

PENGARUH SUHU *LIQUEFACTION* TERHADAP KANDUNGAN GLISEROL PADA POLIOL DARI TISU DENGAN GLISEROL

Furqon Cipta Ismaya¹, Indra Budi Susetyo² dan Tri Yuni Hendrawati^{3*}

^{1,3}Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta

Jl. Cempaka Putih Tengah 27 Jakarta Pusat 10510

²Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi

Kawasan PUSPIPTEK, Serpong, Tangerang Selatan, Banten

*Email : yuni.hendrawati@ftumj.ac.id

ABSTRAK

Selulosa merupakan Polimer alam berupa zat karbohidrat dengan rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$. Metode yang digunakan untuk menghasilkan polioliol diantaranya hidrolisis, *liquefaction*, degradasi panas. Metode dalam penelitian ini adalah *liquefaction*. Selulosa direaksikan dengan gliserol dan katalis asam sulfat. Proses pemanasan menggunakan hot plate. Produk diencerkan dengan air untuk memisahkan residu dan polioliol. Kemudian dipisahkan dengan alat sentrifuge. Lapisan atas berupa polioliol diencerkan 1 ppm lalu diuji kandungan gliserolnya dengan alat GC-MS. Variabel dalam penelitian ini menggunakan variasi rasio selulosa/gliserol 1:3 (w/w) dan 1:4 (w/w) dengan suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C. Hasil analisis GCMS menunjukkan kandungan gliserol yang diperoleh melalui proses *liquefaction* memberikan nilai tertinggi untuk rasio 1:3 pada suhu 140°C dengan tinggi peak, yaitu 802135 dan nilai terendah pada suhu 180 °C dengan tinggi peak, yaitu 485635 dengan persamaan $y = -10,97x^3 + 5536x^2 - 93226x + 5E+07$ dengan $R^2=0,838$. Untuk rasio 1:4 kandungan gliserol tertinggi pada suhu 140°C dengan tinggi peak, yaitu 610249 dan nilai terendah pada suhu 180 °C dengan tinggi peak, yaitu 552589. Dengan persamaan $y = -10108x^4 - 11,94x^3 - 5576x^2 + 86057x - 4E+07$ dengan $R^2=0,958$ dengan x adalah suhu dan y adalah tinggi peak.

Kata kunci : Selulosa, Gliserol, Polioliol, Asam Sulfat, *liquefaction*

ABSTRACT

Cellulose is a natural polymer in the form of carbohydrate substances with the formula molecule $(C_6H_{10}O_5)_n$. The methods used to produce polyols include hydrolysis, liquefaction, heat degradation. The method in this research is liquefaction. Cellulose is reacted with glycerol and sulfuric acid catalyst. Heating process using hot plate. The product is diluted with water to separate residues and polyols. Then separated by a centrifuge. The top layer of polyol was diluted 1 ppm and then tested its glycerol content with GCMS. The variables in this study used variation of cellulose/glycerol ratio 1:3(w/w) and 1:4(w/w) with temperature of 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, and 180 °C. The result of GCMS analysis showed that the glycerol content obtained gave the highest value for 1:3 ratio at 140°C with peak height, that is 802135 and the lowest value at 180 °C with peak height, that is 485635 with the equation $y = -10,97x^3 + 5536x^2 - 93226x + 5E+07$ with $R^2=0,838$. For a ratio of 1:4 the highest glycerol content at 140°C with peak height, that is 610249 and the lowest value at 180 °C with peak height, that is 552589. With the equation $y = -10108x^4 - 11,94x^3 - 5576x^2 + 86057x - 4E+07$ with $R^2=0,958$ with x is time and y is peak height.

