Pemurnian Gliserol Dari Limbah Produksi Biodiesel Dan Pemanfaatannya Sebagai Substrat Pada Sintesis Mono-digliserida

Eka Kurniasih[1,2], Rahmi[3*], Muhammad Dani Supardan[4], Darusman[5]

[1]Program Studi Doktor Ilmu Pertanian, Universitas Syiah Kuala, Banda Aceh 23111
[2]Program Studi Teknologi Rekayasa Kimia Industri, Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Lhokseumawe, Kota Lhokseumawe 24301
[3]Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Alam, Universitas Syiah Kuala, Banda Aceh 23111
[4]Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Syiah Kuala, Banda Aceh 23111
[5]Departemen Ilmu Tanah, Fakultas Pertanian, Universitas Syiah Kuala, Banda Aceh 23111
Email : rahmi@usk.ac.id

ABSTRACT

Mono-diglyceride (MDAG) is enzymatically synthesized using glycerol and crude palm kernel oil (MISM). This study aims to (1) utilize crude glycerol from purified biodiesel production waste as a substrate for MDAG synthesis, and (2) obtain the effect of glycerol:MISM ratio on the increase of MDAG saponification number. Crude glycerol was purified through the acidification-neutralization method. The acidification reaction was carried out at 70°C, for 1 hour, stirring at 300 rpm with the addition of 85% H_3PO_4 (food grade). The neutralisation reaction was carried out at 60^{o}C, for 1 hour, stirring 300 rpm, with the addition of 12.5 M NaOH to pH 7. At the neutralization stage, phosphate salts were formed and separated by centrifugation and decantation. The glycerol content increased from 30.78% to 83.37% after purification. The characteristics of the glycerol after purification were clear (0.2 yellow scale), density 1.258 g.cm^{-3}, and moisture content 0.563%. The refined glycerol was reacted with MISM at 30-33^{o}C, for 480 minutes, constant stirring at 400 rpm. The enzymatic reaction took place using 0.05% (w/w) Novozyme®435 as a biocatalyst. The results showed that glycerol from the purification process can be utilized as a substrate in the synthesis of MDAG. Dunnet's Comparison Test found that the use of glycerol: MISM ratio between 2:-7:1 mol showed a significant effect on saponification number. The optimal saponification number was obtained at a substrate ratio of 4:1 mole (glycerol: MISM) of 285.53 mg KOH.g^{-1}.

Keywords: *Acidification, Enzymatic, Glycerol, Mono-diglycerides, Purified*

ABSTRAK

Mono-digliserida (MDAG) disintesis secara enzimatis menggunakan gliserol dan minyak inti sawit mentah (MISM). Penelitian ini bertujuan untuk (1) memanfaatkan gliserol mentah dari limbah produksi biodiesel yang telah dimurnikan sebagai substrat untuk sintesis MDAG, serta (2) mendapatkan pengaruh rasio gliserol:MISM terhadap peningkatan bilangan penyabunan MDAG. Gliserol mentah dimurnikan melalui metode asidifikasi-netralisasi. Reaksi asidifikasi dilakukan pada temperatur 70^{o}C, selama 1 jam, pengadukan 300 rpm dengan penambahan H_3PO_4 85% (*food grade*). Reaksi netralisasi dilakukan pada temperatur 60^{o}C, selama 1 jam, pengadukan 300 rpm, dengan penambahan NaOH 12,5 M hingga pH 7. Pada tahap netralisasi terbentuk garam posfat yang dipisahkan metode sentrifusi dan dekantasi. Kadar gliserol meningkat dari 30,78% menjadi 83,37% setelah pemurnian. Karakteristik gliserol hasil pemurnian berwarna jernih (skala 0,2 kuning), densitas 1,258 g/cm^3 dan kadar air 0,563%. Gliserol hasil pemurnian direaksikan dengan MISM pada temperatur 30-33^{o}C, selama 480 menit, pengadukan konstan 400 rpm. Reaksi enzimatis berlangsung menggunakan 0,05% (b/b) *Novozyme®435* sebagai biokatalis. Dari hasil penelitian diketahui bahwa gliserol dari proses pemurnian dapat dimanfaatkan sebagai substrat dalam sintesis MDAG. Berdasarkan *Dunnet's Comparison Test*, diketahui penggunaan rasio gliserol:MISM antara 2:-7:1 mol menunjukkan pengaruh signifikan terhadap bilangan penyabunan. Bilangan penyabunan optimal diperoleh pada rasio substrat 4:1 mol (gliserol : MISM) sebesar 285,53 mg KOH/g.

Kata kunci: Asidifikasi, Enzimatis, Gliserol, Mono-digliserida, Pemurnian

PENDAHULUAN

Mono-digliserida (MDAG) adalah emulsifier yang terdiri dari campuran monogliserida (MAG) dan Digliserida (DAG). Menurut *Food Agricultural Organization* (FAO), MDAG komersial tersusun atas ±30% MAG dan ±70% DAG [1]. MDAG banyak digunakan sebagai bahan tambahan pangan khususnya pada industri *bakery* karena mampu meningkatkan aerasi dalam adonan. Penambahan emulsifier dapat meningkatkan kekuatan gluten untuk menahan gas CO_2 sehingga menghasilkan adonan yang lebih mengembang dan elastis [2]. Adonan yang mengembang tersebut dapat menjadikan tekstur produk *bakery* menjadi lebih *soft* setelah dipanggang [3].

