tak ternilai harganya.
2. Ibu Prof. Dr. Hj. Masrurah Mokhtar, MA, selaku Rektor Universitas Muslim Indonesia, dan Bapak Prof. Dr. H. Basri Modding, SE., M.Si. selaku Direktur Program Pascasarjana Universitas Muslim Indonesia.

3. Bapak Dr. Ir. Andi Suryanto, ST., MT., IPM., selaku Ketua program studi Magister Teknik Kimia Universitas Muslim Indonesia.
4. Secara terkhusus pula kepada bapak Dr. Andi Aladin, S.Si., M.T., selaku mantan KPS Magister Teknik Kimia, yang telah menyambut kami pertama kali saat menjadi mahasiswa baru di program pascasarjana.
5. Bapak Dr. Ir. Ruslan Kalla, ST., MT. selaku Pembimbing I dan ibu Dr. Rismawati Rasyid, ST., MT., IPM. selaku Pembimbing II atas arahan dan bimbingannya selama proses penelitian dan penyelesaian Tesis ini. Saya mengucapkan terima kasih banyak atas waktu dan sumbangsih pikiran yang telah diberikan.
6. Kepada bapak dan ibu tim penguji, yakni : ibu Ir. Hj. Setyawati Yani, ST., MT., IPM., bapak Ir. H. Syamsuddin Yani, ST., MT., IPM. dan bapak Dr. A. Suryanto, ST., MT., IPM.
7. Kepada seluruh dosen pascasarjana Teknik Kimia yang telah memberikan mata kuliah dan pembelajaran yang luar biasa tak ternilai harganya, kepada bapak Dr. Andi Aladin, S.Si, M.T.; bapak Dr. La Ifa, S.T., M.T., IPM.; bapak Prof. Dr. Ir. H. Abd Makhsud DEA , bapak Dr. Ir. Ruslan Kalla, ST., MT; ibu Dr. Rismawati Rasyid, ST., MT. IPM.; ibu Ir. Hj. Setyawati Yani, ST., MT., Ph.D., IPM.; bapak Ir. H. Syamsuddin Yani, ST., MT., Ph.D., IPM.; bapak Dr. A. Suryanto, ST., MT., IPM.; ibu Dr. Ir. Nurjannah, S.T., M.T., , Dr. phil. Nat. Sri Widodo, ST., MT., beserta dosen lainnya yang pernah memberi mata kuliah untuk kami mahasiswa magister teknik kimia (teruntuk ibu Dr. Ratna Alwi, bapak Dr. Rustam, bapak Prof. Syukri, dan pak Ir. Tamsil).

8. Teman-teman MTK 13 yang setia bersahabat dan menemani dalam proses perkuliahan, baik dalam suka maupun duka. Tersebut kak Iffah, kak Rabawati, kak Isma, Nia, Dilla, dan Ilham, terima kasih untuk kalian semua yang telah menemani dalam perkuliahan baik suka maupun duka.
9. Seluruh staf akademik Pascasarjana Universitas Muslim Indonesia dan staf akademik prodi Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri, yang tak dapat saya sebutkan satu persatu (termasuk Bu Artiningsih, kak Riska, dan Yos)(termasuk pula pak Sudi, bu Jamilah, bu Ratna, dan bu Yatni yang senantiasa memberi bantuan dalam urusan tata usaha di kampus pasca).
10. Kepada seluruh keluarga dekat yang telah memberi dukungan materi dan moril, yakni kakak-kakak saudara kandung dan ipar (kak Iwan, kak Imran, kak Yanti, kak Rifa, kak Amal dan kak Rahma), ponakanku Andi Berlian dan Andi Abidzar, dukungan keluarga adalah salah satu faktor pendukung selesainya tesis ini.
11. Teman-teman dari komunitas yang juga tak lupa saya sebutkan, yaitu *Tusiwork Project*, *NightRunVersity* dan *AIESEC* alumni. Begitupula teman-teman dari PT. *Eastern Pearl Flour Mills* sebagai tempat saya pernah bekerja.
12. Segenap pihak yang telah membantu terwujudnya Tesis ini baik secara langsung maupun tidak langsung yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

Dengan selesainya laporan tesis ini, penulis sepenuhnya mengakui dan menyadari tidak terlepas dari bimbingan, arahan dan

dukungan dari berbagai pihak sehingga dalam kesempatan ini dengan sepenuh hati penulis mengucapkan terima kasih yang tak terhingga dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada seluruh yang terlibat dalam penyusunan laporan ini termasuk para pembimbing, ketua KPS MTK, dan para dosen MTK Universitas Muslim Indonesia.

Makassar, 20 Juli 2018

Penulis

PERNYATAAN KEASLIAN TESIS

Yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Isran Asnawi
Nomor Mahasiswa : 0005.07.13.2016
Program Studi : Magister Teknik Kimia

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa tesis yang saya tulis dengan judul :

"Pemanfaatan Gliserol dari Limbah Biodiesel menjadi akrolein menggunakan gelombang suara"

tidak terdapat karya ilmiah yang pernah diajukan oleh orang lain untuk memperoleh gelar akademik di suatu perguruan tinggi, dan tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Jika ternyata di dalam naskah laporan tesis ini dapat dibuktikan terdapat unsur-unsur jiplakan, maka gelar akademik yang saya peroleh batal demi hukum (Pasal 25 ayat 2 dan pasal 70 UU no. 20 tahun 2003).

Makassar, 20 Juli 2018
Mahasiswa


Isran Asnawi
0005.07.13.2016

RIWAYAT PENULIS



Isran Asnawi, lahir di Bulukumba pada tanggal 9 Januari 1991, merupakan anak ke-empat dari empat bersaudara pasangan H. Asnawi Rahim (bapak) dan Hj. Halmiah (ibu).

Laki-laki yang memiliki hobi dibidang fotografi makanan dan senang berburu kuliner ini, juga menyenangi olahraga lari marathon untuk gaya hidup yang sehat.

Penulis telah menyelesaikan pendidikan di SDN No. 24 Salemba Bulukumba (2003), SMPN 2 Bulukumba (2006), SMAN 1 Bulukumba (2009), S1 Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin (2014), dan S2 Prodi Magister Teknik Kimia Universitas Muslim Indonesia (2018).

Penulis pernah bergabung di organisasi Paduan Suara Mahasiswa Unhas (2010-2011), Himpunan Mahasiswa Kimia Unhas (2011-2012), dan AIESEC Unhas (2012-2014). Penulis juga aktif di komunitas sukarelawan tunanetra yaitu *Tusiwork Project* pada tahun 2018. Selain itu, penulis juga pernah bekerja sebagai analis laboratorium di PT. Eastern Pearl Flour Mills, Makassar pada tahun 2015-2017.

Penulis aktif di sosial media facebook (*Izran Asnawi*) dan Instagram (*izran.as*). penulis dapat dihubungi pada nomor telepon atau Whatsapp +6285395974522 atau melalui email : izran.asnawi@gmail.com

ABSTRAK

Pemanfaatan gliserol dari limbah industri biodiesel sebagai bahan kimia bernilai tambah, telah menarik banyak perhatian. Salah satu bahan kimia bernilai tambah dan penting yang dapat diproduksi dari gliserol adalah akrolein. Proses degradasi gliserol menjadi akrolein ini, tentu banyak menarik perhatian para peneliti untuk dikembangkan agar memperoleh nilai yang lebih tinggi terutama menggunakan gelombang suara (ultrasonik). Dalam penelitian ini dilakukan proses degradasi gliserol melalui sonikasi dengan kondisi perbandingan massa gliserol-air 1:8, katalis H_2SO_4 1%, waktu reaksi, 20; 25; 30; 35; dan, 40 menit dengan temperatur 30; 40; dan 50 °C. Pada penelitian ini diperoleh pemurnian *crude* gliserol dari limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah dengan kadar gliserol berturut-turut 56,43% dan 52,84%. Kinetika reaksi yang diperoleh pada penelitian ini adalah $k = 5,306 \times 10^7 \exp\left(\frac{58,2404}{RT}\right)$. Kondisi optimum untuk memperoleh konversi gliserol terbaik adalah pada suhu 50 °C dan waktu sonikasi 40 menit, yaitu sebesar 48,41%, sedangkan kondisi optimum untuk memperoleh yield akrolein terbanyak adalah pada suhu 40 °C dan waktu sonikasi 40 menit, yaitu sebesar 10,80%.

Kata kunci: Gliserol, akrolein, ultrasonik, biodiesel, kinetika

ABSTRACT

Utilization of glycerol from the biodiesel industry waste as a value-added chemical, has attracted much attention. One of the most valuable and important value chemicals that can be produced from glycerol is acrolein. The process of glycerol degradation to acrolein, of course, attracted researchers to be developed, in order to obtain higher values, especially using sound waves (ultrasonic). In this research, the degradation process of glycerol through sonication with the condition of water glycerol 1: 8 mass ratio, 1% H_2SO_4 catalyst, reaction time, 20; 25; 30; 35; and, 40 minutes with temperature 30; 40; and 50 °C. In this study obtained purification of crude glycerol from coconut oil waste biodiesel and cooking oil with glycerol content 56,43% and 52,84% respectively. The reaction kinetic obtained in this study is $k = 5,306 \times 10^7 \exp\left(\frac{58,2404}{RT}\right)$. The optimum condition to obtain the best glycerol conversion was at 50 °C and the time of 40 minute sonication, ie 48.41%, while the optimum condition to obtain the highest yield of acrolein was at 40 °C and the time of 40 minute sonication, that is 10,80% .

Keyword: Glycerol, acrolein, ultrasonic, biodiesel, kinetics

DAFTAR ISI

JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	iv
PERNYATAAN KEASLIAN TESIS	viii
RIWAYAT PENULIS	ix
ABSTRAK	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR GRAFIK	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
DAFTAR SINGKATAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah	4
C. Batasan Masalah	4
D. Tujuan Penelitian	5
E. Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
A. Gliserol	6
B. Akrolein	21
C. Gelombang Ultrasonik	25
D. Penelitian Terdahulu	30
BAB III METODE PENELITIAN	
A. Pendekatan Penelitian	31
B. Lokasi dan Waktu Penelitian	31
C. Alat dan Bahan	31
D. Variabel Penelitian	33
E. Prosedur Penelitian	33
F. Diagram Alir Proses	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Pemurnian Gliserol dari Limbah Biodiesel	35
B. Analisa Konversi Gliserol pada Variabel Suhu dan Waktu Sonikasi	41
C. Kinetika Reaksi Degradasi Gliserol dengan Gelombang Ultrasonik	47
D. Analisa Yield Akrolein pada Variabel Suhu dan Waktu Sonikasi	52
BAB V SIMPULAN DAN SARAN	
A. Simpulan	59
B. Saran	60
DAFTAR PUSTAKA	

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Daftar senyawa penting yang dapat dihasilkan dari <i>crude</i> gliserol.....	14
Tabel 2. Produk senyawa turunan gliserol beserta proses dan manfaatnya	16
Tabel 3. Penelitian Terdahulu Konversi Gliserol menjadi Produk Akrolein (dan produk lain)	30
Tabel 4. Data Perbandingan Karakteristik <i>crude</i> gliserol sebelum dan setelah pemurnian serta gliserol <i>p.a</i>	36
Tabel 5. Hasil analisa konversi gliserol pada variabel suhu dan waktu sonikasi	42
Tabel 6. Perhitungan persamaan Arrhenius	51
Tabel 7. Hasil analisa yield akrolein pada variabel suhu dan waktu sonikasi	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.	Struktur senyawa Gliserol (a) struktur dua dimensi ; (b) struktur tiga dimensi (Kim <i>et al.</i> , 2015).....	6
Gambar 2.	Distribusi Aplikasi Gliserol (Talebian-kiakalaieh <i>et al.</i> , 2014).....	11
Gambar 3.	(a) Hidroklorinasi gliserol untuk produksi klorohidrin dan (b) reaksi dua langkah produksi asam akrolein dan akrilat (Santacesaria <i>et al.</i> , 2012).....	12
Gambar 4.	Proses Konversi Produk Turunan Gliserol (Talebian-kiakalaieh <i>et al.</i> , 2014).....	13
Gambar 5.	Struktur senyawa Akrolein (a) struktur dua dimensi ; (b) struktur tiga dimensi (Kim <i>et al.</i> , 2015).....	21
Gambar 6.	Berbagai metode sintesis untuk produksi akrolein.....	23
Gambar 7.	Probabilitas bahan kimia yang dapat diproduksi dari Akrolein (Talebian-kiakalaieh <i>et al.</i> , 2014).....	25
Gambar 8.	Rangkaian peralatan Sonikasi jenis <i>cleaning bath</i>	32
Gambar 9.	Diagram alir proses degradasi gliserol menjadi Akrolein	34
Gambar 10.	<i>Crude</i> gliserol dari limbah biodiesel minyak kelapa (kiri) dan minyak jelantah (kanan)	35
Gambar 11.	Dua lapisan yang terbentuk pada <i>crude</i> gliserol setelah penambahan H_3PO_4	38
Gambar 12.	Larutan <i>crude</i> gliserol setelah penambahan karbon aktif dan penyaringan	39
Gambar 13.	Larutan gliserol setelah melalui tahap pemurnian	40
Gambar 14.	Mekanisme reaksi pembentukan akrolein dari gliserol melalui jalur reaksi ionik (atas) dan radikal bebas (bawah)	58
Gambar 15.	Dokumentasi proses pemurnian gliserol	65
Gambar 16.	Dokumentasi proses reaksi degradasi gliserol dengan gelombang ultrasonik.....	66
Gambar 17.	Dokumentasi proses analisa konversi gliserol menggunakan metode volumetri	67

DAFTAR GRAFIK

Grafik 1(a).	Pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 30 °C	43
Grafik 1(b).	Pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 40 °C	43
Grafik 1(c)	Pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 50 °C	44
Grafik 2 (a)	Hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$ (suhu 30 °C)	49
Grafik 2 (b)	Hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$ (suhu 40 °C)	50
Grafik 2 (c)	Hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$ (suhu 50 °C)	50
Grafik 3	Hubungan antara $\ln k$ dan $1/T(1000)$	51
Grafik 4(a).	Yield Akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu dan lama waktu sonikasi (suhu 30 °C)	53
Grafik 4(b).	Yield Akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu dan lama waktu sonikasi (suhu 40 °C)	55
Grafik 4(c).	Yield Akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu dan lama waktu sonikasi (suhu 30 °C)	55

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Dokumentasi dan gambar proses penelitian	65
Lampiran 2	Perhitungan rasio massa gliserol : air (1 : 8).....	68
Lampiran 3	Prosedur analisa konversi gliserol	69
Lampiran 4	Data hasil analisa konversi gliserol dengan metode volumetri	70
Lampiran 5	Perhitungan Yield Akrolein.....	71
Lampiran 6	Hasil Analisa GC.....	72
Lampiran 7	Perhitungan Konversi Gliserol	77

DAFTAR SINGKATAN

Singkatan	Arti/Kepanjangan
BM	Berat Molekul
J	Joule
NaOH	Natrium Hidroksida
H ₂ SO ₄	Asam Sulfat
H ₃ PO ₄	Asam Fosfat
GC	<i>Gas Chromatography</i>
p.a	<i>pro analysis</i>
TAG	<i>tri-asetil glycerol</i>
MTBG	<i>mono-tetrabutyl-glycerol</i>
DTBG	di-tetrabutyl-glycerol
HCl	Asam Klorida
KOH	Kalium Hidroksida
MONG	<i>matter of non-glycerol</i>
FFA	<i>free fatty acid</i>
KHz	kilo-hertz
K	Kelvin
atm	<i>atmosfer</i>
pH	<i>potensial hydrogen</i>
NaHPO ₄	Natrium Hidrofosfat

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Beberapa Negara di dunia telah merencanakan untuk meningkatkan kemampuan produksi biodiesel. Pada rencana tersebut, diperkirakan bahwa pasar biodiesel global akan secara dramatis meningkat menjadi 37 miliar gal pada tahun 2016 (Saxena *et al.*, 2009). Proses transesterifikasi dari pengolahan biodiesel menghasilkan metil ester (biodiesel) dan gliserol. Umumnya, 10% berat dari total proses produksi transesterifikasi adalah gliserol (Katryniok, Paul and Dumeignil, 2013) (Izquierdo *et al.*, 2012). Dengan demikian, perlu ada perhatian khusus terhadap pengolahan lebih lanjut terhadap gliserol yang dihasilkan oleh pabrik biodiesel.

Tersedianya gliserol yang cukup banyak dari hasil industri biodiesel merupakan peluang untuk dikembangkan lebih lanjut melalui cara-cara pengolahan gliserol melalui pemurnian. Menurut beberapa hasil studi, gliserol termasuk ke dalam 12 bahan kimia terpenting untuk di dunia (Werpy and Petersen, 2004). Pemanfaatan industri gliserol sebagai bahan kimia bernilai tambah, menarik banyak perhatian, tidak hanya karena surplus gliserol yang tersedia, tetapi juga karena gliserol aman untuk pangan, berkelanjutan, tidak beracun, dan mudah terurai secara hayati. Struktur multi fungsi dan karakteristik fisika-kimia dari gliserol,

mengarahkan gliserol pada berbagai aplikasi gliserol untuk berbagai jenis reaksi (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014).

Tiga bahan kimia bernilai tambah dan penting yang dapat diproduksi dari gliserol adalah 1,3-propanadiol, hidrogen, dan akrolein (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014). Akrolein adalah salah satu bahan kimia bernilai tinggi yang dapat diproduksi melalui konversi dari gliserol. Akrolein, yang memiliki banyak manfaat, juga dikenal sebagai aldehida 2-propenal atau akrilik yang merupakan aldehida tak jenuh yang paling sederhana (Fan, Burton and Zhou, 2010). Akrolein diproduksi melalui dehidrasi gliserol dengan adanya katalis. Berdasarkan kajian oleh (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014), akrolein sangat beracun, oleh karena itu, harus langsung diubah menjadi bahan kimia bernilai tambah lainnya seperti asam akrilat, yang digunakan untuk menghasilkan natrium poliakrilat, *Super Absorbent Polymer* (SAP), DL- Metionin, dll.

Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik, (BPS, 2003), menunjukkan bahwa pada tahun 2008 saja, Indonesia mengimpor akrolein sebesar 6.528.628 kg. Menurut prediksi dari Keliwulan dan Nugroho, (2011), tahun 2020 permintaan Akrolein akan mencapai 10.799.765 kg/tahun. Hal ini menunjukkan pentingnya penggunaan akrolein saat ini.

Proses konversi gliserol menjadi akrolein ini, tentu banyak menarik perhatian para peneliti untuk dikembangkan agar memperoleh nilai yang lebih tinggi. Terdapat beberapa metode yang digunakan oleh para peneliti untuk melakukan konversi gliserol menjadi akrolein, seperti *steam*

reforming, pirolisis, hidrotermal, dan hidrogenasi katalitik (Kalla, Sumarno, dan Mahfud, 2016).

Penelitian yang berkaitan dengan proses konversi gliserol seperti penjelasan sebelumnya masih memerlukan energi yang sangat besar dalam rangka mencapai kondisi temperatur dan tekanan tinggi. Untuk itu, perlu dicari alternatif teknologi konversi gliserol yang dapat mempercepat proses tetapi dengan energi lebih kecil. Teknologi yang bisa diterapkan adalah dengan melakukan proses degradasi gliserol menggunakan gelombang suara atau ultrasonik.