Keywords: Cellulose, Glycerol, Polyol, Sulphuric Acid, Liquefaction

PENDAHULUAN

Biomassa merupakan sumber energi yang mengacu pada bahan biologis yang berasal dari organisme /mahluk hidup. Biomassa terbentuk dari energi matahari yang telah ditransformasi menjadi energi kimia oleh tumbuhan hijau melalui proses fotosintesis

Selulosa merupakan biomassa yang berasal dari alam. Selulosa sangat berlimpah di

bumi yang banyak ditemukan di tumbuhan. Kandungan selulosa yang paling banyak terdapat pada batang tumbuhan. Selulosa merupakan Polimer alam berupa zat karbohidrat (Polisakarida) dengan rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$. Selulosa terkenal dengan rantai karbon yang panjang dan sulit dipisahkan. Oleh karena itu selulosa harus dihidrolisis dengan bantuan alkohol dan katalis

asam. Sehingga nantinya dapat dihasilkan polioliol dengan kualitas terbaik.

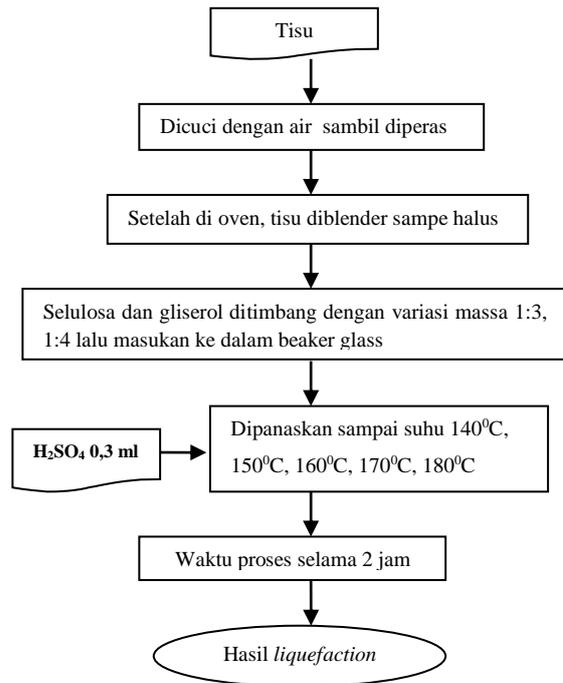
Polioliol merupakan salah satu bahan untuk pembuatan bahan plastik/polimer poliuretan, yang sehari-hari banyak digunakan sebagai busa, isolasi pada pipa, karpet, pengepakan, dan sebagainya yang selama ini diperoleh dari produk turunan minyak bumi. Mengingat minyak bumi merupakan bahan baku yang tidak dapat diperbaharui dan cadangannya terbatas, maka perlu dipertimbangkan bahan baku alternatif yang bersifat dapat diperbaharui (renewable) yakni selulosa.

METODOLOGI

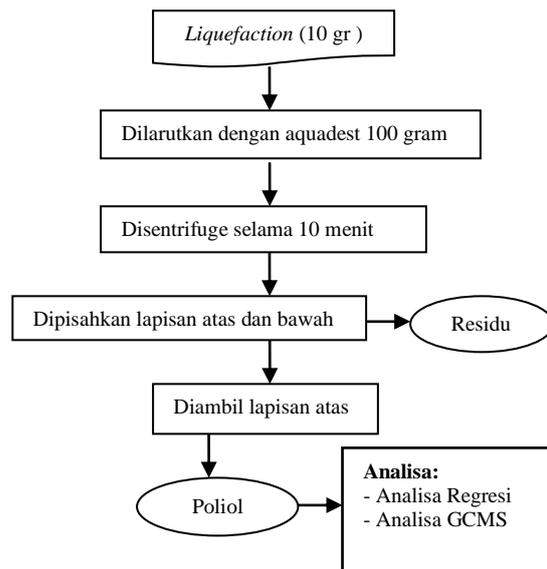
Alat yang digunakan dalam penelitian ini beaker glass leher Tiga (500 ml), termometer, erlenmeyer, hot plate, neraca, gelas ukur, alat pengaduk, motor dan power suplay, statif, klem, blender, oven, panci berisi minyak, magnetic stirrer, saringan, spatel, pipet volume, pipet tetes, botol sampel. Bahan baku utama yang digunakan pada penelitian ini adalah selulosa, gliserol dan asam sulfat. Sedangkan bahan analisa yang digunakan adalah etanol teknis 95%.