MDAG komersial disintesis dari gliserol yang direaksikan dengan asam lemak dengan penambahan NaOH sebagai katalis pada temperatur 200-250^{o}C [4]. Penggunaan NaOH berpeluang meninggalkan residu (sabun) di produk akhir. Meningkatnya perhatian pada kesehatan dan jaminan keamanan pangan, menjadi pertimbangan tersendiri dalam pengembangan sintesis MDAG melalui reaksi enzimatis menggunakan bahan nabati. Ditambah dengan harga bahan baku khususnya gliserol yang semakin mahal, menjadi salah satu alasan meningkatnya biaya produksi. Salah satu sumber gliserol yang potensial tetapi belum dimanfaatkan secara optimal berasal dari produksi biodiesel. Biodiesel yang diproduksi melalui reaksi transesterifikasi menghasilkan gliserol mentah dalam jumlah besar. Untuk setiap 1 mol trigliserida yang direaksi dengan alkohol untuk memproduksi biodiesel, dapat diperoleh 3 mol biodiesel dan 1 mol gliserol mentah [5]. Kementrian ESDM menetapkan kapasitas biodiesel Indonesia mencapai 13,4 juta kilo liter dan diperoleh gliserol mentah ±2,9 juta kilo liter. Dengan ketersedian gliserol mentah yang melimpah, maka terdapat jaminan kontinuitas bahan baku apabila untuk sintesis MDAG.

Gliserol mentah harus melewati tahapan purifikasi sebelum digunakan sebagai substrat karena memiliki kadar kemurnian yang rendah berkisar 30-40%. Gliserol mentah mengandung asam lemak bebas, metanol, sisa trigliserida dan zat pengotor lainnya [6]. Terdapat berbagai metode untuk meningkatkan kemunian gliserol mentah, diantaranya adsorbsi [2],[3],[8],[9], adsorbsi-pengasaman [10], asidifikasi [11], hidrolisis [12], transesterifikasi [13], asidifikasi-netralisasi [14]. Hasil penelitian sebelumnya mampu meningkatkan kemurnian gliserol mentah hingga 80-90%. Diantaranya metode pemurnian yang telah diterapkan, metode asififikasi-netralisasi lebih mudah diterapkan dan menggunakan waktu reaksi yang cukup singkat ± 30-60 menit. Bahan reaksi yang digunakan digunakan bersifat *food grade* sehingga lebih aman bagi kesehatan dan meminimalisasi dan memudahkan pengelohan limbah akhir.

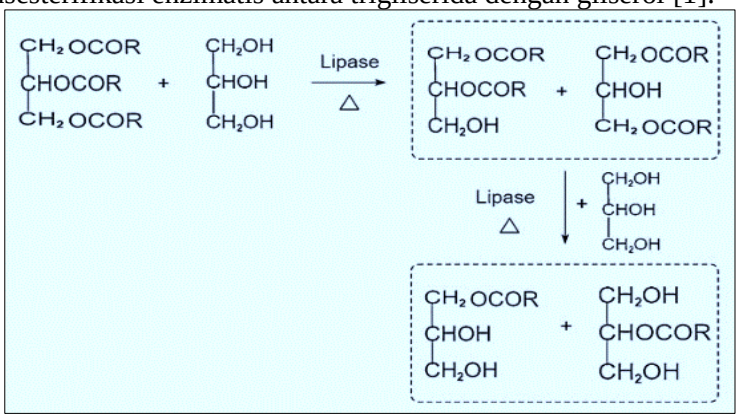
Dalam penelitian ini, dilakukan pemurnian gliserol mentah menggunakan metode asidifikasi-netralisasi untuk meningkatkan kemurnian gliserol mentah yang berasal dari produksi biodiesel. Selanjutnya gliserol tersebut direaksikan dengan minyak inti sawit mentah (MISM) digunakan sebagai substrat dalam sintesis MDAG secara enzimatis. Sebagai biokatalis digunakan *Novozyme® 435* yang diketahui selektif pada substrat yang mengandung asam lemak rantai menengah hingga panjang seperti MISM. Pengaruh rasio gliserol:MISM terhadap kualitas produk dianalisis melalui analisis varian.