Beberapa peneliti telah menggunakan metode gelombang suara/ultrasonik untuk degradasi gliserol menjadi bahan organik, termasuk akrolein. Kalla, Sumarno dan Mahfud, (2016) melakukan konversi gliserol dengan degradasi menggunakan metode tanduk getar (ultrasonik) menggunakan katalis HZSM-5, dan dihasilkan produk berupa metanol. Selain itu juga, dengan metode yang sama digunakan katalis asam fosfat dan dihasilkan produk berupa metanol dan alil alkohol. Baril, Khosiin dan Sumarno (2014), menggunakan gelombang ultrasonik untuk konversi gliserol menggunakan katalis γ -alumina dan dihasilkan produk berupa metanol, alil alkohol, dan akrolein.

Berdasarkan dari latar belakang diatas, maka akan dilakukan penelitian untuk memanfaatkan gliserol yang berasal dari limbah biodiesel menjadi akrolein menggunakan gelombang suara.

A. Perumusan Masalah

Berdasarkan Latar Belakang tersebut, dapat dirumuskan masalah sebagai berikut :

- a. Berapa volume dan kadar gliserol dari sampel *crude* gliserol limbah biodiesel setelah melalui proses pemurnian ?
- b. Bagaimana studi kinetika reaksi pada proses degradasi gliserol menjadi akrolein dengan menggunakan gelombang suara ?
- c. Bagaimana kondisi optimum untuk memperoleh produk akrolein terbaik pada proses degradasi gliserol menggunakan gelombang suara ?

B. Batasan Masalah

Penelitian ini dimulai dengan mengetahui proses pemurnian gliserol yang berasal dari limbah biodiesel. Dalam penelitian ini dilakukan pemurnian limbah biodiesel yang berasal dari bahan baku minyak kelapa dan minyak jelantah. Penelitian dilanjutkan dengan melakukan proses degradasi gliserol menggunakan gliserol p.a bukan dari hasil pemurnian limbah biodiesel. Hasil reaksi kemudian dilanjutkan untuk beberapa analisa yaitu konversi gliserol, GC untuk yield akrolein, dan studi kinetika reaksi. Studi kinetika reaksi yang dilakukan pada penelitian ini diasumsikan mengikuti orde pertama. Penelitian dibatasi hingga analisa GC untuk mengetahui yield akrolein dan tidak dilakukan pemisahan akrolein dari senyawa lain.

C. Tujuan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan ini bertujuan untuk memecahkan masalah yang telah dirumuskan diatas, yaitu :

- a. Untuk mengetahui volume dan kadar gliserol dari sampel *crude* gliserol limbah biodiesel setelah melalui proses pemurnian.
- b. Untuk mempelajari studi kinetika reaksi pada proses degradasi gliserol menjadi akrolein dengan menggunakan gelombang suara.
- c. Untuk mengetahui kondisi optimum untuk memperoleh produk akrolein terbaik pada proses degradasi gliserol dengan menggunakan gelombang suara.

D. Manfaat Penelitian

Dalam ilmu pengetahuan, penelitian ini diharapkan mampu memperbanyak daftar referensi untuk pengetahuan mengenai konversi gliserol menjadi akrolein menggunakan gelombang suara, dan tentunya acuan bagi para peneliti untuk mengembangkan penelitian ini.

Bagi Industri, penelitian ini diharapkan menjadi referensi yang tepat bagi industri biodiesel untuk mampu mengolah limbah gliserolnya.

Bagi masyarakat, penelitian ini diharapkan dapat memberi informasi mengenai pemanfaatan limbah biodiesel (gliserol) menjadi bahan organik yang lebih bermanfaat, termasuk akrolein.

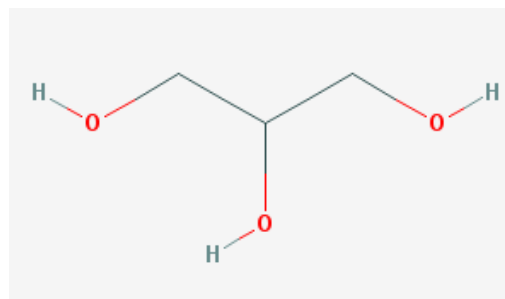
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

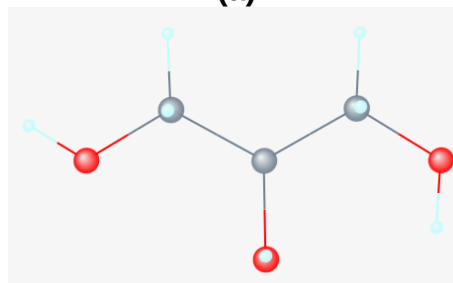
A. Gliserol

1. Definisi dan Tinjauan Umum Gliserol

Gliserol (1,2,3-propanetriol), merupakan senyawa tidak berwarna, tidak berbau dan merupakan cairan kental yang memiliki rasa manis (Pagliaro dan Rossi, 2008). Konfigurasi struktural gliserol menunjukkan tiga tulang belakang karbon dengan tiga gugus hidroksil, bertanggung jawab atas sifat higroskopik dan kelarutannya dalam air. Sifatnya yang sangat berkurang, membuat gliserol menjadi bahan baku yang sangat baik untuk produksi bahan kimia dan produk bernilai tambah (Vivek *et al.*, 2017).



(a)



(b)

Gambar 1. Struktur senyawa Gliserol (a) struktur dua dimensi ; (b) struktur tiga dimensi (Kim dkk, 2015)

Gliserol bersama asam karboksilat (biasa disebut asam lemak) diperoleh dari hidrolisis suatu lemak atau minyak. Lemak dan minyak adalah trigliserida, atau triasilgliserol, kedua istilah ini berarti triester dari gliserol. Kebanyakan lemak atau minyak yang terdapat dalam alam merupakan trigliserida campuran, artinya, ketiga bagian lemak dari gliserida itu tidaklah sama, seperti trigliserida dengan kombinasi banyak asam lemak seperti stearat, oleat. Sehingga apabila minyak dihidrolisis akan menghasilkan 3 molekul asam lemak rantai panjang dan 1 molekul gliserol (Mirzayanti, 2002).

Gliserol terdapat dalam bentuk campuran lemak hewan atau minyak tumbuhan. Gliserol jarang ditemukan dalam bentuk lemak bebas, tetapi biasanya terdapat sebagai trigliserida yang tercampur dengan bermacam-macam asam lemak, misalnya asam stearat, asam palmitat, asam laurat serta sebagian lemak. Beberapa minyak dari kelapa, kelapa sawit, kapok, lobak dan zaitun menghasilkan gliserol dalam jumlah yang lebih besar dari pada beberapa lemak hewan. Gliserol juga terdapat secara ilmiah sebagai trigliserida pada semua jenis hewan dan tumbuhan dalam bentuk lipida sebagai lesitin dan *chepalins*. (Fadliyani dan Atun, 2015).

Gliserol pertama kali ditemukan pada tahun 1779 oleh Scheel dari pemanasan minyak zaitun dan *litharge* yang kemudian mengekstraksinya dengan air. Dalam menguapkan air tersebut, Scheel mendapatkan cairan yang rasanya manis setelah dipekatkan didapatkan trihidroksi alkohol

(gliserol). Pada tahun 1846, Sobrero memproduksi nitrogliserin untuk pertama kali, dan pada tahun 1868 Nobel mengabsorpsi gliserol dalam kreselguhr dalam pembuatan dinamit. Pada tahun 1870 ditemukan metode untuk *recovery* gliserol dari cairan sabun (produk samping pembuatan sabun (*Spent Soap Lye*)) dan dari *direct splitting* lemak pada produksi asam-asam lemak. Sejak tahun 1949 karena permintaan gliserol yang semakin meningkat, gliserol di produksi sintetis dari *petrochemical hydrocarbons* yaitu *propylene* (Mirzayanti, 2002).

Gliserol tidak larut dalam hidrokarbon, namun larut dalam alkohol dan air dikarenakan oleh ketiga gugus hidroksilnya. Dengan mengendalikan kandungan air, gliserol dapat berubah menjadi senyawa yang sangat hidrofilik, dan mudah digunakan dalam lem atau zat adhesif lainnya (Gupta and Kumar, 2012). Sebagai tambahan, ketiga gugus hidroksil tersebut menyebabkan viskositas dan titik didih tinggi (563 K) untuk gliserol karena pembentukan jaringan hidrogen antar dan intra-molekul. Oleh karena itu, gliserol dapat digunakan dalam resin dan plastik sebagai pelembut dan juga untuk aplikasi farmasi sebagai pelumas karena karakter reologisnya. Selanjutnya, gliserol tidak beracun dapat digunakan dalam makanan, obat-obatan, dan bahan kosmetik karena memiliki rasa manis (da Silva, Mack and Contiero, 2009).

Gliserol banyak digunakan sebagai bahan kimia komoditas di berbagai industri sintesis, makanan dan farmasi kimia. Bentuk kasarnya dapat disuling untuk mendapatkan gliserol murni, namun biaya

penyulingan dan pemurnian relatif lebih tinggi daripada harga pasar, yang membuat prosesnya tidak ekonomis (Meher, Vidyasagar and Naik, 2006). Gliserol dengan biaya rendah sangat potensial untuk diaplikasikan secara komersial (lebih dari 2000) untuk polimer, eter, dan bahan bernilai lainnya (García, García-marín and Pires, 2010).

Dalam skala komersial, gliserol tersedia dalam tiga bentuk yang berbeda (Vivek *et al.*, 2017) :

- a. *Crude* Gliserol
- b. Gliserol yang dimurnikan
- c. Gliserol yang disintesis secara komersial

Meskipun demikian, gliserol dapat diproduksi melalui proses yang berbeda seperti (Vivek *et al.*, 2017) :

- a. Produksi asam lemak,
- b. Fermentasi mikroba,
- c. Pembuatan sabun,
- d. Produksi biodiesel, dan
- e. Sintesis oksida *Propylene*.

Selain itu, gliserol juga dapat diproduksi melalui fermentasi gula (glukosa dan fruktosa) dan industri konversi ligno-selulosa menjadi etanol. (Vivek *et al.*, 2017).

2. Manfaat Gliserol dan Produk Turunan Gliserol

Fungsi gliserol menyerupai perilaku reaktif hidrokarbon yang berasal dari turunan petrokimia. Oleh karena itu berbagai bahan kimia dan

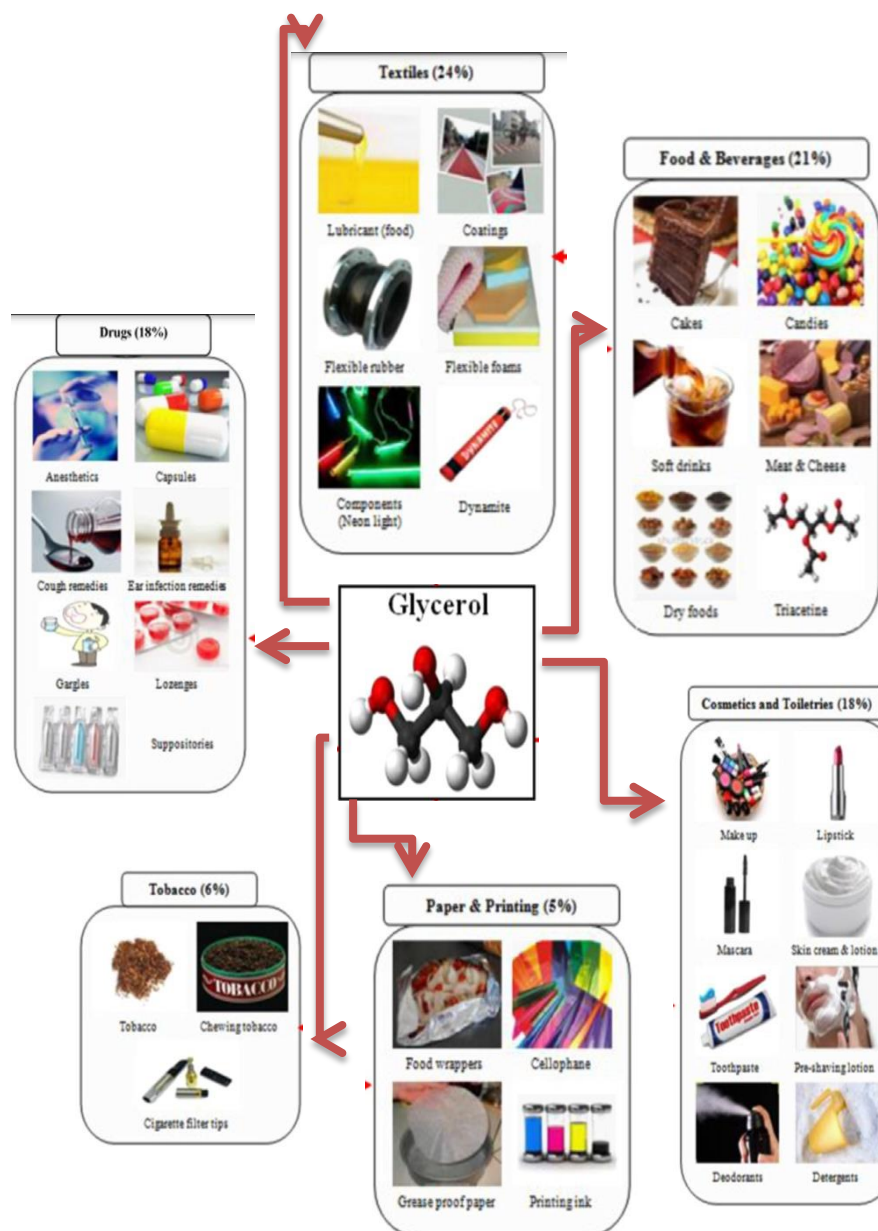
produk bernilai tambah dapat disintesis dari gliserol melalui berbagai reaksi kimia. Terutama gliserol digunakan dalam pembuatan kosmetik, sabun, resin, makanan, minuman, ester, polimer dan produk lainnya. Kemudian karena sifat reduksi tinggi yang ditemukan dalam gliserol oleh karakterisasi struktural dan fisiknya, membuat pabrik kilang minyak berbasis *bio* untuk memanfaatkan *crude* gliserol sebagai bahan baku baik dalam proses oksidasi atau reduksi untuk menghasilkan banyak bahan kimia seperti dihidroksi-aseton, asam mesoksat, gliseraldehida, asam gliserol, asam malonat, asam hidroksipiruvat, asam laktat, asam piruvat, propilen glikol, asam propionat, glikol, asam akrilat, propanol, isopropanol, aseton, propilena oksida, propionaldehida, alil alkohol, akrolein, asetol, dan gliserol karbonat dll (Luo *et al.*, 2016) (Santibáñez, Varnero and Bustamante, 2011)

Gliserol digunakan dalam pelembab, pemanis atau pengawet makanan dan minuman. Karena gliserol memiliki sifat non-toksik, hal ini membuat gliserol juga banyak digunakan dalam kosmetik dan peralatan mandi. Selain itu, gliserol juga digunakan di industri kertas dan percetakan untuk melembutkan dan mengurangi penyusutan selama pembuatan kertas. Di industri tembakau, gliserol digunakan untuk mencegah pecah dan hancur saat pemrosesan rokok, sekaligus juga menambahkan rasa pada tembakau (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014).

Gliserol dapat digunakan dalam resin dan plastik sebagai pelembut dan juga untuk aplikasi farmasi sebagai pelumas karena karakteristik

reologisnya. Selanjutnya, gliserol tidak beracun dapat digunakan dalam makanan, obat-obatan, dan bahan kosmetik karena memiliki rasa manis (da Silva, Mack and Contiero, 2009)

Distribusi aplikasi gliserol secara umum dapat diilustrasikan pada gambar 2. berikut :

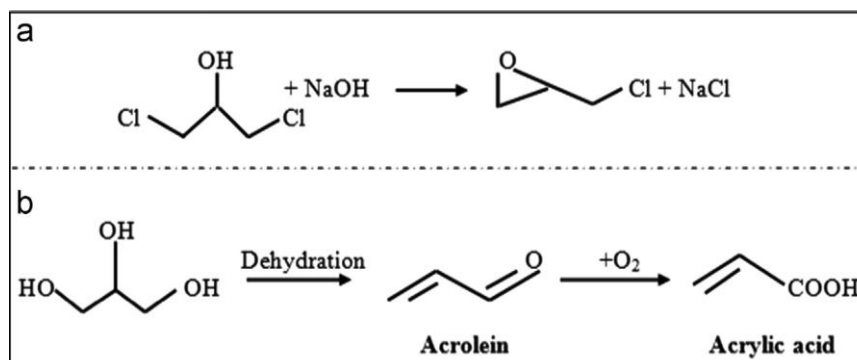


Gambar 2. Distribusi Aplikasi Gliserol (Talebian-kiakalaieh et al., 2014)

Berdasarkan kajian oleh Talebian-kiakalaieh dkk. (2014), ada tiga kategori yang mungkin untuk aplikasi industri gliserol (skala besar) :

a. Hidroklorinasi

Yang pertama adalah pemanfaatan gliserol untuk mendapatkan bahan kimia halus seperti hidroklorinasi gliserol untuk kloramida, zat antara penting untuk produksi epikloridrin. Reaksi ini selektif untuk menghasilkan 1,3-diklorohidrin. Produknya adalah campuran 1,3- dan 1,2-diklorohidrin (70% - 30%). Penambahan gliserol adalah keuntungan utama proses ini karena 1,3-diklorohidrin lebih reaktif dari 1,2-diklorohidrin. Proses konvensional untuk produksi asam akrilat adalah dua tahap propena oksidasi dengan katalis yang berbeda. Namun dalam pendekatan baru gliserol, alih-alih propena digunakan, yang lebih ekonomis dibandingkan dengan metode konvensional berbasis minyak bumi. Gambar 3(a) mengilustrasikan langkah-langkah reaksi terkait. Gambar 3(b) menunjukkan reaksi dua langkah untuk dehidrasi gliserol menjadi akrolein diikuti oleh oksidasi untuk produksi asam akrilat.