Pada pembuatan polioliol dari selulosa terdapat 3 pilihan metodologi yaitu, menggunakan metode hidrolisis, pencairan dan degradasi oleh panas. Pada Penelitian ini dipilih metode pencairan karena rangkaian alatnya mudah dan suhu yang digunakan tidak terlalu tinggi. Cara kerjanya dengan mencampurkan selulosa dengan gliserol dipanaskan dengan waktu 2 jam dan ditetaskan asam sulfat sebanyak 0,3 ml. Kemudian dipanaskan dengan variasi suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C.. Produk yang dihasilkan berupa cairan dan dimasukkan ke dalam alat sentrifuge untuk memisahkan padatan. Lapisan atas berupa cairan diencerkan 1 ppm lalu di uji kandungan gliserol pada polioliol menggunakan alat GC-MS.

Diagram Alir Penelitian



Gambar 1. Diagram Alir *liquefaction*



Gambar 2. Diagram alir pembuatan polioliol

HASIL DAN PEMBAHASAN**Data Hasil**

Penelitian ini dilakukan dengan melakukan pencairan menggunakan variabel rasio selulosa/glisierol (w/w) 1:3 dengan variabel Suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C dengan waktu 2 jam dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml.

Tabel 1. Perbandingan rasio berat selulosa/glisierol (w/w) 1 : 3 dengan variasi suhu.

No Sampel	Suhu (°C)	Berat bahan baku	
		Selulosa (gr)	Gliserol (gr)
Sampel 1	140	50	150
Sampel 2	150	50	150
Sampel 3	160	50	150
Sampel 4	170	50	150
Sampel 5	180	50	150

Untuk variabel rasio selulosa/glisierol (w/w) 1:4 dengan variabel Suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C dengan waktu 2 jam dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml.

Tabel 2. Perbandingan rasio berat selulosa/glisierol (w/w) 1 : 4 dengan variasi suhu.

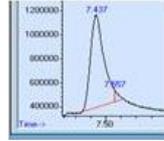
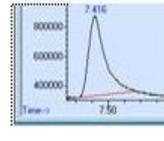
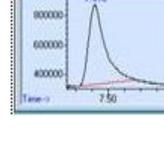
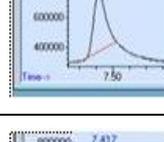
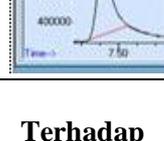
No Sampel	Suhu (°C)	Berat bahan baku	
		Selulosa (gr)	Gliserol (gr)
Sampel 6	140	50	200
Sampel 7	150	50	200
Sampel 8	160	50	200
Sampel 9	170	50	200
Sampel 10	180	50	200

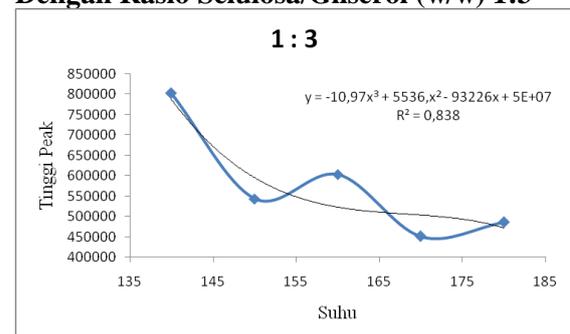
Setelah didapatkan hasil pencairan dari Selulosa dan Gliserol maka dilakukan proses sentrifuge dilakukan dengan pengambilan sampel sebanyak 10 gram + 100 gram aquadest. Selanjutnya diambil lapisan atas dan bawah sentrifuge.