TINJAUAN PUSTAKA

Mono-digliserida

Konsumsi MDAG terbesar berasal dari industri pangan, dan terus meningkat 4-6% pertahunnya. Berkisar 70% MDAG yang digunakan dalam industri pangan berstatus GRAS (*Generally Recognize as Safe*), sehingga diakui aman untuk dikonsumsi jangka panjang [15]. Tingginya pemanfaatan MDAG sebagai emulsifier berhubungan dengan struktur molekulnya. MDAG diklasifikasikan sebagai pengemulsi non ionik dengan satu hingga dua gugus asam lemak dan gugus hidroksil bebas yang terikat pada satu satu molekul gliserol. Bagian rantai asil lemaknya bersifat lipofilik sehingga mudah bercampur dengan minyak dan lemak, dan gugus hidroksilnya bersifat hidrofilik sehingga mudah bercampur dengan air [1]. MDAG dari asam lemak jenuh seperti MISM mampu menurunkan penggunaan lemak secara keseluruhan, namun tetap menghasilkan tekstur produk yang berkualitas [16]. Berkaitan dengan aplikasinya pada industri pangan, maka sintesis MDAG melalui reaksi enzimatis dapat memberikan jaminan keamanan pangan karena tidak melibatkan bahan toksik. Produksi MDAG transesterifikasi enzimatis menggunakan enzim lipase memiliki beberapa keunggulan, yaitu (1) temperatur moderat (<80^{o}C), (2) pemurnian produk

lebih mudah, (3) selektifitas produk utama lebih tinggi, (4) enzim lipase dapat direcovery [17]–[19]. Berikut reaksi transesterifikasi enzimatis antara trigliserida dengan gliserol [1].



Gambar 1. Mekanisme Reaksi Enzimatis Antara Gliserol dan MISM Menggunakan *Novozyme® 435*

Gliserol

Gliserol mentah dari produksi biodisel dikategorikan sebagai limbah berdasarkan *Schedule S181 dari Environmental Regulations* yang disimpan dalam drum dan dibuang [20]. Dikarenakan proses pembuangan gliserol mentah cenderung mahal, dan akan menimbulkan dampak bagi lingkungan, maka dilakukan proses pemurnian yang dapat memberi *profit* bagi produsen biodiesel dan menjadikan produksi biodiesel *zero waste*. Sejalan dengan hal tersebut, gliserol merupakan salah satu produk kimia dengan tingkat kegunaan yang tinggi di beberapa industri, khususnya industri emulsifier salah satunya MDAG. Pemurnian gliserol mentah meningkatkan kegunaan dan nilai ekonominya guna menjaga kontinuitas bahan baku. Gliserol dengan kemurnian diatas 80% memiliki warna jernih, tidak beraroma, dan bersifat viskos. Gliserol digolongkan sebagai alkohol menurut IUPAC dengan nama 1,2,3-propanetriol, yang larut dalam semua rasio dengan air dan bersifat higroskopis [21].

METODE

Bahan

Penelitian ini menggunakan gliserol mentah yang berasal dari produksi biodiesel skala laboratorium. MISM berasal dari PTPN 4 Perkebunan Pabatu, Sumatera Utara. MISM berwana kuning tua, asam lemak bebas (ALB) sebesar 5,45% dan membeku pada temperatur <30^{o}C. Novozyme® 435 (dari *Candida antarctica* immobile) berasal dari Novozyme Inc. Untuk pemurnian gliserol mentah, digunakan H_3PO_4 85% (*food grade*), NaOH dan aquadest. Reagensia lainnya yaitu n-heksana, KOH, C_2H_5OH, NaOH dan phenolphthalein dalam kualitas *pure analytic* (p.a).

Pemurnian Gliserol Mentah Menggunakan Metode Asidifikasi-Netralisasi

Prosedur Tahap Asidifikasi

Menyiapkan 1.000 ml gliserol mentah dan melakukan proses penguapan untuk menghilangkan air dan metanol yang terbawa dari tahap sebelumnya. Selanjutnya gliserol mentah direaksikan dengan H_3PO_4 85% (*food grade*) pada temperatur 70^{o}C, pengadukan konstan 300 rpm selama 1 jam. Pada akhir reaksi asidifikasi, terbentuk dua *layer* yang dipisahkan dengan metode dekantasi. *Layer* pertama mengandung asam lemak bebas (ALB) dan *layer* kedua merupakan lapisan gliserol yang bercampur dengan H_3PO_4, garam anorganik dan air.

Prosedur Tahap Netralisasi

Lapisan bawah dilanjutkan ke tahap netralisasi dengan menambahkan NaOH 12,5 M sedikit demi sedikit hingga pH campuran 7 (netral). Reaksi netralisasi dilakukan pada temperatur 60^{o}C selama 1 jam dengan pengadukan konstan 300 rpm. Pada akhir tahap netralisasi diperoleh endapan garam posfat. Garam posfat dipisahkan dari gliserol melalui proses sentrifugasi pada 3.000 rpm selama 20 menit. Selanjutnya dilakukan dekantasi untuk memisahkan gliserol dengan garam posfat. Gliserol yang masih

mengandung air, diuapkan pada temperatur 110^{o}C untuk meningkatkan kadar gliserol. Selanjutnya melakukan analisis karakteristik fisika dan kimia pada gliserol hasil pemurnian.