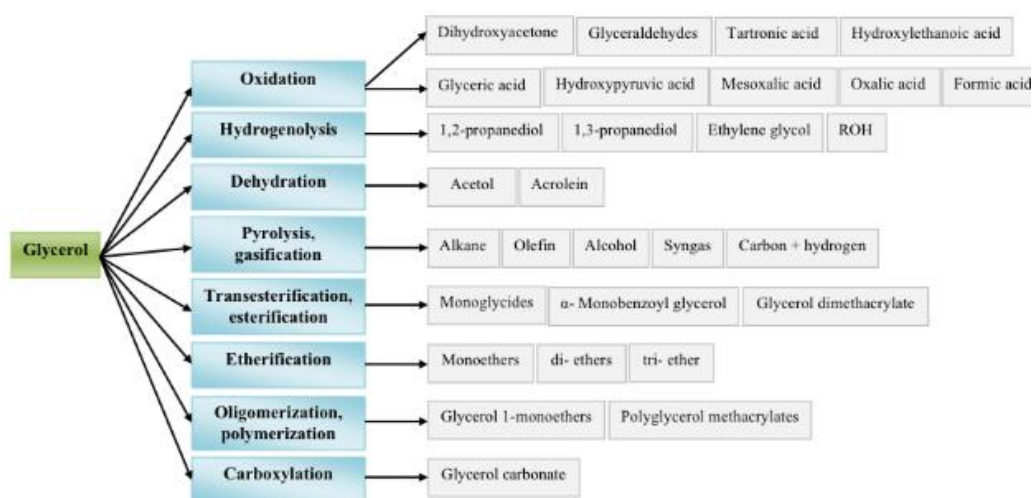
Gambar 3. (a) Hidroklorinasi gliserol untuk produksi klorohidrin dan (b) reaksi dua langkah produksi asam akrolein dan akrilat (Santacesaria et al., 2012)

b. Produksi Aditif Teroksigenasi

Kategori lainnya adalah produksi aditif beroksigen untuk bahan bakar dari gliserol seperti ester (triasetin), eter (gliserol isobutyleter), ketal, dan asetal. Eterifikasi gliserol untuk produksi campuran etil gliserin dan tri-butyl dari gliserin (h-GTBE) adalah reaksi yang paling menjanjikan karena merupakan aditif baru untuk bensin dan h-GTBE dapat meningkatkan bilangan oktan dan menurunkan titik tuang dan titik kabut serta juga viskositas diesel.

c. Aplikasi industri gliserol lainnya

Termasuk (1) halogenasi pada epikloridrin, yang merupakan intermediate signifikan untuk resin epoksi (dikomersialisasikan oleh Solvay di Prancis pada tahun 2007). Selain itu, (2) produksi *syn*-gas dengan katalis Pt-Rh. Terdapat pula, (3) produksi alkana dan metanol oleh proses Fischer Tropsch (industri oleh Bio MCN dengan kapasitas 200 kJ/tahun Belanda);



Gambar 4. Proses Konversi Produk Turunan Gliserol (Talebian-kiakalaieh et al., 2014)

Berikut adalah rangkuman oleh Vivek *et al.*, (2017) mengenai daftar senyawa penting yang dapat dihasilkan dari *crude* gliserol melalui proses metabolisme biokimia :

Tabel 1. Daftar senyawa penting yang dapat dihasilkan dari *crude* gliserol

Asam Organik	Nama Senyawa	Asam Suksinat
	Proses Pembuatan	Produksi di bawah kondisi anaerob menggunakan <i>Anaerobiospirillum succiniciproducens</i> oleh strategi <i>Fed-batch</i> dengan penambahan gliserol dan ragi ekstrak intermiten
	Manfaat	Digunakan sebagai substrat untuk berbagai komoditas dan bahan kimia khusus seperti asam adipat, 1,4-butanadiol, tetrahidrofuran, N-metil pirolidinon, garam suksinat, poliuretan gamma-butilokonon, makanan dan minuman, resin, pelapis dan pigmen, peliat, farmasi, solusi de-icer, PBS/PBST, pelarut dan pelumas, perawatan pribadi
	Nama Senyawa	Asam Sitrat
	Proses Pembuatan	Produksi asam sitrat, mengikuti jalur glikolitik ketika gliserol diubah menjadi gliserol-3-fosfat oleh gliserol kinase dan isomerisasi dihidroksi-aseton perantara diubah menjadi asam sitrat dan lipida penyimpanan, <i>key-enzim</i> yang bertanggung jawab untuk produksi adalah gliserol kinase.
	Manfaat	Banyak digunakan sebagai bahan pengawet dalam makanan dan minuman serta dalam sintesis kimia, medis, metalurgi dan tekstil industri, agen pengkelat dan sebagai bahan tambahan pada surfaktan dan deterjen.
	Nama Senyawa	Asam Propionat
	Proses Pembuatan	Asam propionat diproduksi saat glukosa dan gliserol digunakan sebagai substrat individu, dengan bobot kering sel yang lebih tinggi dalam fermentasi glukosa dan tingkat produksi yang lebih tinggi ketika gliserol digunakan sebagai substrat..

	Manfaat	Sebagai bahan dalam termoplastik, obat anti-reumatik, aktivitas penghambatan terhadap jamur, zat antijamur dalam makanan dan pakan, parfum, aroma turunan buatan, pelarut, herbisida, plastik selulosa dan produksi vitamin E.
	Nama Senyawa	Asam Laktat
	Proses Pembuatan	Sintesis asam laktat dengan hasil lebih tinggi menggunakan gliserol sebagai sumber karbon tunggal, menggunakan natrium hidroksida sebagai katalis dalam mode umpan-batch dengan inlet umpan 1,1 M gliserol. Suhu reaktor dipertahankan pada 300 °C menghasilkan 82% asam laktat dengan laju konversi gliserol sebesar 93%.
	Manfaat	Asam laktat dikenal dengan turunannya seperti asam akrilat, 2,3-pentanedione, <i>biodegradable</i> dan produksi asam laktat polo-kompatibel, yang dapat ditemukan pada aplikasi industri makanan, kosmetik dan obat-obatan.
	Nama Senyawa	Asam Gliserat
	Proses Pembuatan	Biokonversi gliserol menjadi asam gliserin adalah reaksi dua langkah, dimana alkohol dehidrogenase (adhAB) mengoksidasi gliserol menjadi gliseraldehida dan asam gliserin.
	Manfaat	Ditemukan secara alamiah pada tumbuhan sebagai komponen konstituen fito-kimia dan berfungsi dalam berbagai aktivitas biologis tumbuhan.
Mono dan Diol	Nama Senyawa	1,3-Propanadienol
	Proses Pembuatan	Melalui proses fermentasi menggunakan substrat gliserol.
	Manfaat	Terkenal dengan banyak aplikasi dalam kosmetik, pelarut, perekat, deterjen, dan resin. Baru-baru ini, monomer ini telah mendapat banyak perhatian dalam produksi <i>polyester polytrimethylene terephthalate</i> , yang memiliki aplikasi signifikan pada industri permadani

	Nama Senyawa	2,3-Butanadienol
	Proses Pembuatan	Disimilasi oksidatif gliserol diawali oleh gen DHAD gliserol dehidrogenase yang menghasilkan dihidroksi-aeton, bahwa pada oksidasi sekuensial menghasilkan 2 molekul piruvat. Asetolaktat-sintase (ALS) mengoksidasi piruvat menjadi a-asetolaktat, selanjutnya asetolaktat dekarboksilase (ALDC) memediasi produksi acetoin dan NADA tergantung <i>acetoin reductase</i> (ACR) mengkatalisis laju penurunan degradasi asetat menjadi 2,3-butanadiol.
	Manfaat	Berbagai aplikasi dalam industri makanan, farmasi, kosmetik dan polimer.
Lipid	Nama Senyawa	Berbagai senyawa lipid (contoh : asam lemak)
	Proses Pembuatan	Produksi TAG yang efektif dari gliserol mentah dengan metode kultur berkelanjutan dan menghasilkan lipid 24,2 g/L dengan produktivitas 0,43 g/L /jam (yang paling tinggi di antara produksi lipid yang diperoleh dari ragi).
	Manfaat	Lipid banyak digunakan untuk industri minyak dan kebutuhan rumah tangga

Selain itu, berdasarkan rangkuman oleh Prasetyo, Widhi dan Widayat (2012), berbagai jenis produk senyawa turunan gliserol dapat dihasilkan oleh gliserol melalui berbagai proses, seperti pada tabel berikut ini :

Tabel 2. Produk senyawa turunan gliserol beserta proses dan manfaatnya

No	Produk Turunan Gliserol	Proses Pembuatan	Manfaat
1	Gliserol Tri-Heptanoat	Reaksi esterifikasi antara gliserol dengan asam heptanoat	<i>Plasticizer</i> yang ramah lingkungan dengan kelebihan bebas pthalat dan mudah dilelehkan, penguapan rendah, dan merupakan transisi gelas

2	Gliserol Mono-Stearat	Dihasilkan dari reaksi esterifikasi antara gliserol dengan asam stearat	Untuk surfaktan non-ionik pada industri oleokimia, digunakan dalam shampoo sebagai <i>pearlizing agent</i> , <i>emulsifier</i> dan <i>lotion</i> , dan dalam industri makanan (<i>ice cream</i> , <i>butter</i> , dll) sebagai <i>opacifier</i>
3	Lesitin	Dilakukan dengan reaksi esterifikasi-enzimatis antara gliserol dan asam laurat dengan katalis lipase dari biji wijen (<i>Sesamum indicum L.</i>) yang menghasilkan dilaurin	Lesitin terdapat secara alami pada kedelai dan merupakan senyawa yang dapat beragregasi membentuk suatu struktur sistem pembawa yang disebut liposom dan berguna pada penghantaran bahan-bahan aktif pada obat, makanan dan kosmetika.
4	TTBG (Tri-Tetrabutyl Gliserol)	Reaksi esterifikasi antara gliserol dengan tetra-butyl alkohol dimana akan dihasilkan tahapan reaksi MTBG, DTBG, TTBG	Dapat dijadikan bahan aditif untuk biodiesel sendiri agar jumlah gas CO dan partikel emisi dapat berkurang dengan terjadinya pembakaran yang lebih sempurna
5	Mono-Oleat Gliserida	Proses esterifikasi antara gliserol dengan asam lemak (asam oleat). Dengan mereaksikan 9 gr gliserol dengan 4,5 gr asam oleat, dilakukan dengan pemutaran stirrer 800 rpm dalam temperature 900 °C	Kegunaan spesifik dari gliserol mono oleat dalam dunia industri makanan adalah sebagai <i>emulsifier</i> lipofilik untuk aplikasi air dalam minyak, <i>antifoam</i> dalam pengolahan jus, dan <i>flavouring agent</i> .

6	TAG (Tri-Asetil Gliserol) / Tri-Asetin	<i>Triacetin</i> dapat diproduksi dari reaksi gliserol dan asam asetat menggunakan katalisator.	Dapat dijadikan <i>additive</i> pada biodiesel sendiri dan dipakai dalam industri kosmetik.
7	GTB (Gliserol Tri-Benzoic) / Tri-Benzoin	Dengan mereaksikan gliserol dengan gugus benzoat secara (trans) esterifikasi.	Digunakan untuk aplikasi bahan <i>plasticizer</i> untuk industri polimer, bahan tambahan pada makanan, bahan anti air pada tinta printer, bahan pada pewarna kuku dan untuk tambahan <i>citrus oil</i> .
8	Gliserol Ester Maleat Rosin	(1) Metode pertama yaitu rosin, gliserol dan asam maleat direaksikan bersama; (2) Metode kedua yaitu rosin direaksikan pertama dengan asam maleat untuk memproduksi <i>adduct</i> kemudian diesterifikasikan dengan gliserol, dan (3) Metode ketiga yaitu mereaksikan asam maleat dengan gliserol kemudian diikuti oleh penambahan rosin.	Secara ekstensif dapat digunakan pada cat termoplastik untuk jalan, perekat tahan panas, cat dan formulasi tinta cetak.

3. Gliserol dari Hasil Produksi Biodiesel

Gliserol yang biasa dikenal sebagai gliserin adalah produk samping utama yang diperoleh selama reaksi transesterifikasi untuk produksi biodiesel. Dalam reaksi transesterifikasi, minyak atau lemak pada reaksi dengan alkohol (etanol atau metanol), dengan adanya katalis alkali

(kalium hidroksida atau natrium hidroksida), membuka gugus asam lemak rantai panjang, untuk membentuk metil/etil ester, kemudian memisahkan tulang belakang gliserol asam lemak rantai panjang sebagai *crude* gliserin (Meher, Vidyasagar and Naik, 2006).

Banyak peneliti telah mendemonstrasikan bahwa gliserol, sebagai produk hasil samping dapat menurunkan biaya produksi biodiesel (B100) setengah dari 0,63 menjadi 0,35 dolar AS per liter (Tyson *et al.*, 2004). Dengan harga produksi biodiesel untuk beberapa tahun ke depan, (Pada tahun 2008 sebanyak 7,8 dan 2,3 juta ton biodiesel dan masing-masing untuk menggandakan produksi pada tahun 2012 (Tyson *et al.*, 2004)). Selain itu, diperkirakan pasar biodiesel global akan secara dramatis meningkat menjadi 37 miliar gal pada tahun 2016 (Saxena *et al.*, 2009)), maka diperlukan perhatian khusus untuk pengolahan lebih lanjut terhadap gliserol yang dihasilkan oleh pabrik biodiesel.

Rasio *crude* gliserol terhadap biodiesel adalah 1 : 10 untuk setiap 10 kg biodiesel, yang menghasilkan *crude* gliserin yang dihasilkan sebanyak 1 kg. Fase *crude* gliserol yang terletak di bagian bawah tangki produksi, dapat dengan mudah dipisahkan dari biodiesel. Karena bentuk kasarnya, konsentrasi gliserol bervariasi dari (70% - 98%) dan yang tersisa adalah zat pengotor termasuk metil ester asam lemak, asam lemak, metanol, air, sabun dan kadar abu. Berdasarkan kekentalan viskositas *crude* gliserin yang bervariasi (berkisar antara 15 dan 1213 mpa. s, dan densitas 1,01-1,2 g/cm³), ditemukan bahwa nilai tersebut

kurang dari gliserol murni ($1,31 \text{ g/cm}^3$) (Tan, Abdul Aziz and Aroua, 2013).

Berdasarkan kajian oleh Talebian-kiakalaieh *et al.* (2014) kemurnian gliserol adalah kunci utama untuk aplikasi industri. Secara konvensional, pabrik industri biodiesel menggunakan katalis asam homogen (H_2SO_4 , HCl) dan alkali (NaOH , KOH). Dengan demikian, gliserol yang dihasilkan oleh proses konvensional, dapat mencakup produk lain seperti metanol, air, katalis residu, asam lemak bebas, mono, di, dan tri gliserida yang tidak bereaksi, metil ester dan berbagai senyawa organik dan anorganik (bahan organik non gliserol (MONG)). Dengan demikian, gliserol berkualitas rendah memerlukan pengolahan, yang mencakup netralisasi oleh asam fosfat (H_3PO_4) atau daur ulang untuk menghilangkan kelebihan metanol, katalis dan sabun. Selain itu, residu metanol dapat dihilangkan dengan penguapan setelah asidilasi dan pemisahan FFA, meskipun kandungan metanol residual dapat menghasilkan limbah berbahaya.

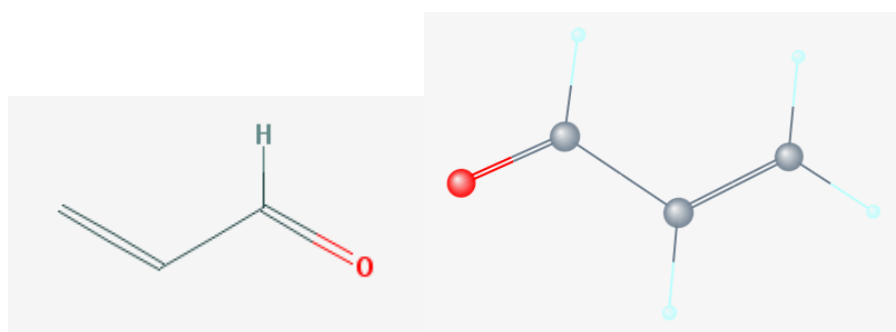
Tersedianya gliserol yang cukup banyak merupakan peluang untuk dikembangkan lebih lanjut melalui cara-cara pengolahan gliserol. Untuk itu, diperlukan upaya lebih lanjut sehingga gliserol hasil samping pembuatan biodiesel dapat dimanfaatkan kembali. Salah satu cara adalah dengan mendegradasi gliserol tersebut menjadi produk-produk kimia lain. Manfaat yang bisa diperoleh selain meningkatkan nilai jual gliserol adalah memungkinkannya keuntungan lain yang diperoleh dari industri biodiesel

sehingga harga minyak diesel nabati menjadi lebih murah. Proses degradasi gliserol merupakan suatu proses pemecahan molekul kompleks menjadi molekul-molekul yang lebih sederhana. Beberapa penelitian yang telah dilakukan untuk melakukan untuk mentransformasi gliserol menjadi bahan kimia lain melalui berbagai macam metode telah banyak dilaporkan (Sulaeman, 2012).

B. Akrolein

1. Definisi dan Tinjauan Umum Akrolein

Akrolein juga dikenal sebagai aldehida 2-propenal atau akrilik yang merupakan aldehida tak jenuh yang paling sederhana (Fan, Burton and Zhou, 2010). Menurut Talebian-kiakalaieh *et al.* (2014), Akrolein diproduksi dengan dehidrasi gliserol dengan adanya katalis. Akrolein masuk ke dalam tiga bahan kimia nilai tambah terpenting, yang dapat diproduksi dari gliserol, selain dari 1,3-propanadiol dan hidrogen.



Gambar 5. Struktur senyawa Akrolein (a) struktur dua dimensi ; (b) struktur tiga dimensi (Kim *et al.*, 2015)

Akrolein merupakan senyawa *intermediate* pada proses pembuatan polimer, dan dalam proses produksi produk lain, seperti asam akrilat, *methionine*, *methionin hidroxy*, *guraldehyde* dan sintesis asam

amino. Akrolein merupakan salah satu produk industri kimia yang saat ini semakin dibutuhkan. Penggunaan produk akrolein dalam dunia perindustrian sangat luas misalnya pada proses pembuatan polimer seperti pembuatan zat-zat organik, pembuatan sintetik resin, atau sebagai bahan pengawet minyak dan lemak (Keliwulan dan Nugroho, 2011).

Kebutuhan Indonesia akan akrolein saat ini masih sangat tinggi, terlebih tidak adanya produsen dalam negeri. Berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik, (BPS, 2003), menunjukkan bahwa pada tahun 2008 saja, Indonesia mengimpor akrolein sebesar 6.528.628 kg. Menurut prediksi dari Keliwulan dan Nugroho, (2011), tahun 2020 permintaan akrolein akan mencapai 10.799.765 kg/tahun. Hal ini menunjukkan pentingnya penggunaan akrolein saat ini.