Hasil Kandungan Gliserol

Dalam penelitian ini dilakukan pengujian kadar gliserol dengan rasio selulosa/glisierol (w/w) 1:3 dengan dengan variabel Suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C dengan waktu 2 jam dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml. Hasil kandungan gliserol secara lengkap disajikan pada gambar dibawah ini :

Tabel 3. Hasil GC-MS dengan rasio berat selulosa/glisierol (w/w) 1 : 3 dengan waktu 2 jam

Sampel	Suhu	Peak	Tinggi
1	140°C		802135
2	150°C		543145
3	160°C		503145
4	170°C		450750
5	180°C		485635

Pengaruh Suhu Terhadap Tinggi Peak Dengan Rasio Selulosa/Glisierol (w/w) 1:3

Gambar 3. Pengaruh suhu terhadap tinggi peak dengan rasio 1:3 pada waktu 2 jam

Tinggi peak pada suhu 140°C didapat sebanyak 802135, pada suhu 150°C didapat sebanyak 543145, pada suhu 160°C didapat sebanyak 603145, pada suhu 170°C didapat sebanyak 450750, pada suhu 180°C didapat sebanyak 485635.

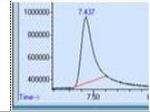
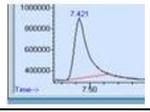
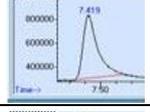
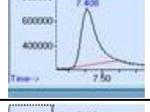
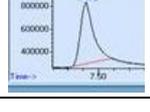
Pada rasio selulosa/glisierol (w/w) 1:3 dengan waktu 2 jam didapat tinggi peak tertinggi yaitu sampel 1 pada suhu 140°C dengan tinggi peak sebesar 802135 dan yang

paling rendah terjadi pada suhu 180°C dengan tinggi peak sebesar 485635.

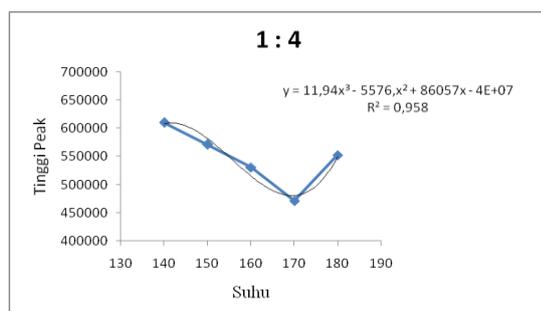
Persamaan yang didapat pada hubungan suhu terhadap tinggi peak dengan rasio selulosa/gliserosol (w/w) 1:3 dengan waktu 2 jam adalah sebagai berikut $y = -10,97 x^3 + 5536 x^2 - 93226x + 5E+07$ dengan $R^2=0,838$ yang mana y sebagai tinggi peak dan x sebagai suhu *liquefaction*.

Untuk variabel rasio selulosa/gliserosol (w/w) 1:4 dengan waktu 2 jam variabel Suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml. Hasil kandungan gliserol secara lengkap disajikan pada gambar dibawah ini :

Tabel 3. Hasil GC-MS dengan rasio berat selulosa/gliserosol (w/w) 1 : 3 dengan waktu 2 jam

Sampel	Suhu	Peak	Tinggi
1	140°C		610249
2	150°C		571467
3	160°C		530487
4	170°C		470949
5	180°C		552589

Pengaruh Suhu Terhadap Tinggi Peak Dengan Rasio Selulosa/Gliserosol (w/w) 1:3



Gambar 4. Pengaruh Suhu terhadap tinggi peak dengan rasio 1:4 pada waktu 2 jam

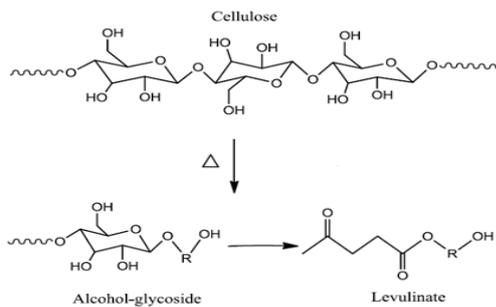
Tinggi peak pada suhu 140°C didapat sebanyak 610249, pada suhu 150°C didapat sebanyak 571467, pada suhu 160°C didapat sebanyak 530487, pada suhu 170°C didapat sebanyak 470949, pada suhu 180°C didapat sebanyak 552589.