Sintesis Mono-digliserida Dari Gliserol dan Minyak Inti Sawit Mentah Dengan Novozyme® 435

Substrat terdiri terdiri dari 100 g MISM dan 8,6 ml gliserol (1:1 mol), dihomogenkan dengan penambahan 300 ml n-heksana. Reaksi dilangsungkan pada reaktor kaca yang dilengkapi dengan kondensor untuk mencegah penguapan pelarut dan termokopel untuk menjaga kestabilan tempertaur reaksi. Waktu reaksi dihitung saat ditambahkan *Novozyme® 435* kedalam campuran reaksi. Reaksi berlangsung selama 480 menit pada temperatur 30-33^{o}C dengan kecepatan pengadukan konstan 400 rpm. Setelah waktu reaksi selesai dilakukan separasi produk MDAG.

Pemisahan Produk Mono-digliserida Dari Campuran Reaksi

Tahap pertama adalah pemisahan campuran MDAG dengan *Novozyme®435* melalui proses filtrasi. Filtrasi dengan dilakukan secara vakum untuk mempercepat pemisahan. Selama filtrasi berlangsung, dapat ditambahkan dengan n-heksan untuk mengencerkan campuran reaksi. Filtrat adalah MDAG, gliserol, MISM yang tidak bereaksi dan n-heksan yang dipisahkan dengan metode dekantasi. Untuk menghilangkan sisa n-heksan yang dalam MDAG dilakukan penguapan pada 90^{o}C tekanan 420 mmHg. Selanjutnya dilakukan analisis bilangan penyabunan.

Analisis Bilangan Penyabunan

Menimbang ± 5 g sampel MDAG dan masukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian menambahkan 50 ml larutan KOH etanolik 0,5 N. Memanaskan sampel selama 60 menit, pengadukan konstan 400 rpm. Untuk mencegah penguapan digunakan kondensor yang dialiri dengan air pendingin. Mentritrasi sampel MDAG dengan HCl 0,1 N sampai muncul warna merah rosa yang bertahan selama ±30 detik. Melakukan titrasi blanko. Melakukan perhitungan bilangan penyabunan mengikuti persamaan 1.

$$\text{Bilangan Penyabunan} = \frac{(B - S)\,x\,N}{W} x\,56{,}1 \quad (1)$$

Dimana :
B = Volume HCl 0,5 N untuk titrasi blanko (ml)
S = Volume HCl 0,5 N untuk titrasi sampel (ml)
W = Berat sampel (g)

Rancangan Data Pengamatan

Sintesis MDAG disusun mengikuti rancangan faktorial 1 faktor, 10 level dan 4 kali ulangan. Data pengamatan dianalisis dengan *one way* ANAVA (analisis varian) dan uji *Dunnet's Test* menggunakan perangkat lunak Minitab 16. Rancangan data pengamatan disajikan pada Tabel 1.

Variabel Tetap
Temperatur reaksi = 30-33^{o}C
Waktu reaksi = 480 menit
Kecepatan pengadukan = 400 rpm
Rasio n-heksana = 300 ml
Massa MISM = 100 g
Rasio *Novozyme®435* = 0,05% (b/b)

Tabel 1. Rancangan Data 1 Faktor

Rasio Gliserol : MISM (Mol)	Bilangan Penyabunan (mg KOH/g)			
	1	**2**	**3**	**4**
1:1	$R_{1.1}$	$R_{2.1}$	$R_{1.3}$	$Y_{1.4}$
2:1	$R_{2.1}$	$R_{2.2}$	$R_{2.3}$	$Y_{2.4}$
3:1	$R_{3.1}$	$R_{2.3}$	$R_{3.3}$	$Y_{3.4}$
4:1	$R_{4.1}$	$R_{2.4}$	$R_{4.3}$	$Y_{4.4}$
5:1	$R_{5.1}$	$R_{2.5}$	$R_{5.3}$	$Y_{5.4}$
6:1	$R_{6.1}$	$R_{2.6}$	$R_{6.3}$	$Y_{6.4}$
7:1	$R_{7.1}$	$R_{2.7}$	$R_{7.3}$	$Y_{7.4}$

8:1	$R_{8.1}$	$R_{2.8}$	$R_{8.3}$	$Y_{8.4}$
9:1	$R_{9.1}$	$R_{2.9}$	$R_{9.3}$	$Y_{9.4}$
10:1	$R_{10.1}$	$R_{2.10}$	$R_{10.3}$	$Y_{10.4}$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Pemurnian Gliserol Mentah

Proses pemurnian diawali dengan menguapkan H_2O dan *unreacted* metanol yang terbawa pada saat separasi antara biodiesel dengan gliserol mentah pada temperatur 110^oC. Selanjutnya dilakukan reaksi asidifikasi dengan penambahan H_3PO_4 85% pada temperatur 70^oC [14]. Reaksi asidifikasi berlangsung selama 1 jam, dan selama reaksi berlangsung dilakukan pengadukan dengan kecepatan tetap 300 rpm. Reaksi asidifikasi bertujuan untuk menarik ion basa yang berasal dari katalis NaOH yang digunakan dalam produksi biodiesel yang terbawa bersama gliserol mentah. Pada akhir reaksi asidifikasi terbentuk dua layer, yaitu *layer* atas yang terdiri dari asam lemak bebas, trigliserida, karoten dan lainnya. Sementara *layer* bawah adalah gliserol dan H_3PO_4 yang telah mengikat ion basa. Kedua *layer* tersebut dipisahkan dengan metode dekantasi dan dilanjutkan ke tahap reaksi netralisasi. Reaksi netralisasi dilakukan dengan penambahan NaOH 12,5 M secara bertahap hingga pH 7 (netral). Penambahan NaOH membantu pembentukan garam posfat dari H_3PO_4 sesuai reaksi berikut :

$$NaOH_{(sol)} + H_3PO_{4(aq)} \longrightarrow Na_2(PO_4)_{3(sol)} + H_2O_{(aq)}$$