Berdasarkan kajian oleh Keliwulan dan Nugroho, (2011) ada beberapa proses umum yang dapat dilakukan untuk menghasilkan akrolein yaitu :

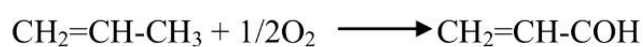
1) Proses β - Propiolactone

Proses pembuatan akrolein dengan mereaksikan ketena dan formaldehida menghasilkan laktina yang kemudian menjadi akrolein



(1) (McKetta, 1993)

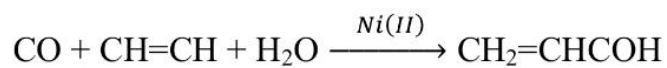
2) Proses Oksidasi Propena



(2) (McKetta, 1993)

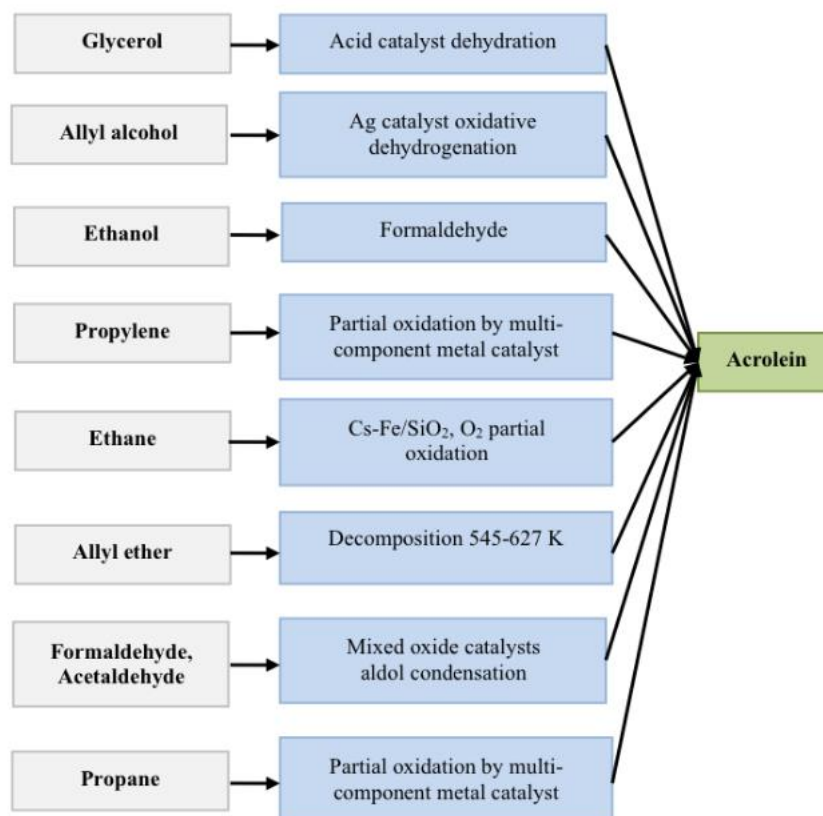
3) Proses Karbonilasi Asetilena

Pembuatan akrolein dilakukan dengan cara mereaksikan nikel karbonil dengan asetilena dan air atau alkohol kemudian menambahkan 60% - 80% karbon monoksida. Reaksinya :



(3) (McKetta, 1993)

Berikut ditampilkan proses-proses produksi akrolein melalui konversi dari berbagai jenis senyawa (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014) :

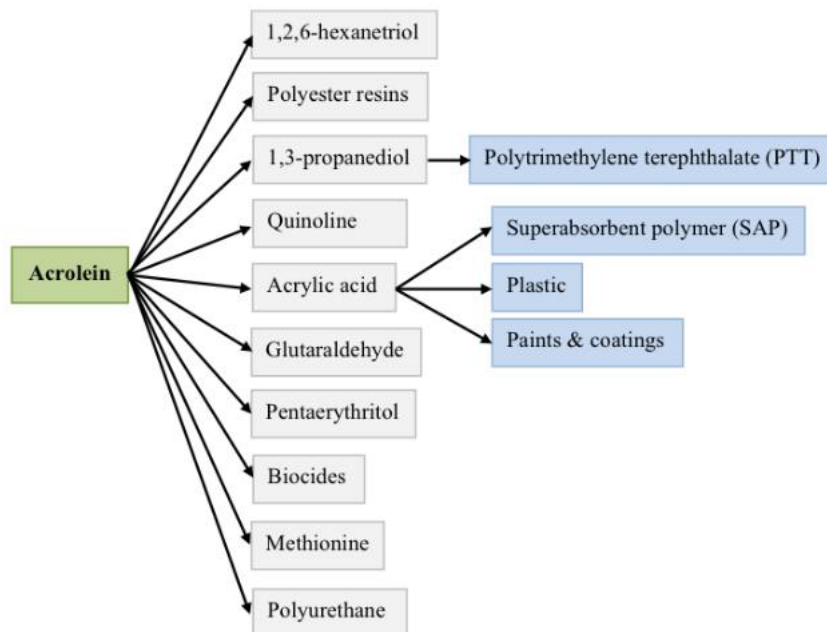


Gambar 6. Berbagai metode sintesis untuk produksi akrolein (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014)

2. Manfaat Akrolein

Berdasarkan review oleh Talebian-kiakalaieh *et al.* (2014), akrolein sangat beracun, oleh karena itu, harus langsung diubah menjadi bahan kimia bernilai tambah lainnya seperti asam akrilat, yang digunakan untuk menghasilkan natrium poliakrilat. Poliakrilat adalah *Super Absorbent Polymer* (SAP) yang digunakan untuk produk kebersihan seperti popok. Aplikasi akrolein lainnya adalah dalam produksi DL-Metionin dari 3-metiltio-propionaldehida sebagai perantara. DL-Metionin meningkatkan pertumbuhan hewan dan karenanya banyak digunakan dalam produksi daging.

Gambar 7. mengilustrasikan semua bahan kimia yang dapat dihasilkan dari akrolein. 1,3-Propanediol memiliki aplikasi penting seperti polimer balistik transparan. Akrolein juga digunakan pada teknologi *polymerisa life-saving* untuk anggota peperangan, dan juga digunakan pada lensa mata tahan kaca impact. *Polytrimethylene terephthalate* (PTT) adalah bahan bernilai lainnya yang bisa diproduksi dari akrolein. PTT banyak digunakan di industri karpet dan tekstil (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014).



Gambar 7. Probabilitas bahan kimia yang dapat diproduksi dari Akrolein (Talebian-kiakalaieh et al., 2014).

C. Gelombang Ultrasonik

Gelombang ultrasonik merupakan gelombang suara dengan frekuensi di atas 20 kHz. Jika gelombang ultrasonik merambat dalam suatu medium, maka partikel medium mengalami perpindahan energi. Besarnya energi gelombang ultrasonik yang dimiliki partikel medium adalah jumlah energi potensial (Joule) dan energi kinetik (Joule). Gelombang ultrasonik mempunyai sifat memantul, diteruskan dan diserap oleh suatu medium.

Sonikasi merupakan aplikasi dari penggunaan energi suara untuk mengaduk partikel dalam suatu sampel dengan tujuan yang bermacam-macam. Sonikasi dapat digunakan untuk mempercepat pelarutan suatu materi dengan memecah reaksi intermolekuler, sehingga terbentuk

partikel berukuran nano. Sonikasi berarti memberi perlakuan ultrasonik pada suatu bahan dengan kondisi tertentu, sehingga bahan tersebut mengalami reaksi kimia akibat perlakuan tersebut. Metode ini termasuk jenis metode *top down* dalam pembuatan material nano. Prosesnya dengan cara menggunakan gelombang ultrasonik dengan rentang frekuensi 20 KHz - 10 MHz yang ditembakkan ke dalam medium cair untuk menghasilkan gelembung kavitas yang dapat membuat partikel memiliki diameter dalam skala nano (Putri dan Sudiyo, 2012)

Gelombang ultrasonik bila berada di dalam medium cair akan dapat menimbulkan kavitas akustik. Selama proses kavitas akan terjadi *bubble collapse* (ketidakstabilan gelembung), yaitu pecahnya gelembung kecil akibat suara. Akibatnya akan terjadi peristiwa *hotspot* yang melibatkan energi yang sangat tinggi. *Hotspot* adalah pemanasan lokal yang sangat intens yaitu sekitar 5000 K dengan tekanan sekitar 1000 atm, laju pemanasan dan pendinginannya bisa sangat cepat yaitu 10¹⁰ K/s (Suslick and Price, 1999).

Efek termal merupakan absorpsi energi gelombang ultrasonik yang menyebabkan suhu medium meningkat. Besar absorpsi energi gelombang ultrasonik ini tergantung pada viskositas, massa jenis, dan impedansi medium, serta frekuensi gelombang yang diberikan. Gelombang ultrasonik yang melalui medium juga mengalami pengurangan energi, karena sebagian energinya diabsorpsi oleh medium akibatnya suhu medium meningkat.

Kavitasi adalah salah satu efek akibat adanya gelombang ultrasonik di dalam cairan. Jika pada cairan diradiasikan gelombang ultrasonik maka tekanan cairan tersebut akan bertambah pada saat gelombang ultrasonik mempunyai amplitude positif dan akan berkurang pada saat amplitude negatif. Akibat perubahan tekanan ini maka gelembung-gelembung gas yang biasanya ada dalam cairan akan terkompresi pada saat tekanan cairan naik dan tereksansi pada saat tekanan turun (Putri dan Sudiyo, 2012).

Pemberian gelombang ultrasonik pada suatu larutan menyebabkan molekul-molekul yang terkandung di dalam larutan berosilasi terhadap posisi rata-ratanya. Larutan akan mengalami regangan dan rapatan. Ketika energi yang diberikan oleh gelombang ultrasonik ini cukup besar, regangan gelombang bisa memecah ikatan antar molekul larutan, dan molekul larutan yang terpecah ikatannya ini akan memerangkap gas-gas yang terlarut didalam larutan ketika timbul rapatan kembali. Akibatnya timbul bola-bola berongga atau gelembung-gelembung yang berisi gas yang terperangkap, yang dikenal dengan efek kavitasi. Gelembung-gelembung ini bisa memiliki diameter yang membesar hingga ukuran maksimumnya, kemudian berkonstraksi, mengecil sehingga berkurang volumenya, bahkan beberapa hingga menghilang seluruhnya (Cobley *et al.*, 2002).

Efek ultrasonik pada polimer adalah pemutusan dan pembentukan ikatan, sehingga memungkinkan terjadi perubahan struktur. Dalam proses

kavitasi terbentuk gelembung yang berasal dari salah satu fasa yang didispersikan dalam fasa yang lain. Pada proses sonikasi terjadi siklus perendaman gelombang dimana terjadi penurunan energi mekanik terhadap waktu dan resonansi. Hal inilah yang menyebabkan nanopartikel yang terkungkung di dalamnya dapat juga terpisah satu sama lain sehingga didapatkan nanosfer dengan ukuran kecil.

Salah satu manfaat metode ultrasonik adalah untuk mempercepat proses. Hal ini dibuktikan dengan ekstraksi pati jagung yang menyebutkan rendemen pati jagung yang didapat dari proses ultrasonik selama 2 menit adalah sekitar 55,2% - 67,8% hampir sama dengan rendemen yang didapat dari pemanasan dengan air selama 1 jam yaitu 53,4%. Dengan penggunaan ultrasonik proses reaksi senyawa organik pada tanaman dan biji-bijian dengan menggunakan pelarut organik dapat berlangsung lebih cepat. Dinding sel dari bahan dipecah dengan getaran ultrasonik sehingga kandungan yang ada didalamnya dapat keluar dengan mudah.

Penelitian oleh Sugiarto dkk., (2014), bahwa proses *pretreatment* metode ultasonifikasi pada ligniselulosa dari pelepah sawit, dapat menghasilkan selulosa yang lebih tinggi dengan partikel berukuran nano sehingga didapatkan rendemen etanol pelepah sawit yang lebih tinggi. Hal tersebut dapat dibandingkan bahwa sampel sebelum *pretreatment* memiliki ukuran partikel 70 μm , dimana lignin masih mengikat selulosa sedangkan setelah proses *pretreatment* didapatkan ukuran partikel 100 nm - 380 nm, dimana lignin telah terdegradasi.

Penelitian lain oleh Pingmei Guo *et al.* (2013), bahwa peningkatan yield pada 4-Methoxy cinnamoyl glycerol (4MCG) melalui Metode enzimatik yang menggunakan *pretreatment* ultrasonik jelas lebih unggul dari pengadukan mekanis untuk metode enzimatik dan metode kimia dalam hal hasil konversi. Tingkat reaksi esterifikasi keseluruhan dalam proses *pretreatment* ultrasonik di atas 1,5 kali lipat seperti pada proses pengadukan mekanis setelah reaksi 24 jam, dan proses tersebut pada dasarnya tidak merusak aktivitas lipase. Protokol yang ringan, nyaman dan lebih baik untuk pembuatan 4MCG yang dipromosikan secara ultrasonik, berpotensi dieksplorasi untuk sintesis gliserol *cinnamoyl*.

Teknologi ini juga tentunya dapat diterapkan proses degradasi gliserol menggunakan gelombang ultrasonik. Penggunaan teknologi sonokimia dapat menjadi salah satu alternatif, dimana gelombang ultrasonik dari proses sonokimia dapat menjadi pereaksi yang ekstrim yang memungkinkan untuk mendegradasi senyawa gliserol menjadi berbagai senyawa lain yang memiliki nilai ekonomi yang tinggi.

D. Penelitian Terdahulu

Berdasarkan kajian yang telah dilakukan, berikut adalah penelitian terkait mengenai konversi gliserol menjadi produk akrolein (dan produk lainnya) pada berbagai metode.

Tabel 3. Penelitian Terdahulu Konversi Gliserol menjadi Produk Akrolein (dan produk lain)

Peneliti dan Tahun	Metode	Katalis yang digunakan	Produk dan Yield	Kondisi Optimum
(Kalla, Sumarno dan Mahfud, 2016)	Tanduk Getar (ultrasonik)	HZSM-5	Metanol 47,6 %	Waktu sonikasi 90 menit
(Kalla, Sumarno dan Mahfud, 2016)	Tanduk Getar (ultrasonik)	H ₃ PO ₄	Akrolein dll. 92,50 %	Waktu sonikasi 90 menit ; Suhu sonikasi 50 °C
(Hidayah, 2017)	Ultrasonik	H ₃ PO ₄	Metanol 55,08%	Waktu sonikasi 20 menit ; Suhu sonikasi 50 °C ; katalis H ₃ PO ₄ 1%
(Baril, Khosiin dan Sumarno, 2014)	Ultrasonik	γ-Al ₂ O ₃	Yield akrolein tertinggi sebesar 18,878 %	Waktu sonikasi 30 menit ; Suhu sonikasi 30 °C
(Kalla, Sumarno dan Mahfud, 2015)	Ultrasonik	γ-Al ₂ O ₃	Akrolein, metanol dan alil alcohol : 2.92%-59.95%	Waktu sonikasi 90 menit ; Suhu sonikasi 50-70 °C
(Ulfah dan Sofianti, 2014)	Dehidrasi pada fase gas	Katalis Zeolit	Yield Akrolein 7,66 %	Temperatur 350 °C dan Laju nitrogen 35 ml/mnt
(Damayanti, Zulfita dan Qadariyah, 2008)	Dehidrasi pada fase cair dan fase gas	Katalis HZSM-5 dan γ-alumina	Yield acrolein tertinggi dicapai sebesar 0,608 %	Pada fase cair suhu 250 °C

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Pendekatan penelitian

Penelitian ini dilakukan secara eksperimen menggunakan alat ultrasonik dengan metode *batch* melalui variabel suhu dan waktu sonikasi untuk mendapatkan data-data yaitu, konversi gliserol dan yield Akrolein yang dihasilkan dengan dianalisa menggunakan GC (*Gas Chromatography*).

B. Lokasi dan Waktu penelitian

1. Lokasi Penelitian

Laboratorium Limbah, Fakultas Teknologi Industri, Universitas Muslim Indonesia.

2. Waktu pelaksanaan

Pelaksanaan penelitian selama ± 2 (dua) bulan antara 30 Februari – 21 April 2018.

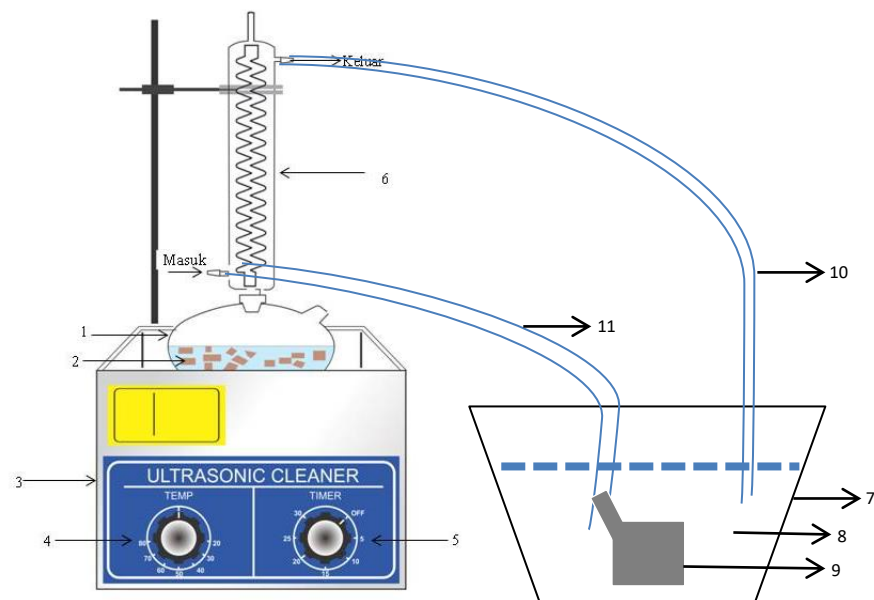
C. Alat dan Bahan

1. Bahan

Bahan utama dalam penelitian ini adalah Limbah Biodiesel hasil proses trans-esterifikasi, gliserol p.a., akuades, Asam Sulfat, HCl, NaOH, indikator PP, natrium metaperiodat, etilen glikol, karbon aktif, dan asam fosfat.

2. Alat

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat reaktor sonikasi yang dilengkapi dengan pembangkit gelombang ultrasonik, *magnetic stirrer*, *hotplate* pemanas, kondensor, pompa kondensor, lemari pendingin, freezer, termometer, dan seperangkat peralatan gelas laboratorium.



Gambar 8. Rangkaian peralatan Sonikasi jenis *cleaning bath*

Keterangan gambar:

1. Labu alas plat leher tiga
2. Bahan dan pelarut
3. Sonikator
4. Pengatur Temperatur
5. Pengatur Waktu
6. Kondensor
7. Wadah air
8. Air
9. Pompa
10. Selang keluar
11. Selang masuk

D. Variabel Penelitian

1. Variabel Tetap

Rasio Massa Gliserol – air = 1 : 8

Frekuensi Gelombang Ultrasonik : 40 Khz

Katalis H_2SO_4 : 1%

2. Variabel Berubah

Temperatur reaksi : 30, 40, dan 50 °C

Waktu Reaksi : 20, 25, 30, 35, dan, 40 menit

E. Prosedur Penelitian

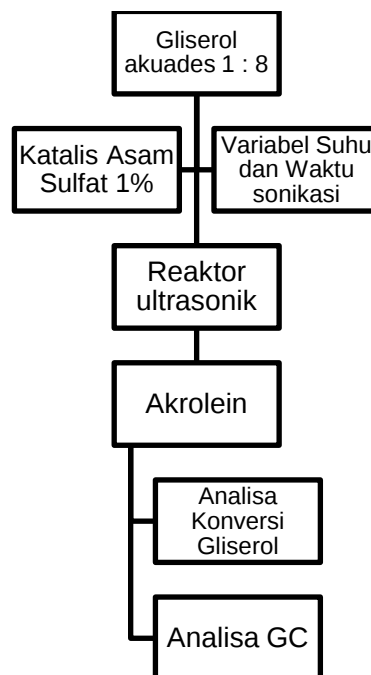
1. Prosedur Pemurnian Gliserol dari Limbah Biodiesel

Sampel *crude* gliserol dari bahan baku limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah ditambahkan asam fosfat (H_3PO_4 6%) hingga mencapai pH 6. Pengukuran pH dilakukan dengan pH meter. Setelah terbentuk dua lapisan, lapisan gliserol dipisahkan dari lapisan lainnya. Kedalam *crude* gliserol yang sudah dipisahkan tadi di tambahkan air dengan perbandingan 2 : 3, dan karbon aktif 5%. Karbon aktif yang digunakan sebelumnya dicuci terlebih dahulu. Campuran diaduk selama 30 menit dan dibiarkan selama 24 jam. Sampel yang sudah dijernihkan kemudian didestilasi menggunakan destilasi vakum pada suhu 60 °C selama 3 jam (Aziz, Nurbayti dan Luthfiana, 2008) (Prakoso, Sirait dan Bintoroe, 2007)

2. Prosedur Sonikasi Gliserol

Reaksi degradasi gliserol dilakukan didalam reaktor sonikasi volume 500 ml. Proses penelitian dilakukan dengan memasukkan gliserol kedalam reaktor dengan perbandingan massa gliserol dengan air 1 : 8, lalu tambahkan katalis, kemudian dipasang peralatan sonikasi seperti pada gambar 8. Setelah siap, dilakukan proses sonikasi selama 20 menit dan suhu 30 °C, setelah waktu tercapai, kemudian proses dihentikan. Ulangi proses tersebut untuk variabel waktu 25 sampai 40 menit dan temperatur sampai 40, dan 50°C. Hasil sonikasi yang diperoleh dianalisa konversi gliserolnya dengan metode volumetri dan analisa yield akrolein dengan *Gas Chromatography*.