Pada rasio selulosa/gliserosol (w/w) 1:3 dengan waktu 2 jam didapat tinggi peak tertinggi yaitu sampel 6 pada suhu 140°C dengan tinggi peak sebesar 610249 dan yang paling rendah terjadi pada suhu 180°C dengan tinggi peak sebesar 552589.

Persamaan yang didapat pada hubungan suhu terhadap tinggi peak dengan rasio selulosa/gliserosol (w/w) 1:4 dengan waktu 2 jam adalah sebagai berikut $y = 11,94x^3 - 5576x^2 + 86057x - 4E+07$ dengan $R^2=0,958$ yang mana y sebagai tinggi peak dan x sebagai suhu *liquefaction*.

Pembahasan penelitian

Pada proses pencairan selulosa ini menggunakan gliserol. Penelitian ini menggunakan rasio selulosa/gliserosol (w/w) 1:3 dan 1:4 dengan variabel Suhu 140°C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, dan 180 °C dengan penambahan katalis asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml. Proses *pencairan* ini berlangsung selama 2 jam. Tisu sebagai bahan utama dicuci terlebih dahulu lalu dikeringkan di oven pada suhu 110°C sampai 1 hari, setelah itu tisu diblender sampai halus. Tisu ditimbang sebanyak 50 gram dan gliserol ditimbang sebanyak 150 gram dan 200 gram. Didalam beaker glass leher 3 dimasukan tisu sebagai selulosa lalu ditambahkan gliserol sesuai perbandingan. Termometer dipasang didalam beaker galss leher 3. Dipanaskan sampai variabel suhu yang sudah ditentukan lalu ditambahkan katalis asam sulfat (H₂SO₄) sebanyak 3 ml. Proses pemanasan dilakukan di hot plate yang atasnya diletakan panci yang berisi minyak. Dalam proses pencampuran gliserol dan selulosa (tisu) dalam waktu dan suhu yang ditentukan akan membentuk gumpalan-gumpalan. Setelah penambahan asam sulfat gumpalan-gumpalan tersebut menjadi semi cairan. Sehingga membentuk hasil dari pencairan.



Gambar 5. Skema reaksi antara gliserol dan selulosa

Hasil dari *pencairan* ini masih terdapat residu sehingga harus dihilangkan terlebih dahulu untuk mendapatkan polioliol yang diinginkan. Sebanyak 10 gr hasil pencairan diencerkan dengan aquadest sebanyak 100 gr dengan menggunakan magnetic stirrer dan hot plate. Lalu disentrifuge selama 10 menit dan diambil lapisan atasnya. Kemudian lapisan atas diencerkan 1 ppm lalu diuji kadar gliserol menggunakan alat GC-MS.

SIMPULAN DAN SARAN

Dari data hasil penelitian mengenai *liquefaction* selulosa terhadap kandungan gliserol pada polioliol dari tisu dengan gliserol, maka dapat disimpulkan bahwa polioliol yang terbentuk dari reaksi selulosa dan gliserol belum mampu dideteksi melalui GCMS. Dari hasil GCMS variabel suhu mengambil peranan paling penting terhadap penurunan kadar gliserol. Semakin lama suhu yang dibutuhkan pada proses *liquefaction*, tinggi peak gliserol semakin turun .

Dari penelitian ini bahan baku tisu dapat diganti dengan bahan-bahan yang lain yang mengandung selulosa seperti limbah kayu, limbah koran bekas, dan kapas. Hasil dari penelitian kami dapat dikembangkan lagi menjadi produk poliuretana seperti elastomer, perekat, busa, cat dan lain-lain.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada BPPT atas fasilitas tempat penelitian dan pendanaannya. Kepada Prodi Teknik Kimia, Fakultas Teknik UMJ atas fasilitas yang diberikan.

DAFTAR PUSTAKA

Arumdaru, Hayuningtias. 2003. "Pengaruh Konsentrasi Lemak Sapi Terhadap Rendemen Gliserol Dengan Proses

Hidrolisis". Laporan Penelitian. Universitas Muhammadiyah Jakarta. Jakarta.