Penambahan NaOH akan menyebabkan pembentukan garam posfat, yang ditandai dengan terbentuknya lapisan-lapisan kecil menyerupai gel yang berada diatas permukaan campuran reaksi.



Gambar 2. Tahap Pemurnian Gliserol Mentah (a) Asidifikasi, (b) Netralisasi

Tahap berikutnya adalah sentrifugasi pada 3.000 rpm selama 20 menit, yang bertujuan untuk mengendapkan lapisan garam posfat tersebut agar mudah dipisahkan secara dekantasi. Setelah dipisahkan, maka yang tersisa adalah gliserol dan air (*sweet water*). Air dapat berasal dari hasil samping dari proses asidifikasi dan netralisasi. Untuk mendapatkan gliserol dengan kadar yang lebih tinggi, dilakukan penguapan air pada temperatur 110^oC, tekanan 420 mmHg menggunakan *rotary evaporator* hingga tidak ada lagi air yang menetes. Selanjutnya karakteristik fisika dan kimia dari produk dianalisis menggunakan metode kualitatif dengan gliserol 85% (p.a) sebagai pembanding [22].

Hasil Analisis Karakteristik Dari Gliserol Purifikasi

Karakteristik gliserol sebelum dan sesudah purifikasi menunjukkan perubahan yang signifikan. Kemurnian gliserol mengalami peningkatan dari 30,78% menjadi 83,37% dan telah memenuhi batas minimal dari standar BS 2621:1979 [22]. Obsevarsi visual dari gliserol purifikasi memiliki warna bening, sementara pengukuran menggunakan metode *Lovibond Colour Tentometer F* menunjukkan skala 0,2 kuning dan gliserol mentah pada skala 1,1 merah/8,0 kuning. Metode ini dapat digunakan untuk mengukur skala warna suatu bahan pada kondisi transparan namun memiliki warna [23]. Hal ini menunjukkan bahwa reaksi asidifikasi dan netralisasi mampu mengikat sisa asam lemak bebas, trigliserida, karoten dan impurities sehingga warna gliserol setelah pemurnian berubah menjadi jernih.

Densitas gliserol purifikasi juga mendekati standar BS 2621:1979, dan meningkat dibandingkan gliserol mentah, karena air telah diuapkan dari produk akhir. Kadar air dan kadar abu juga telah memenuhi standar minimum. Kadar air digunakan untuk mengukur kadar air yang terikat atau tersisa didalam suatu bahan. Meskipun kadar air gliserol mentah masih memenuhi standar BS 2621:1979, namun kadar air dalam batasan tertentu dapat mengganggu aktivitas enzim lipase mengingat gliserol purifikasi

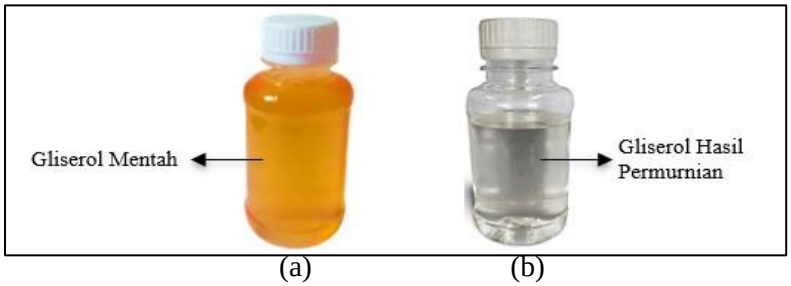
ISSN 2775-5630

akan digunakan sebagai substrat dalam sintesis MDAG. Kadar abu berasal dari kandungan komponen anorganik dan mineral, ataupun sisa proses oksidasi (pembakaran) dari komponen organik yang masih tersisa dalam suatu bahan. Kadar abu dari suatu produk dapat menunjukkan tingkat kemurnian, kontaminasi serta kebersihan suatu produk yang dihasilkan [24]. Produk gliserol setelah pemurnian memiliki kesesuaian karakteristik dengan hasil penelitian [25] yang melakukan purifikasi gliserol dari produk samping produksi biodiesel menggunakan reaksi asidifikasi dan adsorpsi. Berikut adalah karakteristik dari gliserol mentah (sebelum pemurnian) dan sesudah proses pemurnian.