F. Diagram Alir Proses



Gambar 9. Diagram alir proses degradasi gliserol menjadi Akrolein

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Pemurnian Gliserol dari Limbah Biodiesel

Dalam penelitian, *crude* gliserol yang akan dimurnikan berasal dari limbah biodiesel dengan bahan baku minyak kelapa dan minyak jelantah, yang berlangsung melalui proses gelombang mikro dengan katalis metanol dan NaOH. Tujuan dari proses pemurnian gliserol ini adalah untuk menghilangkan pengotor berupa sisa katalis, pelarut, dan asam lemak bebas yang masih terkandung dalam *crude* gliserol sehingga diperoleh gliserol dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi dan dapat digunakan untuk proses selanjutnya.



Gambar 10. *Crude* gliserol dari limbah biodiesel minyak kelapa (kiri) dan minyak jelantah (kanan)

Dari masing-masing 100 ml sampel *crude* gliserol dari bahan baku limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah diperoleh hasil pemurnian secara berturut-turut 36 ml dan 43 ml. Berikut data perbandingan sifat fisik yang dihasilkan :

Tabel 4. Data perbandingan karakteristik crude gliserol sebelum dan setelah pemurnian serta gliserol p.a

Parameter	Limbah Biodiesel Minyak Kelapa		Limbah Biodiesel Minyak Jelantah		Gliserol p.a
	Sebelum pemurnian	Setelah pemurnian	Setelah pemurnian	Setelah pemurnian	
Volume zat (ml)	100	26	100	13	-
Densitas (gr/ml)	0,9250	1,1453	0,8919	1,1364	1,267
pH	8	7	8	7	7
Kadar gliserol (%)	9,64	54,63	8,35	52,84	87 – 99
Warna	Putih	Kuning	Kuning kecoklatan	Coklat	Tidak berwarna (bening)

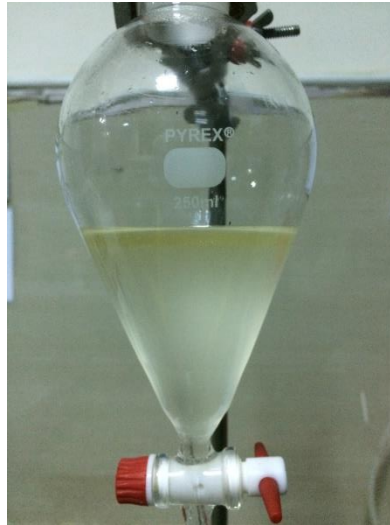
Berdasarkan data tersebut dapat dilihat perubahan yang signifikan kondisi *crude* gliserol sebelum dan sesudah pemurnian. Nilai densitas *crude* gliserol sebelum pemurnian pada limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah secara berturut-turut adalah 0,9250 gr/ml dan 0,8919 gr/ml. Nilai ini jauh lebih rendah dibandingkan nilai densitas gliserol murni (p.a) dikarenakan terdapat senyawa lain selain gliserol yang diperhitungkan dalam massa dan volumenya (sisir proses pembuatan biodiesel). Nilai densitas *crude* gliserol setelah pemurnian pada limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah secara berturut-turut adalah 1,1453 gr/ml dan 1,1364 gr/ml. Nilai ini lebih tinggi dari nilai densitas sampel sebelum pemurnian dan lebih rendah dari gliserol murni (p.a). Nilai densitas lebih tinggi daripada saat sebelum pemurnian menandakan bahwa senyawa lain telah dihilangkan. Nilai densitas sebelum pemurnian mendekati nilai densitas gliserol murni (p.a) dan hal ini juga didukung nilai densitas yang diperoleh (Prakoso, Sirait dan Bintoroe, 2007); Aziz,

Nurbayti dan Luthfiana (2008) berturut-turut sebesar 1,132 gr/ml dan 1,1514 gr/ml.

Nilai pH *crude* gliserol yang diperoleh sebelum pemurnian adalah pH 8 (limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah). Hal ini dikarenakan kondisi basa yang berasal dari katalis NaOH yang tersisa dari campuran tersebut. Pada proses awal pemurnian, ditambahkan asam fosfat 6 % ke dalam *crude* gliserol hingga asam (mencapai pH 6). Hal ini bertujuan untuk menarik ion Na dan mengubahnya menjadi garam. Setelah melalui tahap pemurnian akhir, diperoleh gliserol dengan pH 7. Hal ini menunjukkan sisa katalis basa mengalami penurunan jumlah zat sehingga diperoleh kondisi larutan yang netral. Reaksi antara asam fosfat dan garam dapat dilihat pada reaksi berikut :



Selain menarik sisa katalis NaOH menjadi garam, penambahan asam fosfat juga dapat mengubah sabun menjadi asam lemak bebas (FFA (*free fatty acid*)). Dengan penambahan asam fosfat maka menyebabkan terbentuknya dua lapisan pada campuran. Kondisi kedua lapisan tersebut dapat dilihat pada gambar 10. Lapisan atas adalah asam lemak bebas (FFA) dan lapisan bawah adalah gliserol yang tercampur dengan padatan NaHPO₄. Kedua lapisan tersebut kemudian dipisahkan menggunakan corong pisah. Garam NaHPO₄ yang terdapat pada lapisan gliserol dipisahkan menggunakan kertas saring.



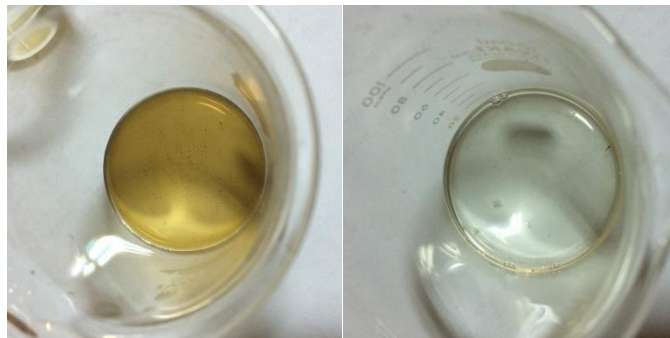
Gambar 11. Dua lapisan yang terbentuk pada crude gliserol setelah penambahan H_3PO_4

Setelah dilakukan pemisahan asam lemak bebas dan garam-garam, maka dilakukan proses penjernihan menggunakan karbon aktif. Sebelum ditambahkan karbon aktif, terlebih dahulu larutan ditambahkan air sebanyak 2 : 3, kemudian ditambahkan karbon aktif sebanyak 5 % dari berat larutan tersebut. Saat penambahan karbon aktif dilakukan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit, kemudian larutan didiamkan selama 24 jam agar seluruh karbon aktif mengendap di dasar larutan. Hasil yang diperoleh setelah pengendapan selama 24 jam adalah larutan *crude gliserol* yang bening. Berikut ditampilkan pada gambar 11 *crude gliserol* yang telah ditambahkan karbon aktif dan didiamkan selama 24 jam.



Gambar 12. Larutan *crude* gliserol setelah penambahan karbon aktif dan penyaringan

Setelah diperoleh larutan yang bening, maka dilanjutkan dengan menguapkan pelarut dengan destilasi vakum. Pelarut yang terkandung dalam larutan *crude* gliserol adalah air dan metanol. Proses destilasi vakum dilakukan agar pelarut yang tidak diinginkan dapat menguap dan selama proses tidak terbentuk senyawa lain. Destilasi vakum dijalankan selama 3 jam pada suhu 60 °C, hingga tidak ada lagi tetesan yang tertampung pada destilat. Gliserol yang diinginkan terdapat pada labu *bottom product*, sedangkan pelarut metanol dan air tertampung pada destilat. Proses destilasi ini diperoleh larutan gliserol sebanyak 26 ml dan 10 ml (berturut-turut limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah). Warna larutan gliserol setelah melalui seluruh tahap pemurnian dapat dilihat pada gambar 13.



Gambar 13. Larutan gliserol setelah melalui tahap pemurnian ; (kiri) limbah dari minyak jelantah ; (kanan) limbah dari minyak kelapa

Setelah melalui seluruh tahap pemurnian maka dilakukan analisa kadar gliserol dengan metode volumetri. Hasil analisa tersebut diperoleh kadar gliserol (dari limbah biodiesel minyak kelapa dan limbah biodiesel minyak jelantah) berturut-turut sebesar 54,63% dan 52,84%. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan kadar gliserol setelah melalui proses pemurnian. Nilai kandungan gliserol tersebut tidak jauh berbeda dengan hasil yang diperoleh Prakoso, Sirait dan Bintoroe (2007) yaitu sebesar 55,65% (menggunakan limbah biodiesel dari minyak goreng bekas dengan katalis KOH dan metanol). Sedangkan kadar gliserol yang diperoleh Aziz, Nurbayti dan Luthfiana (2008) setelah pemurnian adalah 76,43% (menggunakan limbah biodiesel dari minyak goreng bekas dengan katalis KOH dan metanol).

Nilai yang diperoleh tersebut berbeda disebabkan perbedaan bahan baku dan proses pemurnian yang dilakukan. Menurut Aziz, Nurbayti dan Luthfiana (2008), perbedaan sumber bahan baku ternyata dapat menyebabkan perbedaan kondisi proses pemurnian (pH) dalam proses pemurnian *crude glyserol* dari produk samping biodiesel. Semakin

tinggi nilai kadar gliserol yang diperoleh setelah pemurnian, maka semakin tinggi pula kualitas gliserol yang diperoleh untuk dilakukan tahap selanjutnya.

Pada penelitian oleh Mirzayanti (2002), diperoleh kadar gliserol kualitas tinggi sebesar 94,95% - 95,67%. Kadar gliserol yang tinggi tersebut diperoleh dengan melakukan pembuatan gliserol terlebih dahulu melalui proses biodiesel, pada berbagai variabel katalis metanol dan NaOH. Adapun bahan baku biodiesel yang digunakan adalah minyak jarak. Selain itu dilakukan berbagai alternatif metode pemurnian gliserol (*secara trial and error*), hingga diperoleh metode terbaik dengan hasil terbaik adalah metode ekstraksi *n-hexane*-air suasana asam.

Pada penelitian oleh Hidayati, Allah dan Arita (2012), diperoleh kadar gliserol 94,50%. Metode pemurnian yang dilakukan adalah dengan menambahkan asam fosfat dan resin penukar kation-anion. Selain itu dilakukan penjernihan *crude* gliserol menggunakan *bentonite*.

Dari berbagai metode proses pemurnian gliserol yang dijelaskan diatas, dapat disimpulkan bahwa untuk memperoleh hasil kualitas gliserol yang tinggi diperlukan metode proses pemurnian yang spesifik yang disesuaikan dengan kondisi bahan baku limbah biodiesel.

B. Analisa Konversi Gliserol pada variabel suhu dan waktu sonikasi

Pada penelitian ini digunakan gliserol murni *pro analysis* untuk proses sonikasi menggunakan gelombang ultrasonik. *Crude* gliserol yang telah melalui proses pemurnian tidak dilanjutkan untuk tahap sonikasi

karena kadar gliserol yang diperoleh dibawah 87% (diperoleh kadar gliserol setelah pemurnian pada limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah berturut-turut sebesar 54,63% dan 52,84%). Menurut Luo *et al.* (2016), sebelum dilanjutkan proses konversi menjadi senyawa lain, pemurnian gliserol harus mencapai minimal 85% kadar gliserol.

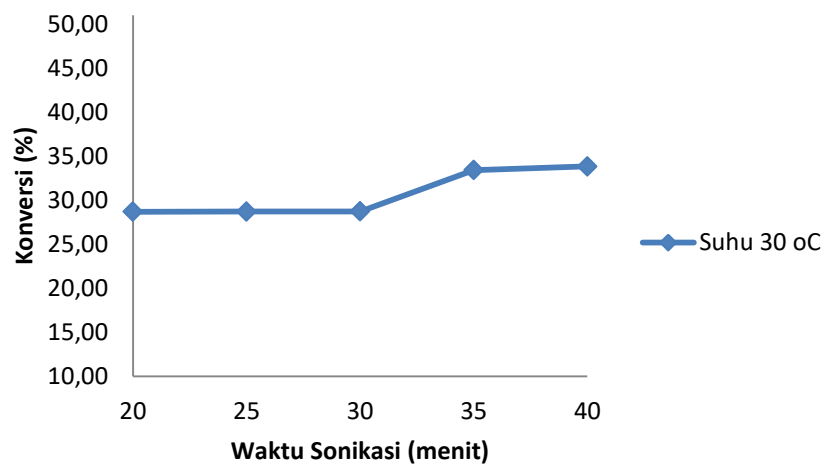
Dari penelitian ini diperoleh hasil sonikasi senyawa air : gliserol berupa cairan tidak berwarna yang kemudian dianalisa konversi gliserol dan analisa GC untuk memperoleh yield akrolein. Berikut adalah tabel hasil analisa konversi gliserol dan yield akrolein dari sonikasi gliserol : air dengan katalis asam sulfat pada variabel suhu dan waktu sonikasi.

Tabel 5. Hasil analisa konversi gliserol pada variabel suhu dan waktu sonikasi

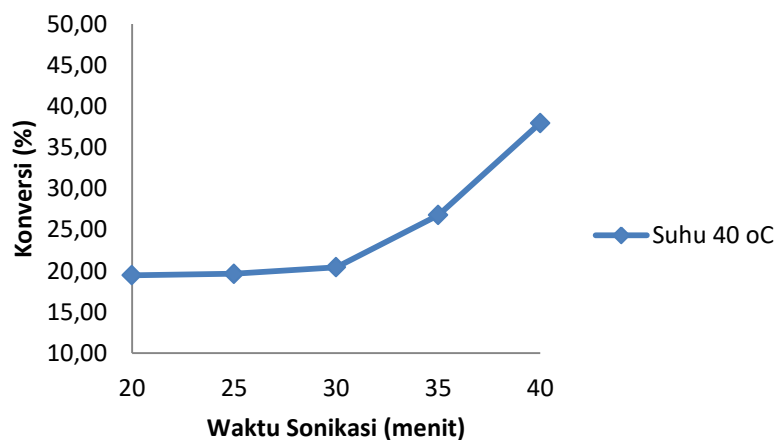
Waktu Sonikasi (menit)	Konversi Gliserol (%)		
	Suhu (°C)		
	30	40	50
20	28,68	19,45	21,11
25	28,69	19,64	21,38
30	28,72	20,43	24,51
35	33,40	26,76	26,50
40	33,81	37,96	48,41

Tabel 5 menunjukkan hasil analisa konversi gliserol pada variabel suhu dan waktu sonikasi. Grafik 1 (a) menunjukkan pengaruh lamanya waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada variabel suhu 30 °C. Konversi gliserol menunjukkan banyaknya jumlah gliserol yang terdegradasi selama reaksi berlangsung. Pada grafik 1(a) dapat dilihat bahwa pada awal waktu 20 menit sonikasi, nilai konversi gliserol sebesar 28,68% dan terjadi peningkatan yang tidak terlalu signifikan pada waktu

sonikasi 25 menit dan 30 menit, yakni berturut-turut sebesar 28,69% dan 28,72%. Pada waktu sonikasi selama 35 menit terjadi peningkatan konversi gliserol secara signifikan sebesar 33,40% dan meningkat kembali pada waktu sonikasi 40 menit sebesar 33,81%. Data menunjukkan bahwa pada variabel suhu 30 °C, seiring dengan semakin lama waktu sonikasi berlangsung maka semakin tinggi pula konversi gliserol.

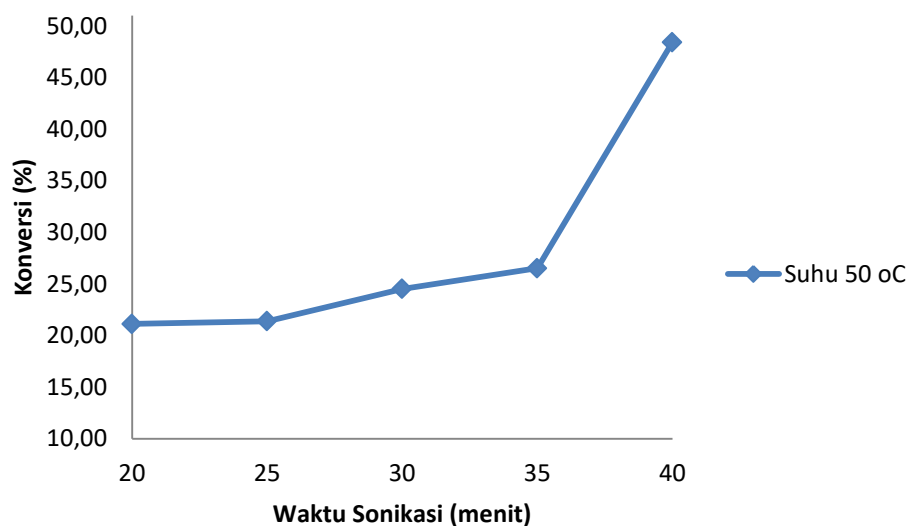


Grafik 1(a) Pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 30 °C



Grafik 1(b) Pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 40 °C

Grafik 1 (b) menunjukkan pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 40 °C. Pada grafik tersebut memperlihatkan bahwa pada awal waktu sonikasi yaitu 20 menit diperoleh konversi gliserol sebesar 19,45%. Kemudian konversi gliserol naik secara perlahan pada waktu 25 menit; 30 menit; dan 35 menit dengan nilai masing-masing 19,64%; 20,43%; dan 26,76%. Nilai konversi gliserol terbesar diperoleh pada waktu sonikasi 40 menit sebesar 37,96%. Nilai konversi ini lebih tinggi dibandingkan nilai konversi tertinggi pada variabel suhu 30 °C, yaitu 33,81%. Dengan demikian, data pada grafik 1(b) (variabel suhu 40 °C) menunjukkan bahwa semakin lama proses sonikasi berlangsung maka semakin tinggi pula nilai konversi gliserol diperoleh.



Grafik 1(c) Pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 50 °C

Grafik 1 (c) menunjukkan pengaruh waktu sonikasi terhadap konversi gliserol pada suhu 50 °C. Pada grafik tersebut diperoleh konversi

gliserol sebesar 21,11% pada waktu awal sonikasi 20 menit. Nilai konversi gliserol kemudian naik secara perlahan pada waktu 25 menit; 30 menit; dan 35 menit sebesar 21,38%; 24,51%; dan 26,50%. Nilai konversi terbesar diperoleh pada waktu sonikasi 40 menit sebesar 48,41%. Nilai konversi ini lebih tinggi dibandingkan nilai konversi tertinggi pada dua variabel suhu sebelumnya (30 °C dan 40 °C), yaitu 33,81% dan 37,96%. Dengan demikian, data pada grafik 1(c) (variabel suhu 50 °C), semakin lama proses sonikasi berlangsung maka semakin tinggi pula nilai konversi gliserol diperoleh.

