

PENGARUH WAKTU *LIQUEFACTION* TERHADAP KANDUNGAN GLISEROL PADA POLIOL DARI TISU DENGAN PELARUT GLISEROL

Ribath Faruqi¹, 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 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 waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam. Hasil analisis GCMS menunjukkan kandungan gliserol yang diperoleh memberikan nilai tertinggi untuk rasio 1:3 pada waktu 1 jam dengan tinggi peak, yaitu 564146 dan nilai terendah pada waktu 5 jam dengan tinggi peak, yaitu 268265 dengan persamaan $y = -73659x + 60716$ dengan $R^2=0,933$. Untuk rasio 1:4 kandungan gliserol tertinggi pada waktu 3 jam dengan tinggi peak, yaitu 621260 dan nilai terendah pada waktu 5 jam dengan tinggi peak, yaitu 564986. Dengan persamaan $y = -10108x^4 - 12771x^3 + 55365x^2 - 94901x + 1E+06$ dengan $R^2=1$ dengan x adalah waktu 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 time of 1 hour, 2 hours, 3 hours, 4 hours, 5 hours. The result of GCMS analysis showed that the glycerol content obtained gave the highest value for 1:3 ratio at 1 hour with peak height, that is 564146 and the lowest value at 5 hours with peak height, that is 268265 with the equation $y = -73659x + 60716$ with $R^2=0.933$. For a ratio of 1:4 the highest glycerol content at 3 hours with peak height, that is 621260 and the lowest value at 5 hours with peak height, that is 564986. With the equation $y = -10108x^4 - 12771x^3 + 55365x^2 - 94901x + 1E+06$ with $R^2=1$ 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.

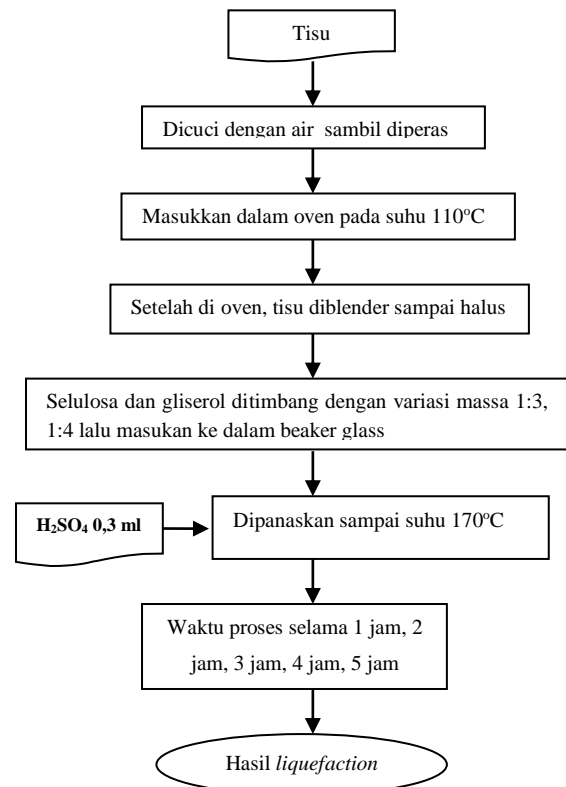
METODE

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%.

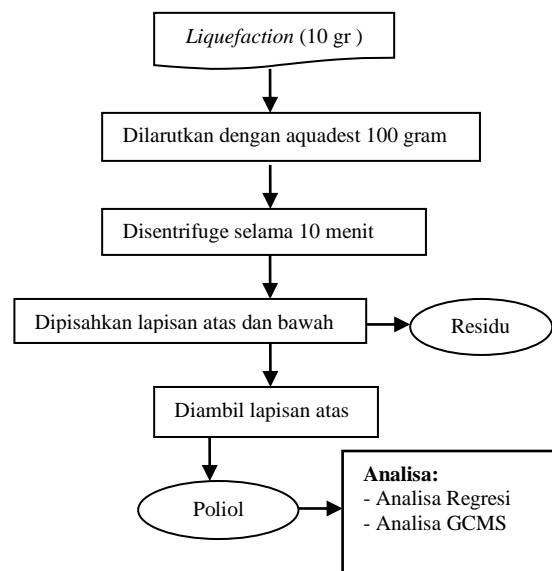
Pada pembuatan polioliol dari selulosa terdapat 3 pilihan metodologi yaitu, menggunakan metode hidrolisis, pencairan dan degradasi oleh panas. Pada Penelitian ini dipilih metode pencairan karena rangkaian alatnya mudah dan suhu yang digunakan tidak terlalu tinggi.