Tabel 2. Sifat Fisika Dan Kimia Dari Gliserol Mentah dan Gliserol Setelah Pemurnian

No	Parameter	Gliserol Mentah	Gliserol Setelah Pemurnian	BS 2621:1979
1	Kadar Gliserol	30,78%	83,37%	>80%
2	Warna	Kuning-Cokelat	Bening	Bening
3	Densitas (gr/cm^3)	1,186	1,2580	1,2671
4	Kadar air	2,049%	0,563%	<10%

Berdasarkan hasil analisis karakteristik, dapat disimpulkan bahwa gliserol hasil pemurnian layak digunakan sebagai substrat pada sintesis MDAG menggunakan biokatalis Novozyme® 435.

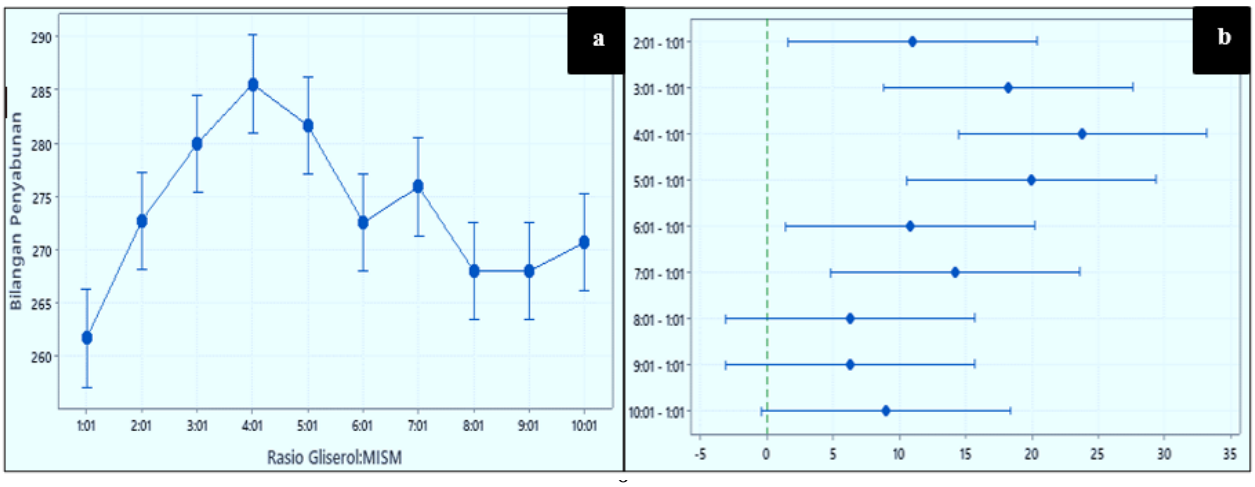


(a) (b)

Gambar 3. Perubahan Warna Gliserol (a) Gliserol Mentah, (b) Gliserol Setelah Pemurnian

Pemanfaatan Gliserol Purifikasi Sebagai Substrat Pada Sintesis Mono-gliserida

Sintesis MDAG dilakukan dengan mereaksikan gliserol dengan MISM pada temperature 30^{o}C. Gliserol bertindak sebagai reaktan pembatas yang mendorong reaksi ke arah produk. Tetapi konsentrasi gliserol yang berlebihan menyebabkan reaksi balik dan kejenuhan sistem reaksi sehingga menghambat pembentukan MDAG. Pada penelitian ini digunakan bilangan penyabunan sebagai indikator dari kuantitas MDAG yang terbentuk. Bilangan penyabunan adalah kuantitas basa (dalam satuan milligram) yang dibutuhkan untuk menyabunkan satu gram sampel lemak atau minyak. Bilangan penyabunan menjadi salah satu parameter penting dalam menentukan kualitas produk turunan trigliserida, termasuk MDAG. Bilangan penyabunan yang tinggi menunjukkan banyaknya asam lemak yang terikat pada basa. Sehingga semakin tinggi bilangan penyabunan maka bilangan asam semakin rendah, yang menunjukkan dengan lebih banyak asam lemak yang berikatan dengan gliserol membentuk MDAG dibandingkan asam lemak yang bebas. Berikut adalah pengaruh volume gliserol terhadap peningkatan bilangan penyabunan MDAG.



Gambar 5. Korelasi Konsentrasi Gliserol : MISM (Mol) Terhadap Bilangan Penyabunan MDAG (a) Interval Plot, (b) Individual Plot Metode *Dunnet;s Comparisons Test*

Berdasarkan hasil ANAVA, diketahui bahwa peningkatan rasio gliserol : MISM menunjukkan pengaruh signifikan terhadap peningkatan bilangan penyabunan produk (*p-value* = <0,05). Hasil analisis ANAVA dengan Minitab 16 ditampilkan pada Tabel 2.