Grafik 1(a), 1(b), dan 1(c) telah menunjukkan hasil data bahwa semakin lama proses sonikasi berlangsung maka semakin tinggi pula nilai konversi diperoleh. Dengan meningkatnya konversi gliserol seiring lamanya waktu sonikasi pada variabel suhu 30 °C, 40 °C, dan 50 °C, maka menunjukkan semakin banyak jumlah senyawa gliserol yang berkurang dan terdegradasi menjadi senyawa lain pada kondisi tersebut (variabel suhu dan waktu dengan katalis H_2SO_4 1%). Hal ini telah sesuai dengan penelitian oleh Bühler *et al.* (2002) bahwa seiring dengan lamanya waktu reaksi berlangsung maka dapat meningkatkan konversi reaksi. Hal tersebut juga diperkuat penelitian oleh Kalla, S Sumarno dan Mahfud (2016) bahwa lama proses sonikasi berpengaruh terhadap intensitas gelombang ultrasonik, dimana semakin lama waktu sonikasi semakin lama pula waktu terjadinya intensitas gelombang sehingga proses kavitasi juga semakin sering terjadi.

Reaksi yang berlangsung secara ultrasonik pada reaktan (gliserol-air 1 : 8), menyebabkan kavitasi pada senyawa reaktan (Suslick and Price, 1999). Hal ini disebabkan karena waktu sonikasi berpengaruh terhadap intensitas gelombang ultrasonik, dimana semakin lama waktu sonikasi semakin lama pula waktu terjadinya intensitas gelombang sehingga proses kavitasi juga semakin sering terjadi. Dengan adanya gelombang ultrasonik maka molekul-molekul yang terkandung di dalam reaktan berosilasi terhadap posisi rata-ratanya. Ketika energi yang diberikan oleh gelombang ultrasonik ini cukup besar, regangan gelombang bisa memecah ikatan antar molekul larutan, dan molekul larutan yang terpecah ikatannya ini akan memerangkap gas-gas yang terlarut didalam larutan ketika timbul rapatan kembali. Akibatnya timbul bola-bola berongga atau gelembung-gelembung yang berisi gas yang terperangkap. Selain efek kavitasi, gelombang ultrasonik juga menyebabkan efek termal. Efek termal merupakan absorpsi energi gelombang ultrasonik yang menyebabkan suhu medium meningkat.

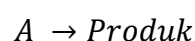
Menurut Bühler *et al.*, (2002), reaksi yang terjadi pada proses ini adalah reaksi radikal bebas. Reaksi ini merupakan reaksi dengan probabilitas kejadian terbesar dalam pembentukan produk pada proses degradasi gliserol. Reaksi radikal bebas tersebut, cenderung memecah gliserol dibanding bereaksi dengan produk yang dihasilkan. Jumlah gliserol yang terdapat pada larutan sampel masih banyak dibandingkan produk yang dihasilkan. Dengan demikian kebolehjadian interaksi antara

gliserol dengan spesi $\text{OH}^\cdot$ dan $\text{H}^\cdot$ lebih besar daripada interaksi spesi $\text{H}^\cdot$ dan $\text{OH}^\cdot$ dengan produk.

Berdasarkan grafik konversi gliserol terhadap waktu sonikasi diatas (grafik 1(a), 1(b), dan 1(c)) dapat dilihat bahwa variabel dengan yang memberikan nilai konversi gliserol terbaik adalah pada kondisi suhu 50°C dan waktu sonikasi 40 menit sebesar 48,41%. Variabel tersebut dipilih karena memperlihatkan kecenderungan kondisi kenaikan nilai konversi gliserol seiring bertambahnya waktu sonikasi. Nilai tersebut tidak jauh berbeda dengan kondisi optimum yang diperoleh Kalla, S Sumarno dan Mahfud (2016) , yakni sebesar 52,62% pada suhu 50°C dengan waktu sonikasi 50 menit (menggunakan ultrasonik tanduk getar dan katalis HZSM-5).

C. Kinetika Reaksi Degradasi Gliserol dengan Gelombang Ultrasonik

Untuk memperoleh persamaan kinetika reaksi pada proses degradasi gliserol dengan menggunakan gelombang ultrasonik, maka perlu ditentukan orde reaksinya. Berdasarkan penelitian oleh Yuniati, Sumarno dan Mahfud (2010), reaksi degradasi gliserol (rasio massa 1:10 pada subkritis air) mengikuti model kinetika orde reaksi pertama. Model kinetika reaksi order pertama dapat ditunjukkan pada penurunan persamaan berikut (Levenspiel, 1999) :



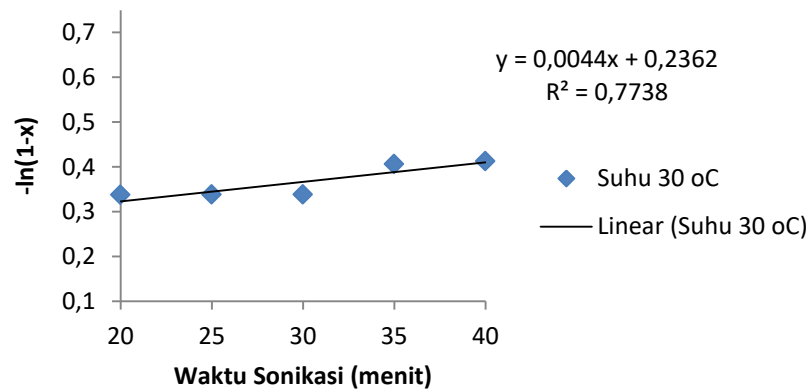
$$-r_A = -\frac{dC_A}{dt} = kC_A$$

$$\begin{aligned}
-\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} &= k \int_0^t dt \\
-\int_{C_{A0}}^{C_A} \frac{dC_A}{C_A} &= k \int_0^t dt \\
-\ln \frac{C_A}{C_{A0}} &= kt
\end{aligned} \tag{4}$$

Karena merupakan konversi, maka :

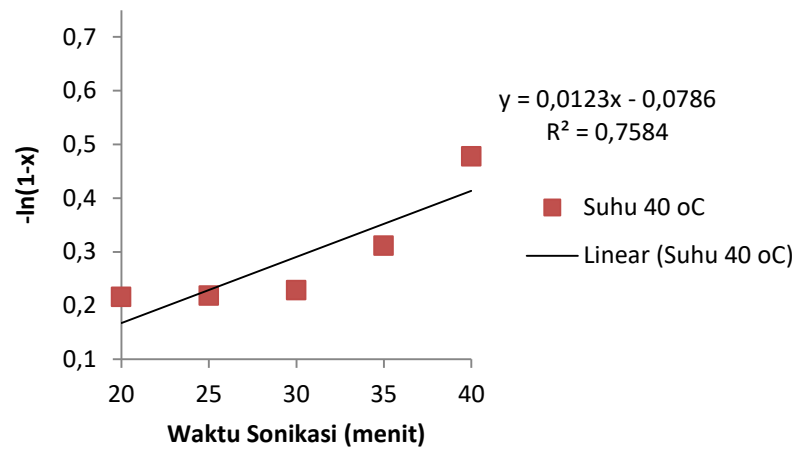
$$\begin{aligned}
dX_A &= -\frac{dC_A}{C_{A0}} \\
dX_A &= k(1 - X_A) \\
\int_0^{X_A} \frac{dX_A}{1 - X_A} &= k \int_0^t dt + C \\
-\ln(1 - X_A) &= kt
\end{aligned} \tag{5}$$

Berdasarkan persamaan (5) diatas, nilai x merupakan konversi gliserol (%) dan t adalah waktu reaksi (menit). Dalam persamaan kinetika ini nilai yang ingin dicari yaitu k , yang merupakan nilai tetapan laju reaksi. Nilai k dapat diperoleh melalui hubungan plot antara $-\ln(1-x)$ dan t pada tiap variabel suhu. Nilai *slope* pada grafik t terhadap $-\ln(1-x)$ merupakan nilai k (tetapan laju reaksi). Grafik 2(a), 2(b), dan 2(c) berikut menunjukkan hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$ untuk memperoleh nilai k .

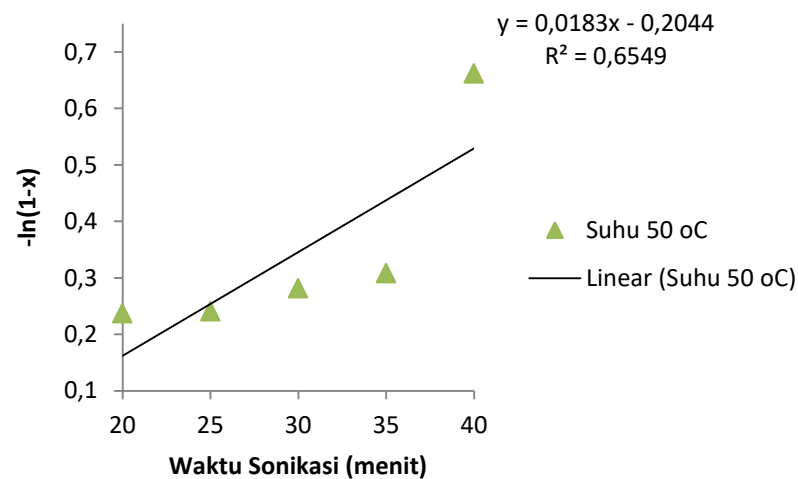


Grafik 2(a) Hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$

Grafik 2(a), 2(b), dan 2(c) menunjukkan hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$ pada suhu 30, 40, dan 50 °C. Berdasarkan grafik tersebut diperoleh nilai k pada suhu 30 °C, 40 °C, dan 50 °C secara berturut-turut adalah 0,004; 0,0123; dan 0,0183. Dari data tersebut dapat dilihat bahwa seiring meningkatnya suhu maka tetapan laju reaksi juga meningkat. Karena tetapan laju reaksi berbanding lurus dengan laju reaksi, maka dapat disimpulkan pada reaksi ini (degradasi gliserol dengan gelombang ultrasonik), semakin meningkat suhu maka laju reaksi juga semakin meningkat, dan jumlah zat juga meningkat (nilai konversi gliserol).



Grafik 2(b) Hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$



Grafik 2(c) Hubungan antara t terhadap $-\ln(1-x)$

Pada studi kinetika reaksi ini juga ditentukan hubungan antara tetapan laju reaksi terhadap suhu. Dari hubungan tersebut, nilai gradien dapat diperoleh untuk menentukan Energi Aktivasi dan Faktor Frekuensi berdasarkan persamaan Arrhenius. Berikut adalah persamaan Arrhenius (Levenspiel, 1999) :

$$k = k_0 e^{-E/RT} \quad (6)$$

Dimana nilai k adalah tetapan laju reaksi. k_0 adalah frekuensi atau faktor pre-eksponensial. E adalah energi aktivasi yang menyatakan nilai energi minimum yang harus dimiliki oleh suatu reaksi untuk berlangsungnya suatu reaksi. R adalah tetapan gas dan T adalah suhu mutlak. Dari persamaan (6) dapat disederhanakan menjadi :

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E}{RT} \quad (7)$$

Maka, $y = \ln k$

$$a = -(E/R)$$

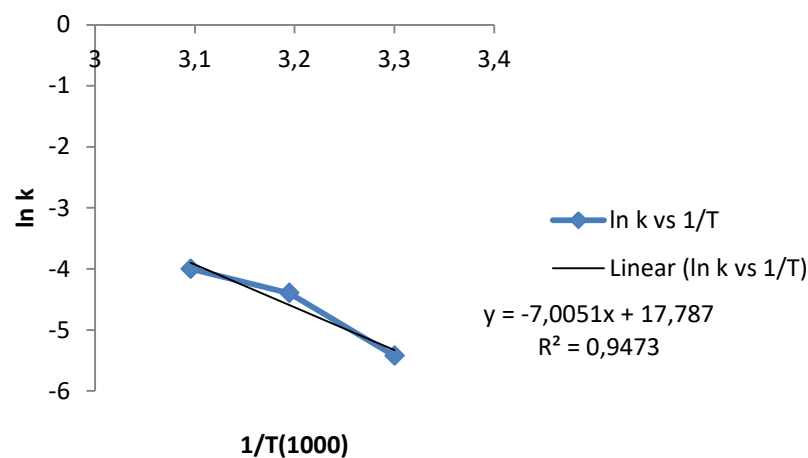
$$x = 1/T$$

$$b = \ln k_0$$

Tabel hasil perhitungan persamaan Arrhenius dan grafik hubungan $-\ln k$ dan $1000/T$, dapat dilihat pada bagian berikut :

Tabel 6. Perhitungan persamaan Arrhenius

T (°C)	T (K)	k	ln k	1/T(1000)
30	303	0,0044	-5,426151	3,300330
40	313	0,0123	-4,398156	3,194888
50	323	0,0183	-4,000854	3,095975



Grafik 3 Hubungan antara ln k dan 1/T(1000)

Faktor frekuensi (k_0) dan $-(E/R)$ diperoleh data regresi linear data $1/T$ dan $\ln K$ pada tabel 5. Hasil regresi linear didapatkan faktor frekuensi (k_0) sebesar $5,306 \times 10^7 \text{ menit}^{-1}$ dan $-(E/R)$ sebesar $-7,0051 \text{ K/menit}$. Energi aktivasi didapatkan dengan mengalikan nilai $-(E/R)$ dengan nilai $R = 8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ sehingga diperoleh energi aktivasi sebesar $58,2404 \text{ Jmol}^{-1} \text{ menit}^{-1}$

Dengan demikian, berdasarkan studi kinetika reaksi diperoleh hasil bahwa energi aktivasi dari reaksi degradasi gliserol menggunakan gelombang ultrasonik adalah sebesar $58,2404 \text{ Jmol}^{-1} \text{ menit}^{-1}$, yang berarti bahwa terdapat energi minimum sebesar jumlah tersebut agar reaksi dapat berlangsung. Nilai energi aktivasi sebesar $58,2404 \text{ Jmol}^{-1} \text{ menit}^{-1}$ juga membuktikan bahwa reaksi kimia adalah yang mengendalikan reaksi. Nilai faktor frekuensi yang diperoleh sebesar $5,306 \times 10^7 \text{ menit}^{-1}$ yang menyatakan bahwa jumlah tumbukan yang terjadi selama setiap menit. Untuk menyederhanakan hasil kinetika reaksi degradasi gliserol menggunakan gelombang ultrasonik, maka dapat disimpulkan pada persamaan (8) berikut :

$$k = 5,306 \times 10^7 \exp\left(\frac{58,2404}{RT}\right) \quad (8)$$

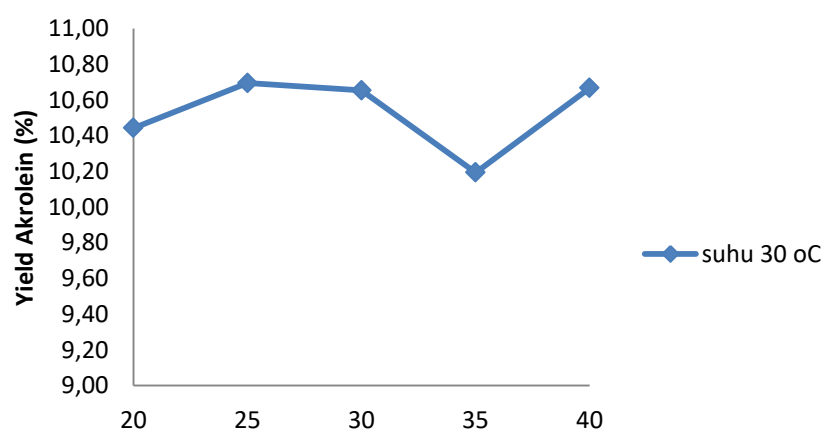
D. Analisa Yield Akrolein pada Variabel Suhu dan Waktu Sonikasi

Berikut diperoleh hasil analisa yield akrolein dari reaksi degradasi gliserol menggunakan gelombang ultrasonik :

Tabel 7. Hasil analisa yield akrolein pada variabel suhu dan waktu sonikasi

Waktu Sonikasi (menit)	Yield Akrolein (%)		
	Suhu (°C)		
	30	40	50
20	10,44	10,65	10,44
25	10,69	10,82	10,69
30	10,65	10,72	10,57
35	10,19	10,77	10,70
40	10,67	10,80	10,66

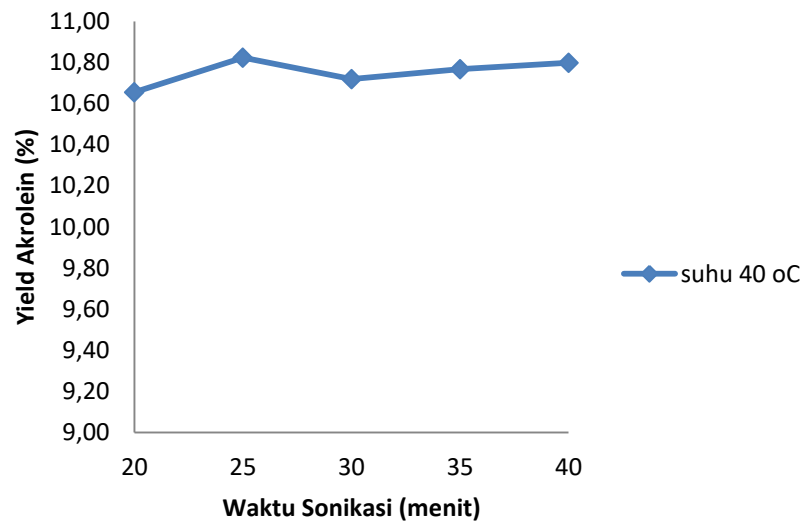
Grafik 4(a) menunjukkan yield akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu 30 °C dan lama waktu sonikasi. Pada grafik tersebut memperlihatkan yield akrolein yang diperoleh mengalami stagnasi dan cenderung fluktuatif. Pada awal sonikasi 20 menit diperoleh yield akrolein sebesar 10,44%. Pada sonikasi 25 menit yield akrolein mengalami kenaikan menjadi 10,69%, dan mengalami penurunan pada sonikasi 30 menit menjadi 10,65%. Pada waktu sonikasi 35 menit yield akrolein mengalami penurunan menjadi 10,19%. Pada akhir waktu sonikasi yaitu 40 menit yield akrolein mengalami kenaikan kembali menjadi 10,67%.