Cara kerjanya dengan mencampurkan selulosa dengan pelarut gliserol dipanaskan pada suhu 170°C dan ditetaskan asam sulfat sebanyak 0,3 ml. Kemudian dipanaskan dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam. 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 bahan/pelarut (w/w) 1:3 dengan variabel Waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dengan suhu 170°C dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml.

Tabel 1. Perbandingan rasio berat selulosa/glisерol (w/w) 1 : 3 dengan variasi waktu.

No Sampel	Waktu (Jam)	Berat bahan baku	
		Selulosa (gr)	Gliserol (gr)
Sampel 1	1	50	150
Sampel 2	2	50	150
Sampel 3	3	50	150
Sampel 4	4	50	150
Sampel 5	5	50	150

Untuk variabel rasio bahan/pelarut (w/w) 1:4 dengan variabel Waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dengan suhu 170°C dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml.

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

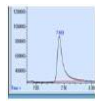
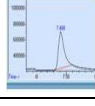
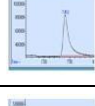
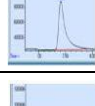
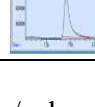
No Sampel	Waktu (Jam)	Berat bahan baku	
		Selulosa (gr)	Gliserol (gr)
Sampel 6	1	50	200
Sampel 7	2	50	200
Sampel 8	3	50	200
Sampel 9	4	50	200
Sampel 10	5	50	200

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

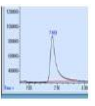
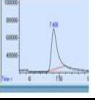
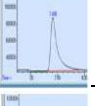
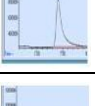
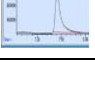
Dalam penelitian ini dilakukan pengujian kadar gliserol dengan rasio bahan/pelarut (w/w) 1:3 dengan variabel Waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dengan suhu 170°C dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml. Hasil kandungan gliserol secara lengkap disajikan pada gambar dibawah ini :

Tabel 3. Hasil GC-MS dengan rasio berat selulosa/glisерol (w/w) 1 : 3

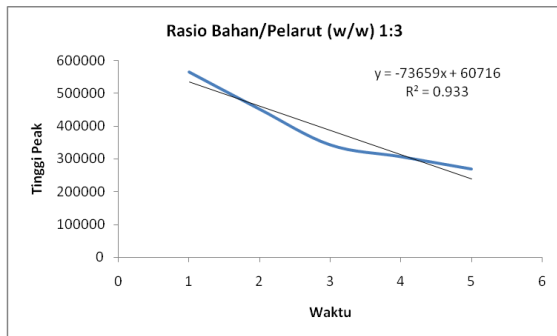
Sampel	Suhu	Waktu	Peak	Tinggi
1	170°C	1 Jam		564146
2	170°C	2 Jam		450750
3	170°C	3 Jam		341834
4	170°C	4 Jam		305924
5	170°C	5 Jam		268265

Untuk variabel rasio bahan/pelarut (w/w) 1:4 dengan variabel Waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dengan suhu 170°C dengan penambahan asam sulfat (H₂SO₄) 0,3 ml. Hasil kandungan gliserol secara lengkap disajikan pada gambar dibawah ini :

Tabel 4. Hasil GC-MS dengan rasio berat selulosa/glisерol (w/w) 1 : 4

Sampel	Suhu	Waktu	Peak	Tinggi
6	170°C	1 Jam		601869
7	170°C	2 Jam		571467
8	170°C	3 Jam		621260
9	170°C	4Jam		591486
10	170°C	5 Jam		564986

Pengaruh Waktu Terhadap Tinggi Peak Dengan Rasio Bahan/Pelarut (w/w) 1:3



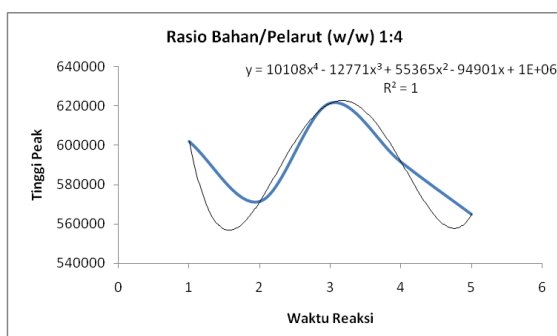
Gambar 3. Pengaruh waktu terhadap tinggi peak dengan rasio 1:3 pada suhu 170°C