Tabel 3. Hasil Uji Analisis Varian

Parameter	DF	Adj SS	Adj MS	F-*Value*	P-*Value*
Rasio Gliserol:MISM	9	1.870,2	207,80	10,30	0,000
Error	30	605,0	20,17		
Total	39	2475,2			

Hipotesis :
$H_o = \mu1 = \mu2 = \mu3 = \mu4$ (rata-rata bilangan penyabunan untuk tiap rasio substrat adalah sama)
$H_1 = \mu1 \neq 0$ (ada rasio substrat yang rata-rata bilangan penyabunannya tidak sama)

Berdasarkan output ANAVA, digunakan nilai α sebesar 0,05 dan menunjukkan nilai F-*value* = 10,30. Nilai distribusi pada $F_{(5\%;4,35)}$ adalah 2,65 sehingga nilai F hitung > dari F tabel. Maka keputusannya adalah menerima H_1 dan menolak H_o. Dengan kesimpulan awal terdapat rasio gliserol : MISM dengan bilangan penyabunan yang tidak sama. Analisis ANAVA diperkuat melalui *Dunnet's Test* menggunakan rasio gliserol:MISM pada 1:1 mol sebagai kontrol. Uji *Dunnet's Comparison Test* (Gambar 5.b) menunjukkan hanya rasio 8:1; 9:1 dan 10:1 (gliserol:MISM) yang tidak memiliki perbedaan bilangan penyabunan yang cukup signifikan dengan kontrol. Sementara rasio 2:1-7:1 mol (gliserol:MISM) menunjukkan perbedaan yang signifikan terhadap kontrol. Dalam sintesis MDAG, bilangan penyabunan berbanding terbalik dengan bilangan asam. Semakin tinggi bilangan penyabunan, maka kualitas produk turunan trigliserida semakin baik karena hanya sedikit asam lemak yang bebas. Bilangan penyabunan MISM awal sebesar 248, 77 mg KOH/g, sedangkan bilangan penyabunan untuk rasio 2:1-7:1 berkisar 272,55-285,53 mg KOH/g. Rerata bilangan penyabunan tertinggi diperoleh pada rasio 4:1 mol (gliserol : MISM) sebesar 285,53 mg KOH/g.

KESIMPULAN

Gliserol mentah yang telah melewati tahap pemurnian melalui reaksi asidifikasi-netralisasi dapat digunakan sebagai substrat pada sintesis MDAG. Pemurnian gliserol mentah berhasil meningkatkan kadar gliserol dari 30,78% hingga 83,37%. Sintesis MDAG dilakukan dengan memvariasikan rasio gliserol:MISM dari 1:1-10:1 (mol), dan diperoleh rerata bilangan penyabunan tertinggi pada rasio 4:1 mol. Berdasarkan analisis ANAVA 1 arah dan *Dunnet's Comparison Test*, diketahui penggunaan rasio gliserol:MISM antara 2:1-7:1 mol menunjukkan pengaruh yang signifikan terhadap peningkatan bilangan penyabunan MDAG.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Laboratorium Minyak Sawit di Pusat Penelitian Kelapa Sawit di Medan atas dukungan dan kerjasamanya dalam bidang penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

[1] S. Miao and D. Lin, *Monoglycerides: Categories, structures, properties, preparations, and applications in the food industry*. Elsevier, 2018. doi: 10.1016/B978-0-08-100596-5.21595-3.

[2] Y. Fu, R. Zhao, L. Zhang, Y. Bi, H. Zhang, and C. Chen. *Influence of acylglycerol emulsifier structure and composition on the function of shortening in layer cake*, Food Chemistry., vol. 249, pp. 213–221, 2018, doi: 10.1016/j.foodchem.2017.12.051.

[3] D. Setyaningsih and J. Suraya. 2021. *Pengaruh Penambahan Mono-Asilgliserol (MAG) Sebagai Emulsifier Produk Bakery*, Jurnal Teknologi Industri Pertanian., vol. 31, no. 2, pp. 198–210, 2021, doi: 10.24961/j.tek.ind.pert.2021.31.2.198.

[4] Kurniasih, E, Rahmi, Darusman, MD Supardan. *Transesterifikasi Enzimatis Mono-Digliserida : Efek Peningkatan Rasio Pelarut N-Heksana Terhadap Aktifitas Enzim Lipase Immobile Candida Antarctica Dalam Meningkatkan Konversi Substrat*. Seminar Nasional Sains dan Teknologi, 2023, pp. 7–13.

[5] Kurniasih, E and P. Pardi. *Estimating the opportunities of ester content improvement through variation of NaOH, KI and KIO_3 developed impregnators on activated natural zeolite catalyst for methyl ester synthesis*, *IOP Conference. Series Material Science Engineering*, vol. 725, no. 1, 2020, doi: 10.1088/1757-899X/725/1/012045.

[6] D. F. Muhammad, I. W. Susila. *Pengaruh Volume Berat Adsorben Daun Bambu Dalam Proses Adsorpsi Terhadap Kualitas Pemurnian Gliserol Dari Hasil Samping Biodiesel Biji Karet (Hevea Brasiliensis)*, Jurnal Teknik Mesin, vol. 11, no. 01, pp. 61–70, 2023.

[7] A. Rifa'i, Hanif.Y, Purnamastuti, F.N, Kalembang, E. *Pemurnian Gliserin Dengan Menggunakan Metode Adsorpsi Karbon Aktif Lokal*. Jurnal Inovasi dan Teknologi Material, vol. 1, no. 2, pp. 1–6, 2020, doi: 10.29122/jitm.v1i2.3578.