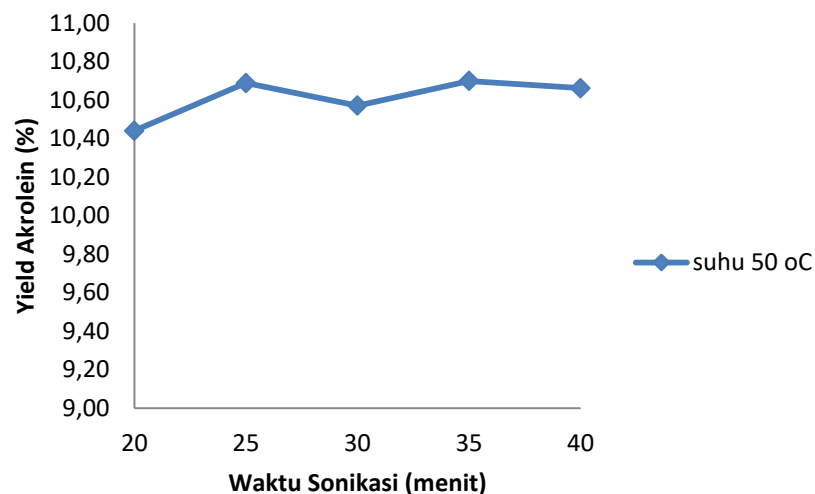
Grafik 4(a) Yield Akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu dan lama waktu sonikasi

Grafik 4(b) menunjukkan yield akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu 40 °C dan lama waktu sonikasi. Pada grafik tersebut menunjukkan yield akrolein yang mengalami stagnasi dan cenderung fluktuatif. Pada awal sonikasi 20 menit diperoleh yield akrolein sebesar 10,65%. Pada waktu sonikasi 25 menit mengalami kenaikan yield akrolein menjadi 10,82% dan mengalami penurunan pada waktu sonikasi 30 menit sebesar 10,72%. Sedangkan pada waktu sonikasi 35 menit dan 40 menit, yield akrolein mengalami sedikit kenaikan yakni sebesar 10,77% dan 10,80%.

Grafik 4(c) menunjukkan yield akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu 50 °C dan lama waktu sonikasi. Pada grafik tersebut memperlihatkan nilai yield akrolein yang mengalami stagnasi dan cenderung fluktuatif. Pada awal sonikasi 20 menit diperoleh yield akrolein sebesar 10,44%. Pada sonikasi selanjutnya yakni 25 menit yield akrolein mengalami kenaikan menjadi 10,69%. Kemudian pada waktu sonikasi 30 menit yield akrolein mengalami penurunan menjadi 10,57%. Pada waktu sonikasi 35 menit dan 40 menit, yield akrolein berturut-turut sebesar 10,57% dan 10,70%.



Grafik 4(b) Yield Akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu dan lama waktu sonikasi



Grafik 4(c) Yield Akrolein yang diperoleh terhadap variabel suhu dan lama waktu sonikasi

Dari seluruh data pada grafik tersebut, diperoleh nilai yield akrolein yang cenderung fluktuatif dan stagnatif. Yield akrolein yang fluktuatif tersebut disebabkan akrolein yang diperoleh selama proses berlangsung mengalami dekomposisi menjadi senyawa lain (Ruslan, Sumarno dan Mahfud, 2015). Dapat dilihat pula pada keempat grafik tersebut bahwa

nilai yield akrolein yang diperoleh stagnatif pada angka 10%. Nilai tersebut mirip dengan data penelitian yang diperoleh Baril, Khosiin dan Sumarno (2014), yang menggunakan metode ultrasonik untuk memperoleh produk akrolein. Pada hasil penelitian tersebut diperoleh yield akrolein sebesar 6,868%. Pada penelitian Damayanti, Zulfita dan Qadariyah (2008), diperoleh yield akrolein pada kisaran 0,010%-0,608%. Nilai yield akrolein yang cukup kecil tersebut diperoleh menggunakan metode reaksi katalitik pada fase cair dan gas.

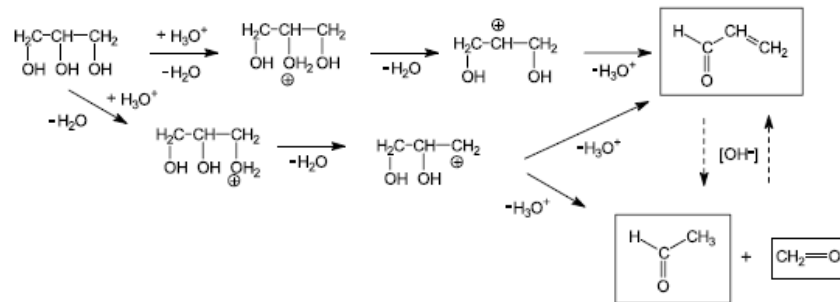
Nilai yield akrolein yang stagnatif ini menunjukkan bahwa selama proses reaksi terbentuk senyawa akrolein yang konstan pada berbagai kondisi suhu dan waktu sonikasi. Berdasarkan kajian oleh Bühler *et al.* (2002), melalui proses degradasi gliserol dapat membentuk berbagai jenis senyawa melalui jalur reaksi ionik dan radikal bebas, termasuk akrolein. Senyawa yang dapat dibentuk dengan degradasi gliserol adalah metanol, alil alkohol, asetaldehida, akrolein, formaldehida, karbon monoksida, karbon dioksida, dan hidrogen.

Menurut hasil pemodelan yang dilakukan oleh Buhler, akrolein adalah senyawa dengan tingkat probabilitas tinggi yang dapat terbentuk dari proses degradasi gliserol melalui jalur tertentu, dibandingkan senyawa lain yang dapat terbentuk. Melalui jalur reaksi ionik, akrolein dapat terbentuk hingga 80% dari 100% reaktan gliserol (gliserol dengan pelepasan ion H_2O pada gugus tengah). Melalui jalur reaksi radikal bebas terdapat akrolein 90% yang terbentuk dari 30% reaktan gliserol (gliserol

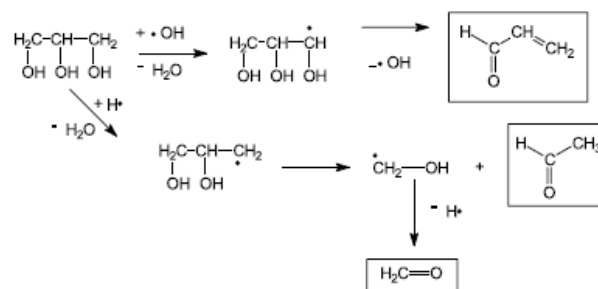
dengan molekul radikal bebas pada gugus C pertama). Dengan adanya pernyataan ini, memungkinkan bahwa akrolein dapat terbentuk secara konstan di setiap proses reaksi degradasi gliserol. Hal ini juga dipertegas oleh (Talebian-kiakalaieh *et al.*, 2014) bahwa untuk sintesis akrolein, dapat dilakukan dengan proses dehidrasi gliserol menggunakan katalis asam, yang dalam penelitian ini digunakan katalis asam sulfat 1%.

Akrolein terbentuk melalui langkah-langkah reaksi ionik dan radikal. Jika gliserol terprotonasi pada gugus OH sekunder dan jika ion karbenium sekunder terbentuk oleh eliminasi air, hanya pembentukan akrolein sebagai langkah reaksi sederhana yang dapat terbentuk. Hal yang sama berlaku untuk ion karbenium primer. Pelepasan molekul H_2O dan deprotonasi dapat mengarah ke pembentukan akrolein. Tetapi jika reaksi kompetitif ion karbenium primer berlangsung, maka hasil reaksi akan mengarah pada asetaldehida dan formaldehida. Dalam mekanisme reaksi radikal bebas, pelepasan hidrogen dari gliserol yang mengarah ke radikal, dapat menghilangkan radikal OH dan molekul air dan akhirnya membentuk akrolein. Tetapi ada beberapa jalur reaksi kecil dari radikal karbon C3 yang juga mengarah ke pembentukan akrolein (Bühler *et al.*, 2002). Proses mekanisme reaksi pembentukan akrolein tersebut dapat dilihat pada gambar 14.

Ionic reaction pathways:



Free radical reaction pathways:



Gambar 14. Mekanisme reaksi pembentukan akrolein dari gliserol melalui jalur reaksi ionik (atas) dan radikal bebas (bawah)

Berdasarkan data yang diperoleh pada grafik 4(a); 4(b); dan 4(c) maka dapat diambil kesimpulan bahwa kondisi optimum untuk memperoleh yield akrolein tertinggi adalah pada suhu 40°C dan waktu 40 menit yaitu sebesar 10,80%.

BAB IV

SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan

Dalam penelitian pemanfaatan gliserol dari limbah biodiesel menjadi akrolein menggunakan gelombang suara ini, maka dapat disimpulkan :

1. Dari 100 ml sampel *crude* gliserol limbah biodiesel minyak kelapa dan minyak jelantah diperoleh berturut-turut 26 ml dan 10 ml setelah pemurnian. Pada pemurnian tersebut diperoleh kadar gliserol berturut-turut sebesar 56,43% dan 52,84%.
2. Kinetika reaksi yang diperoleh pada proses degradasi gliserol menjadi akrolein dengan menggunakan gelombang suara adalah $k = 5,306 \times 10^7 \exp\left(\frac{58,2404}{RT}\right)$, dimana reaksi merupakan reaksi orde pertama, dengan energi aktivasi $58,2404 \text{ Jmol}^{-1} \text{ menit}^{-1}$ dan faktor frekuensi $5,306 \times 10^7 \text{ menit}^{-1}$.
3. Kondisi optimum untuk memperoleh konversi gliserol terbaik adalah pada suhu 50°C dan waktu sonikasi 40 menit, yaitu sebesar 48,41%. Kondisi optimum untuk memperoleh yield akrolein terbanyak adalah pada suhu 40°C dan waktu sonikasi 40 menit, yaitu sebesar 10,80%.

B. Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, peneliti menyarankan agar :

1. Perlunya melakukan eksperimen mengenai proses sonikasi gliserol yang berasal hasil pemurnian limbah biodiesel yang memiliki kadar dibawah 85% untuk mengetahui produk yang dihasilkan.
2. Perlu dilakukan studi lanjutan untuk menguji kinetika reaksi degradasi gliserol pada order yang lain.
3. Perlu dilakukan studi lanjutan untuk proses sonikasi menggunakan tanduk getar dengan metode dan variabel yang sama. Perlu pula dilakukan studi lanjutan menggunakan variasi konsentrasi katalis H_2SO_4 yang berbeda.
4. Perlu dilakukan analisa ekonomi kelayakan untuk produksi akrolein dari bahan baku gliserol.

DAFTAR PUSTAKA

- (BPS), B. P. S. (2003) *Volume dan Nilai Ekspor dan Impor*. Jakarta.
- Aziz, I., Nurbayti, S. dan Luthfiana, F. (2008) 'Pemurnian Gliserol Dari Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Menggunakan Bahan Baku Minyak Goreng Bekas', *Kimia Valensi*, 1, pp. 157–162.
- Baril, R. R., Khosiin, K. dan Sumarno (2014) 'Degradasi Gliserol dengan Teknologi Sonokimia', *Jurnal Teknik Pomits*, 2(1), pp. 2301–9271.
- Bühler, W. Dinjus, E., Ederer, H.J., Kruse, A., and Mas, C. (2002) 'Ionic reactions and pyrolysis of glycerol as competing reaction pathways in near- and supercritical water', *Journal of Supercritical Fluids*, 22(1), pp. 37–53. doi: 10.1016/S0896-8446(01)00105-X.
- Cobley, A., Panwnyk, L., Mason, T.J., dan Saez, V. (2002) *Chapter 3. Ultrasound and Materials*. UK.
- Damayanti, H., Zulfita, I. dan Qadariyah, L. (2008) *Dehidrasi Gliserol Menjadi Acrolein menggunakan Katalis HZSM-5 dan gamma-Alumina*. Surabaya.
- Fadliyani, N. dan Atun, S. (2015) 'Pemanfaatan Gliserol Hasil Samping Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Jelantah Sebagai Bahan Sintesis Gliserol Asetat', 20, pp. 149–156.
- Fan, X., Burton, R. and Zhou, Y. (2010) 'Glycerol (Byproduct of Biofuel Production) as a Source for Fuels and Chemicals - Mini Review', *The Open Fuels & Energy Science Journal*, 3, pp. 17–22.
- García, J. I., García-marín, H. and Pires, E. (2010) 'Glycerol based Solvents: Synthesis, Properties and Applications', *Green Chem*, 12, pp. 426–434.
- Gupta, M. and Kumar, N. (2012) 'Scope and opportunities of using glycerol as an energy source', *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Elsevier, 16(7), pp. 4551–4556. doi: 10.1016/j.rser.2012.04.001.
- Hidayah, S. N. (2017) *Pemanfaatan Gliserol untuk Pembuatan Metanol dengan Gelombang Ultrasonik*. Universitas Muslim Indonesia.
- Hidayati, R., Allah, A. H. dan Arita, S. (2012) 'Pengaruh Penambahan Asam Fosfat dan Resin Kation-Anion terhadap persen total Gliserol Hasil Samping Pembuatan Biodiesel', *Jurnal Teknik Kimia No.*, 18(4), pp. 31–38.

Izquierdo, J. et al. (2012) 'Fuel Additives from Glycerol Etherification with Light Olefins: State of the art', *Renew Sustain Energy*, 16(24), p. 6717.

Kalla, R., Sumarno, S. and Mahfud, M. (2015) 'Non-Catalytic and γ -Al₂O₃ Catalyst-based Degradation of Glycerol by Sonication Method', *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 10(3), pp. 304–312. doi: 10.9767/bcrec.10.3.8608.304-312.

Kalla, R., Sumarno, S. dan Mahfud, M. (2016) 'Degradasi Gliserol Katalitik Menggunakan Tanduk Getar', in *Seminar nasional dan Aplikasi menggunakan Tanduk Getar*. Malang: Institut Teknologi Nasional Malang, pp. 52–57.

Kalla, R., Sumarno, S. and Mahfud, M. (2016) 'The influence of the addition H₃PO₄ on degradation of glycerol with vibrating horn', *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences*, 11(2), pp. 968–971.

Katryniok, B., Paul, S. and Dumeignil, F. (2013) 'Recent Development in the Field of Catalytic Dehydration of Glycerol to Acrolein', *ACS Catal*, 3(34), p. 1819.

Keliwulan, M. dan Nugroho, P. A. (2011) *Proposal Perancangan Pabrik Akrolein dari Propena dan Udara Kapasitas 100.000 ton/tahun*. Yogyakarta. Available at: <https://www.academia.edu/10950286/72657003-Proposal-Akrolein?auto=download>.

Kim, S., Thiessen, P.A., Bolton, E.E., Chen, J., Fu, G., Gindulyte, A., Han, L., He, J., He, S., Shoemaker, B.A., Wang, J., Yu, B., Zhang, J., and Ryant, S.H. (2015) *Glycerol (Compound Summary for CID 753)*, *National Center for Biotechnology Information. PubChem Compound Database*. Available at: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/753> (Accessed: 19 January 2018).

Levenspiel, O. (1999) *Chemical Reaction Engineering third edition*. 3rd edn. Edited by W. Anderson. New York, USA: John Wiley & Son.

Luo, X., Ge, X., Cui, S., dan Li, Y. (2016) 'Value-added processing of crude glycerol into chemicals and polymers', *Bioresource Technology*. Elsevier Ltd, 215, pp. 144–154. doi: 10.1016/j.biortech.2016.03.042.

McKetta, J. (1993) *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*. USA.

Meher, L., Vidyasagar, D. and Naik, S. (2006) 'Technical aspects of biodiesel production by transesterification—a review', *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 10(3), pp. 248–268. doi: 10.1016/j.rser.2004.09.002.

Mirzayanti, Y. W. (2002) 'Pemurnian Gliserol Dari Proses Transesterifikasi

Minyak Jarak dengan Katalis Sodium Hidroksida', *Jurnal Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya (ITATS)*.

Pagliaro, M. and Rossi, M. (2008) *The future's bright, the future's... green, Chemical Engineer*. Cambridge: RSC Publishing Green Chemistry Book Series. doi: 10.1002/cssc.200800115.

Guo, P., Zheng, C., Huang, F., Zheng, M., Deng, Q., and Li, W. (2013) 'Ultrasonic Pretreatment for Lipase-Catalyzed Synthesis of 4-Methoxy Cinnamoyl Glycerol', *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, 93, pp. 73–78. Available at: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1381117713001033> (Accessed: 13 June 2017).

Prakoso, T., Sirait, H. dan Bintoroe, H. (2007) 'Pemurnian Gliserin Hasil Sampling Produksi Biodiesel', in Kimia, D. T. (ed.) *Konferensi Nasional 2007 - Pemanfaatan Hasil Sampling Biodiesel dan Industri Etanol serta Peluang Pengembangan Industri Integratednya*. Jakarta: Institut Teknologi Bandung.

Prasetyo, A. E., Widhi, A. dan Widayat (2012) 'Potensi Gliserol dalam Pembuatan Turunan Gliserol melalui Proses Esterifikasi', *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 10(1), pp. 26–31.

Putri, S. K. dan Sudiyo, R. (2012) 'Studi Proses Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa (Coconut Oil) dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik', 6(1), pp. 20–25.

Ruslan, Sumarno dan Mahfud (2015) 'Pengaruh Penambahan Asam Posfat Pada Degradasi Gliserol Untuk Menghasilkan Metanol Menggunakan Ultrasonik', *Seminar Nasional Teknologi 2015*, pp. 735–739.

Santacesaria, E., Vicente, G.M., Di Serio, M., and Tesser, R. (2012) 'Main technologies in biodiesel production: State of the art and future challenges', *Catalysis Today*, 195(1), pp. 2–13. doi: 10.1016/j.cattod.2012.04.057.

Santibáñez, C., Varnero, M. T. and Bustamante, M. (2011) 'Residual Glycerol from Biodiesel Manufacturing, Waste or Potential Source of Bioenergy: A Review', *Chilean journal of agricultural research*, 71(3), pp. 469–475. doi: 10.4067/S0718-58392011000300019.

Saxena, R.K., Anand, P., Saran, S., and Isar, J.(2009) 'Microbial Production of 1,3-Propadienol: Recent Development and Emerging Opportunities', *Biotechnol Adv*, (27), pp. 895–913.

da Silva, G. P., Mack, M. and Contiero, J. (2009) 'Glycerol: A promising and abundant carbon source for industrial microbiology', *Biotechnology*

Advances. Elsevier Inc., 27(1), pp. 30–39. doi: 10.1016/j.biotechadv.2008.07.006.

Sugiarto, Y. Mahfut, L.N., Rilek, N.M., Atrinto, C.P., dan Khotimah M. (2014) 'Pengaruh Frekuensi Ultrasonik dan Konsentrasi NaOH pada Proses Pretreatment Bioetanol Pelepah Sawit', *Jurnal Teknologi Pertanian*, 15(3), pp. 213–222.

Sulaeman, N. (2012) *Pemanfaatan Limbah Pemurnian Gliserol Hasil Samping Produksi Biodiesel dari Minyak Jelantah untuk Pembuatan Pupuk Potassium*. Universitas Negeri Gorontalo.

Suslick, K. S. and Price, G. J. (1999) 'Applications of ultrasound to organic chemistry', *Ultrasonics*, 25(1), pp. 295–326. doi: 10.1016/0041-624X(87)90009-6.

Talebian-kiakalaieh, A., Aisyah, N., Amin, S., and Hezaveh, H. (2014) 'Glycerol for renewable acrolein production by catalytic dehydration', *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. Elsevier, 40, pp. 28–59. doi: 10.1016/j.rser.2014.07.168.

Tan, H. W., Abdul Aziz, A. R. and Aroua, M. K. (2013) 'Glycerol production and its applications as a raw material: A review', *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 27, pp. 118–127. doi: 10.1016/j.rser.2013.06.035.

Tyson, K. Bozel, J., Wallace, R., Petersen, E., and Moens, L. (2004) 'Biomass of Oil Analysis : Research Needs and Recommendation', *NREL-TP*, 510(34976), p. 74.