Tinggi peak pada waktu 1 jam didapat sebanyak 564146, pada waktu 2 jam didapat sebanyak 450750, pada waktu 3 jam didapat sebanyak 341834, pada waktu 4 jam didapat sebanyak 305924, pada waktu 5 jam didapat sebanyak 268265.

Pada rasio bahan/pelarut (w/w) 1:3 dengan suhu 170°C didapat tinggi peak tertinggi yaitu sampel 1 pada waktu 1 jam dengan tinggi peak sebesar 564146 dan yang paling rendah terjadi pada waktu 5 jam dengan tinggi peak sebesar 268265.

Persamaan yang didapat pada hubungan waktu terhadap tinggi peak dengan rasio bahan/pelarut (w/w) 1:3 dengan suhu 170°C adalah sebagai berikut $y = -73659x + 60716$ dengan $R^2 = 0.933$ yang mana y sebagai tinggi peak dan x sebagai waktu *liquefaction*.

Pengaruh Waktu Terhadap Tinggi Peak Dengan Rasio Bahan/Pelarut (w/w) 1:4



Gambar 4. Pengaruh waktu terhadap tinggi peak dengan rasio 1:4 pada suhu 170°C

Tinggi peak pada waktu 1 jam didapat sebanyak 601869, pada waktu 2 jam didapat sebanyak 571467, pada waktu 3 jam didapat

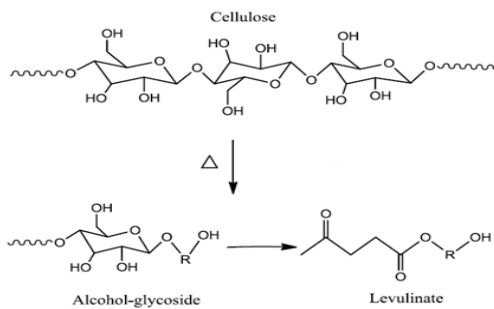
sebanyak 621260, pada waktu 4 jam didapat sebanyak 591486, pada waktu 5 jam didapat sebanyak 564986.

Pada rasio bahan/pelarut (w/w) 1:4 dengan suhu 170°C didapat tinggi peak tertinggi yaitu sampel 3 pada waktu 3 jam dengan tinggi peak sebesar 621260 dan yang paling rendah terjadi pada waktu 5 jam dengan tinggi peak sebesar 564986.

Persamaan yang didapat pada hubungan waktu terhadap tinggi peak dengan rasio bahan/pelarut (w/w) 1:4 dengan suhu 170°C adalah sebagai berikut $y = 10108x^4 - 12771x^3 + 55365x^2 - 94901x + 1E+06$ dengan $R^2 = 1$ yang mana y sebagai tinggi peak dan x sebagai waktu *liquefaction*.

Pembahasan penelitian

Pada proses pencairan selulosa ini menggunakan pelarut gliserol. Penelitian ini menggunakan rasio bahan/pelarut (w/w) 1:3 dan 1:4 dengan variasi waktu 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam dan 5 jam dengan penambahan katalis asam sulfat (H_2SO_4) 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 pelarut gliserol sesuai perbandingan. Termometer dipasang didalam beaker glass leher 3. Dipanaskan sampai variabel suhu dan variabel waktu yang sudah ditentukan lalu ditambahkan katalis asam sulfat (H_2SO_4) 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 waktu mengambil peranan paling penting terhadap penurunan kadar gliserol. Semakin lama waktu yang dibutuhkan pada proses *liquefaction*, tinggi peak gliserol semakin turun tetapi untuk sampel 16 tidak berlaku karena mengalami kenaikan.

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 poliuretan 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 poliuretan Foams". Journal of Palm Research. Vol.18 June 2006 p.198-203.
- Neny, dan Imron. 2004. "Pembuatan Polioliol 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.
- Pagliari, 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 Polioliol 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.