[8] S. Nadeak, J. Mentari Hasibuan, L. Widya Naibaho, and M. Suriani Sinaga. *Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Ayam Sebagai Adsorben Pada Pemurnian Gliserol Dengan Metode Asidifikasi Dan Adsorpsi*. *Jurnal Teknik Kimia, USU*, vol. 8, no. 1, pp. 25–31, 2019, doi: 10.32734/jtk.v8i1.1872.

[9] Dian Novitasari, Deasy Ratnasari, Setyawardhani, D.A. *Pemurnian Gliserol Dari Hasil Samping Pembuatan Biodiesel*. Jurnal Ekuilibrium, vol. 11, no. 1, pp. 13–17, 2012, doi: 10.30811/jstr.v4i2.35.

[10] Aziz, I, Las, T, dan D. A. Shabrina. *Pemurnian Crude Glycerol Dengan Cara Pengasaman dan Adsorpsi Menggunakan Zeolit Alam Lampung*. *Chemical Progress*, vol. 7, no. 2, pp. 66–73, 2014.

[11] Windi Monica Surbakti, Gerson Rico M.H, and Mersi Suriani Sinaga. Pengaruh Pelarut Kloroform Dalam Pemurnian Gliserol Dengan Proses Asidifikasi Asam Klorida', *J. Tek. Kim. USU*, vol. 5, no. 3, pp. 38–43, 2016, doi: 10.32734/jtk.v5i3.1543.

[12] M. Khariati. *Pemurnian Gliserol*, Jurnal Jejaring Material Dan Sains, vol. 4, no. 2, pp. 35–40, 2022.

[13] Y. W. Mirzayanti. *Pemurnian Gliserol Dari Proses Transesterifikasi Minyak Jarak Dengan Katalis Sodium Hidroksida*. Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi Terapan. 2013. Hal 267-273.

[14] Kurniasih, E., Adriana, Zaini, H. *Pemurnian gliserol dari unit produksi biodiesel untuk kebutuhan pangan dan farmasi*. Seminar Nasional Politeknik Negeri Lhokseumawe. 2020.

[15] D. Setyaningsih, B. Al Bashir, V. H. Silalahi, and N. Muna. *Purification of Mono-Diacylglycerol through Saponification and Solvent Extraction*. *International Journal Environmental Bioenergy*, vol. 11, no. 1, pp. 1–11, 2016.

[16] L. Manzocco, S. Calligaris, S. Da Pieve, S. Marzona, and M. C. Nicoli. *Effect of monoglyceride-oil-water gels on white bread properties*, *Food Resources International*, vol. 49, no. 2, pp. 778–782, 2012. doi: 10.1016/j.foodres.2012.09.011.

[17] Kristensen, Janni Brogaard., X. Xu, and H. Mu, 'Diacylglycerol Synthesis by Enzymatic Glycerolysis : Screening of Commercially Available Lipases', vol. 82, no. 5, 2005.

[18] Balqis, P dan Kurniasih, E. *Pemanfaatan Stearin Hasil Samping Teaching Factory Sebagai Bahan Baku Mono-digliserida*. *Tek. dan Teknol. Baristand*, vol. 15, 2020.

[19] Kurniasih, E. *Sintesa Mono-Digliserida Melalui Reaksi Gliserolisis*. Jurnal Reaksi, vol. 14, no. 1, pp. 25–28, 2014.

[20] M. S. Ardi, M. K. Aroua, and N. A. Hashim, 'Progress, prospect and challenges in glycerol purification process: A review', *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 42, pp. 1164–1173, 2015, doi: 10.1016/j.rser.2014.10.091.

[21] F. D. Pitt, A. M. Domingos, and A. A. C. Barros, 'Purification of residual glycerol recovered from biodiesel production', *South African J. Chem. Eng.*, vol. 29, no. June, pp. 42–51, 2019, doi: 10.1016/j.sajce.2019.06.001.

[22] British Pharmacopoeia Commision. *British Pharmacopoeia*. Vol 1., Stationery Office, 2007, p. 1828.

[23] Hadi, M. H. Hasnul Hadi, Ker.P.J, Thiviyathan,V.A, Tang, S.G.H et.al. *The Amber-Colored liquid: A review on The Color Standards, Methods of Detection*, Issues and Recommendations, Sensors, vol. 21, no. 20, Oct. 2021, doi: 10.3390/s21206866.

[24] Kristiandi, K, Maryam, A. *Analisis Kadar Air, Abu, Serat dan Lemak Pada Minuman Sirop Jeruk Siam (Citrus nobilis var. microcarpa)*. Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis dan Biosistem, vol. 9, no. 2, 2021, doi: 10.21776/ub.jkptb.2021.009.02.07.

[25] Sinaga, M dan Sinaga, N.S. *Pengaruh Rasio Berat Asidifikasi Dan Persen Berat Adsorben Terhadap Kemurnian Gliserol Dengan Metode Asidikasi Dan Adsorpsi*. Jurnal Chemical Process Engineering, Vol. Vol.4, no. 1 (2014), pp. 13-17. e-ISSN 265-2967, 2019.