Ulfah, M. dan Sofianti, R. (2014) *Proses Konversi Gliserol menjadi Akrolein dengan Katalis H-Zeolit*. Semarang.

Vivek, N. Sindhu, R., Madhavan, A., Jose, A., Castro, E., Faraco, V., Pandey, A., dan Binod, P. (2017) 'Bioresource Technology Recent advances in the production of value added chemicals and lipids utilizing biodiesel industry generated crude glycerol as a substrate – Metabolic aspects , challenges and possibilities: An overview', *Bioresource Technology*. Elsevier Ltd, 239, pp. 507–517. doi: 10.1016/j.biortech.2017.05.056.

Werpy, T. and Petersen, G. (2004) 'Top Value added Chemicals from Biomass', *US Department of Energy*, 1.

Yuniati, Y., Sumarno and Mahfud (2010) 'Kinetics Study Degradation of Glycerol in Subcritical Water', *Jurnal Sains dan Teknologi*, 9(2), pp. 54–60.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Dokumentasi dan gambar proses penelitian



Gambar 15. Dokumentasi proses pemurnian gliserol



(a) Proses reaksi degradasi gliserol dengan gelombang ultrasonik (tampak depan)



(b) Proses reaksi degradasi gliserol dengan gelombang ultrasonik (tampak atas)



(c) sampel-sampel dengan variabel hasil reaksi degradasi gliserol dengan gelombang ultrasonik

Gambar 16. Dokumentasi proses reaksi degradasi gliserol dengan gelombang ultrasonik



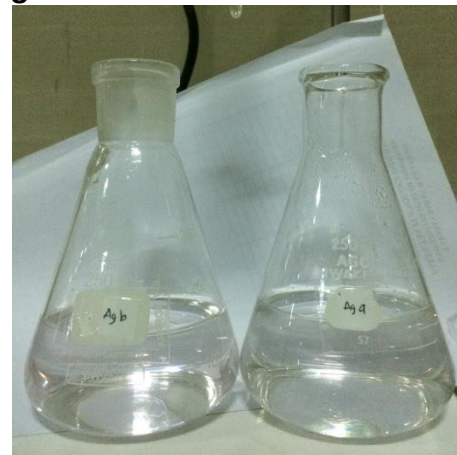
(a) peralatan proses analisa konversi gliserol dengan metode volumetri



(b) pemanasan sampel hingga awal mendidih untuk memperoleh data konversi gliserol



(c) penambahan reagen pada proses analisa konversi gliserol



(d) warna sampel merah keunguan setelah dititrasi

Gambar 17. Dokumentasi proses analisa konversi gliserol menggunakan metode volumetri

Lampiran 2. Perhitungan rasio massa gliserol : air (1 : 8)

$$\rho \text{ air} = 1,001 \text{ ml/gr}$$

$$\rho \text{ gliserol} = 1,267 \text{ ml/gr}$$

$$\frac{\text{massa gliserol}}{\text{massa air}} = \frac{1}{8}$$

$$\text{massa gliserol} = \frac{1}{8} \times \text{massa air}$$

$$\frac{\text{massa air}}{\rho \text{ air}} + \frac{\text{massa gliserol}}{\rho \text{ gliserol}} = 100 \text{ ml}$$

$$\text{massa air} \left(\frac{1}{\rho \text{ air}} + \frac{1}{8\rho \text{ gliserol}} \right) = 100 \text{ ml}$$

$$\text{massa air} = 100 \text{ ml} \left(\frac{8 \cdot \rho \text{ air} \times \rho \text{ gliserol}}{8 \cdot \rho \text{ gliserol} + \rho \text{ air}} \right)$$

$$\text{massa air} = 100 \text{ ml} \left(\frac{8 \cdot 1,001 \frac{\text{gr}}{\text{ml}} \times \frac{1,267 \text{gr}}{\text{ml}}}{8 \cdot \frac{1,267 \text{gr}}{\text{ml}} + 1,001 \frac{\text{gr}}{\text{ml}}} \right)$$

$$\text{massa air} = 100 \text{ ml} \left(\frac{10,146136}{11,137} \right)$$

$$\text{massa air} = 91,10 \text{ gr}$$

$$\text{volume air} = 91,10 \text{ gr} (1,001 \text{ gr/ml})$$

$$\text{volume air} = 91,01 \text{ ml}$$

$$\text{massa gliserol} = \frac{1}{8} \times \text{massa air}$$

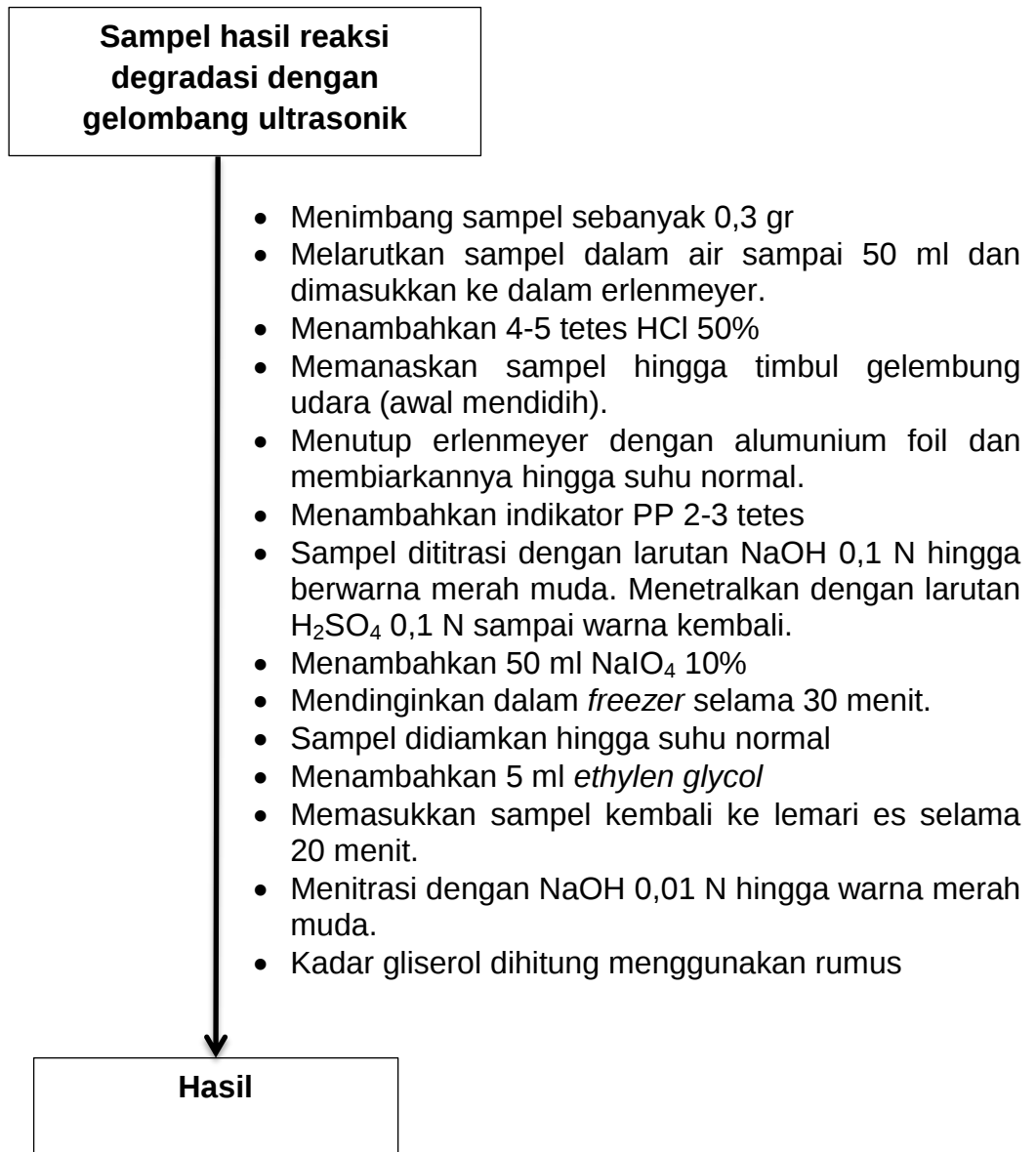
$$\text{massa gliserol} = \frac{1}{8} \times 91,10 \text{ gr}$$

$$\text{massa gliserol} = 11,38 \text{ gr}$$

$$\text{volume gliserol} = 11,38 \text{ gr} (1,267 \text{ gr/ml})$$

$$\text{volume gliserol} = 8,99 \text{ ml}$$

Lampiran 3. Prosedur analisa konversi gliserol dengan metode volumetri



Lampiran 4. Data hasil analisa konversi gliserol dengan metode volumetri

Sampel	ρ gliserol dalam produk (gr/ml)	massa sampel (gr)	volume titran (L)	kons. Titran (N)	BM gliserol (gr/mol)	kadar gliserol produk	massa gliserol akhir (gr)	mol gliserol mula (mol)	mol gliserol akhir (mol)	konversi gliserol
A1	1,0206	0,3232	0,0379	0,0114	92,1	0,123121	12,06311	0,183644	0,130978	0,286781
A2	1,0210	0,3346	0,0356	0,0123	92,1	0,120528	12,06035	0,183644	0,130948	0,286944
A3	1,0224	0,3327	0,0381	0,0114	92,1	0,120331	12,05638	0,183644	0,130905	0,287179
A4	1,0199	0,3484	0,0350	0,0127	92,1	0,117504	11,26486	0,183644	0,122311	0,333977
A5	1,0203	0,3349	0,0345	0,0118	92,1	0,111956	11,1947	0,183644	0,121549	0,338125
A6	1,0208	0,3144	0,0394	0,0118	92,1	0,136193	13,62401	0,183644	0,147926	0,194494
A7	1,0218	0,3292	0,0407	0,0118	92,1	0,134362	13,59228	0,183644	0,147582	0,196371
A8	1,0222	0,3357	0,0415	0,0118	92,1	0,13435	13,45822	0,183644	0,146126	0,204297
A9	1,0203	0,3146	0,0355	0,0118	92,1	0,122634	12,38693	0,183644	0,134494	0,267635
A10	1,0196	0,3146	0,0304	0,0118	92,1	0,105016	10,49315	0,183644	0,113932	0,379603
A11	1,0203	0,3183	0,0413	0,0114	92,1	0,136232	13,34398	0,183644	0,144886	0,211051
A12	1,0207	0,3164	0,0391	0,0118	92,1	0,134302	13,29746	0,183644	0,144381	0,213801
A13	1,0224	0,3292	0,0390	0,0118	92,1	0,12875	12,76797	0,183644	0,138632	0,245107
A14	1,0243	0,3168	0,0361	0,0118	92,1	0,123841	12,43107	0,183644	0,134974	0,265026
A15	1,0211	0,3405	0,0260	0,0124	92,1	0,087204	8,726164	0,183644	0,094747	0,484075

Keterangan sampel :

Sampel	Kondisi Perlakuan	Sampel	Kondisi Perlakuan
A1	30 °C ; 20 menit	A11	50 °C ; 20 menit
A2	30 °C ; 25 menit	A12	50 °C ; 25 menit
A3	30 °C ; 30 menit	A13	50 °C ; 30 menit
A4	30 °C ; 35 menit	A14	50 °C ; 35 menit
A5	30 °C ; 40 menit	A15	50 °C ; 40 menit
A6	40 °C ; 20 menit		
A7	40 °C ; 25 menit		
A8	40 °C ; 30 menit		
A9	40 °C ; 35 menit		
A10	40 °C ; 40 menit		

Lampiran 5. Perhitungan yield akrolein

Sampel A15 (50 °C ; 40 menit)

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.786	1	VB +	4.21597e-2	2.60174e-1	1.09689e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Area	=	1232,70220	x Amt	-	13,479181
4,21597e-2	=	1232,70220	x Amt	-	13,479181
Amt	=	area + 13,479181/1232,70220			
	=	1,09689,E-02			
ρ produk	=	1,02108		BM akrolein	56,06 gr/mol
volume produk	=	98		mol gli. mula2	0,183644 mol
massa produk	=	100,06584			
massa akrolein	=	amt x massa produk			
	=	1,09761			
mol akrolein	=	massa akrolein/BM akrolein			
	=	0,019579173			
Yield akrolein	=	mol akrolein/mol gliserol mula-mula			
	=	10,66 %			

Lampiran 6. Hasil Analisa GC

Sampel 1

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.783	1	VV +	4.66397e-2	2.52458e-2	1.17746e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 2

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.996	1	VV +	8.36201e-2	1.42836e-2	1.19449e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 3

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.783	1	VB +	1.44453e-2	8.04903e-2	1.16271e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 4

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.658	1	VB +	1.40558e-2	8.27082e-2	1.16253e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 5

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.639	1	VB +	5.79132e-2	2.04206e-2	1.18262e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 6

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.821	1	VV +	3.78942e-2	3.09665e-2	1.17345e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 7

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.773	1	VV +	9.85352e-2	1.21909e-2	1.20123e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 8

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.782	1	VV +	1.00376e-1	1.09748e-1	1.10161e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 9

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.668	1	VV +	4.89262e-2	2.24303e-1	1.09744e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 10

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.851	1	VV +	2.35244e-1	4.72934e-2	1.11255e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 11

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.689	1	VV +	4.73558e-2	2.31716e-1	1.09731e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 12

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.653	1	VB +	2.20464e-1	5.04096e-2	1.11135e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 13

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.900	1	VV +	4.78635e-2	2.29266e-1	1.09735e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 14

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.991	1	VV +	4.68042e-2	2.34437e-1	1.09726e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 15

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.786	1	VB +	4.21597e-2	2.60174e-1	1.09689e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 16

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.724	1	VV +	5.07353e-2	2.16335e-1	1.09758e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 17

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.805	1	VV +	2.53341e-1	4.39731e-2	1.11402e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 18

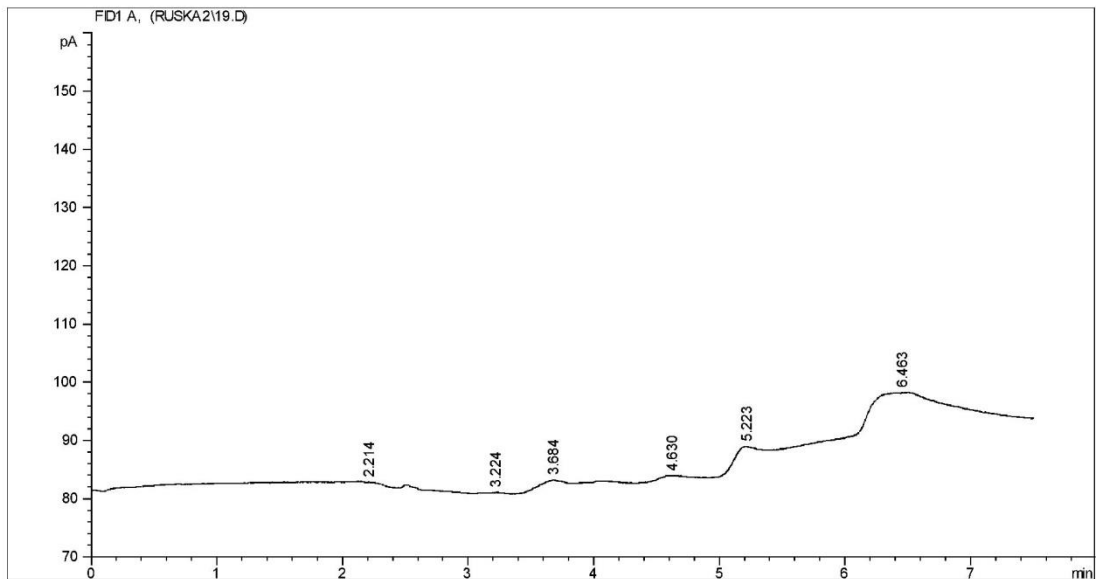
RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
6.084	1	VV +	2.71484e-2	4.03585e-1	1.09567e-2		Acrolein

*** End of Report ***

Sampel 20

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.802	1	VV +	2.95321e-1	3.78376e-2	1.11742e-2		Acrolein

*** End of Report ***



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\RUSKA2\19.D Sample Name: 19
Instrument 1 4/24/2018 4:42:36 PM

HP-1 1uL DIRECT

```
=====
Injection Date   : 4/24/2015 4:30:15 PM
Sample Name      : 19
Acq. Operator    :
Location         : Vial 1
Inj              : 1
Inj Volume       : Manually
Method           : C:\HPCHEM\1\METHODS\ACROHP1.M
Last changed     : 4/24/2015 3:41:15 PM
                  (modified after loading)
=====
```

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

```
=====
Sorted By       : Retention Time
Calib. Data Modified : 4/24/2015 3:41:12 PM
Multiplier      : 1.0000
Dilution        : 1.0000
=====
```

Signal 1: FID1 A,

RetTime [min]	Sig	Type	Area [pA*s]	Amt/Area	Amount [% (b/b)]	Grp	Name
5.685	1	VV +	4.67239e-2	2.52011e-4	1.17750e-3		Acrolein

*** End of Report ***

Lampiran 7. Perhitungan Konversi Gliserol

Sampel A15 (50 °C ; 40 menit)				
Data Umpan				
pikno kosong	=	16,2070	Gram	ρ air = 1,001 gr/ml
pikno + sampel	=	26,3165	Gram	
Volume pikno	=	10	ml	
ρ gliserol	=	((Massa pikno + sampel) - (massa pikno kosong)) / volume pikno		
	=	1,0110	gr/ml	
massa sampel yg dititrasi	=	0,3352	Gram	
Vol. titran (NaOH)	=	49,5	ml	= 0,0495 liter
Kons. Titran	=	0.01	N	
BM gliserol	=	92.09	gr/mol	
Kadar Gliserol	=	((Vol. titrasi x Kons. NaOH x BM gliserol)/Massa sampel yg dititrasi))x 100		
	=	16,73	%	= 0,1673
Vol. Umpan	=	100	ml	
massa gliserol mula-mula	=	Kadar gliserol x vol. umpan x roh gliserol		
	=	16,91361	gr	
mol gliserol mula-mula	=	massa gliserol mula-mula /BM gliserol		
	=	0,183644	mol	
Data Sampel				
pikno kosong	=	16,2058	gram	ρ air = 1.001
pikno + sampel	=	26,4182	gram	
Volume pikno	=	10	ml	
ρ gliserol dlm produk	=	((massa pikno + sampel) - (massa pikno kosong)) / volume pikno		
	=	1,0211	gr/ml	
massa sampel yg dititrasi	=	0,3405	gram	
Vol. titran (NaOH)	=	26	ml	= 0,026 liter
Kons. Titran	=	0,0124	mol/ltr	
BM gliserol	=	92,1	gr/mol	
Kadar Gliserol dlm produk	=	((Vol. titrasi x Kons. NaOH x BM gliserol)/Massa sampel yg dititrasi))x 100		
	=	8,72	%	= 0,087204
Vol. produk	=	98	ml	
massa gliserol akhir	=	Kadar gliserol x vol. produk x ρ gliserol		
	=	8,726164	gr	
mol gliserol akhir	=	massa gliserol akhir /BM gliserol		
	=	0,094747	mol	
Konversi Gliserol	=	(mol gliserol mula-mula - mol gliserol akhir)/mol gliserol mula-mula		
	=	48,4075	%	