Chen, F dan Li. Yebo. 2006. "Preparation of rigid polyurethane foam from liquefied wheat straw,". Research Progress in Pulping and Papermaking, International Symposium on Emerging Technologies of Pulping and Papermaking, Guangzhou. China.

Clayden, Greeves, Warren, Wothers, 2008. "Organic Chemistry". Oxford University Press.

Cowd, Mickael. 1991. Kimia Polimer. ITB. Bandung.

Daniel, Swern. 1982. Bailey's Industrial Oil and Fat Products. Vol 2. 4th Edition.

Faleh, S.B dan Zainal, A. 2001. "The Study of Conversion from CPO to Polioliol". Universitas Diponegoro. Laporan Penelitian. Semarang.

Gala, Selfina. "Sintesa Polioliol dari Minyak Sawit dengan Reaksi Epoksidasi dan Hidroksilasi". Laporan Penelitian, Jurusan Teknik Kimia Universitas Fajar Makasar. Makasar.

Hart, Harold. 1983." Kimia Organik". Erlangga. Jakarta.

Ifa, La.2007. "Pengaruh Jenis Alkohol Tahap Hidroksilasi Pada Pembuatan Polioliol dari Minyak Sawit". Prosiding Simposium Nasional Polimer VI. Surabaya.

Ifa, La; Mahfud, Sumarno; Susianto, Qadaryah; Lailatul, Sabara dan Zakir, 2007, "Pembuatan polioliol dari minyak sawit melalui reaksi epoksidasi dan hidroksilasi". Majalah Polimer Indonesia. Vol. 12, No. 2, hal. 78. ITS. Surabaya.

Kurimoto, Y; Takeda, M; Koizumi, A; Yamauchi, S., Doi, S; and Tamura, Y. 2005." Recycling of waste wooden construction materials using wood-liquefaction system and steam-injection molding system". Mokuzai Kogyo. Vol. 74, No. 2, hal. 151-157. Jepang.

Liang, L; Mao, Z; Li, Y; Wan, C; Wang, T; dan Zhang, L. .2006. "Liquefaction of Crop Residues for Polyol Production,". Bio Resources. Vol. 1, No. 2, hal. 248-256. Tokyo.

Lye, OT. 2006. "Production of Moulded Palm-Based Flexible poliuretana Foams".

- Journal of Palm Research. Vol.18 June 2006 p.198-203.
- Neny, dan Imron. 2004. "Pembuatan Polioli dari CPO dengan Reaksi Epoksidasi dan Hidroksilasi". Laporan Penelitian Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS. Surabaya.
- Nuringtyas, Tri Rini. 2010. "Karbohidrat". Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Oktavianus, Ferdin. 2013. "Pembuatan Bioetanol dari Batang Jarak Menggunakan Metode Hidrolisa dengan Menggunakan Metode Hidrolisa Dengan Katalis Asam Sulfat". Jurnal Teknik Kimia, Vol.19, No.2. Universitas Sriwijaya. Palembang.
- Pagliaro, Mario; dan Rossi. 2010. "The Future Glycerol". The Royal Society of Chemistry. Cambridge.
- Rahma. 2002. "Pembuatan Selulosa Asetat dari Sabut Siwalan". Jurnal Teknik Kimia. Jurusan Teknik Kimia UPN. Jawa Timur.
- Sipon, Muladi. 2013. "Diktat Kuliah Teknologi Kimia Kayu Lanjutan". Fakultas Kehutanan Universitas Mulawarman Samarinda. Kalimantan Timur.
- Sudradjat, R dan Setaiawan, D. 2010. "Pembuatan Polioli dari Minyak Jarak Pagar Sebagai Bahan Baku Poliuretan". Jurnal Penelitian Hasil Hutan Vol. 28, No. 3. IPB. Bogor.
- Triwulandari, Evi, 2012. "Studi Polimerisasi Antarmuka Terhadap Distribusi Ukuran Partikel Mikrokapsul Poliuretan Berbasis Gliserol". Tesis. Universitas Indonesia, Depok.