SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

# SINTESIS DAN KARAKTERISASI α-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT

Muhammad Wildan Saifudin

16/398588/PA/17549

## INTISARI

Pada penelitian ini telah dilakukan isolasi α-selulosa dari eceng gondok. α-Selulosa yang telah diisolasi kemudian disintesis menjadi α-selulosa sulfat. α-Selulosa sulfat yang telah didapatkan kemudian dimanfaatkan sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi pada minyak kelapa sawit. Penelitian ini bertujuan untuk melakukan isolasi α-selulosa dari eceng gondok, sintesis α-selulosa sulfat dari α-selulosa melalui reaksi sulfonasi., dan karakterisasi α-selulosa sulfat sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi pada minyak kelapa sawit.

Penelitian ini diawali dengan mengisolasi α-selulosa dari eceng gondok kemudian direaksikan dengan asam sulfat untuk mendapatkan selulosa sulfat. Senyawa selulosa sulfat hasil sintesis dianalisis dengan spektrofotometer FT-IR dan spektrofotometer UV-Vis untuk mengkonfirmasi struktur dan kemurniannya, serta SEM-EDX untuk mengamati morfologinya. Selulosa sulfat yang diperoleh kemudian digunakan sebagai katalis heterogen pada reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa α-selulosa yang diperoleh sebesar 17,8%. Sulfonasi α-selulosa dengan variasi massa $Na_2SO_4$ 0,4; 0,8; dan 1,2 g terhadap 1,5 g α-selulosa dihasilkan 14, 22, dan 14% α-selulosa sulfat. Sintesis α-selulosa sulfat dengan $Na_2SO_4$ 1,2 g menunjukkan hasil kandungan sulfur tertinggi yaitu 76,7169 ppm. Katalis α-selulosa sulfat menunjukkan hasil optimum dalam pembuatan biodiesel dari minyak kelapa sawit dengan massa 0,4 % (b/b) dan waktu reaksi selama 200 menit dengan persen hasil sebesar 88,40% metil ester.

Kata kunci: eceng gondok, katalis, α-selulosa sulfat, sulfonasi, transesterifikasi

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT**
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
**Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/**

# *SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION α-CELLULOSE SULPHATE FROM WATER HYACINTH AS HETEROGENEOUS CATALYST FOR TRANSESTERIFICATION REACTION OF PALM OIL*

Muhammad Wildan Saifudin
16/398588/PA/17549

## ABSTRACT

It has been conducted the isolation af α-cellulose from water hyacinth followed by conversion of α-cellulose to α-cellulose sulfate which was used as heterogeneous catalyst for the transesterification reaction of palm oil. The research was aimed to isolate α-cellulose from water hyacinth, synthesize α-cellulose sulfate from α-cellulose through a sulfonation reaction, and characterized α-cellulose sulfate as a heterogeneous catalyst for the transesterification of palm oil.

This research begun by isolating α-cellulose from water hyacinth then synthesizing it with sulfuric acid to obtain cellulose sulfate. The synthesized cellulose sulfate compounds were analyzed using a FT-IR spectrophotometer and a UV-Vis spectrophotometer to confirm the structure and purity. The cellulose sulfate obtained was then used as a heterogeneous catalyst in the transesterification reaction of palm oil.

The results showed that the α-cellulose obtained was 17,8%. The sulfonation of α-cellulose with mass variations of $Na_2SO_4$ 0.4, 0.8, and 1.2 g toward 1 g α-cellulose yielded 14, 22, and 14% α-cellulose sulfate, respectively. The synthesis of α-cellulose sulfate with $Na_2SO_4$ 1,2 g showed the highest sulfur content of 76.7169 ppm. The α-cellulose sulfate catalyst showed optimum results for making biodiesel from palm oil with a mass of 0,4% (w/w) and a reaction time of 200 minutes with a percent yield of 88,40% methyl ester.

Key words: water hyacinth, catalyst, α-cellulose sulfate, sulfonation, transesterification

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

# BAB I
# PENDAHULUAN

## I.1 Latar Belakang

Bahan bakar fosil merupakan satu jenis energi yang terbentuk karena proses pembusukan secara alamiah dari organisme yang mati pada jutaan tahun lalu. Bahan bakar fosil saat ini menjadi topik utama pembicaraan khususnya di bidang sains. Pakar energi dari berbagai negara telah memprediksi bahwa energi yang berasal dari fosil dalam beberapa tahun kedepan cadangannya akan semakin menipis. Bahan bakar yang berasal dari fosil dimanfaatkan sebagai bahan bakar minyak (BBM). Indonesia diprediksi mengalami krisis BBM, dimana kebutuhan BBM pada tahun 2025 mencapai 719.048 juta barel, sedangkan produksi BBM dalam negeri hanya 651.092 juta barel (Sa'adah dkk., 2017). Oleh karena itu, pengembangan energi alternatif sebagai pengganti energi fosil seperti biodiesel penting untuk dilakukan.

Biodiesel merupakan jenis energi yang digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel merupakan suatu molekul alkil ester yang diperoleh dari konversi asam lemak. Asam lemak ini bisa diperoleh dari minyak hewani maupun minyak nabati. Pada proses pembentukan biodiesel terjadi reaksi transesterifikasi, yaitu perubahan molekul trigliserida menjadi metil ester. Madhuvilakku dkk. (2020) berhasil memproduksi biodiesel yang berasal dari minyak goreng melalui reaksi transesterifikasi dengan menggunakan katalis heterogen. Dari penelitian ini dihasilkan biodiesel dengan persentase hasil sebesar 90% dalam waktu reaksi selama 5 jam.

Minyak goreng merupakan suatu minyak nabati yang dihasilkan dari kelapa sawit. Kandungan minyak goreng berupa trigliserida yang mana ketika direaksikan dengan metanol dengan bantuan suatu katalis tertentu akan menghasilkan metil ester dan gliserol, atau yang sering disebut sebagai reaksi transesterifikasi. Reaksi tersebut berjalan secara reversibel, sehingga penggunaan rasio mol metanol yang besar sangat penting untuk memastikan kelimpahan produk dari reaksi ini. Venkateswarlu dkk. (2014) mengatakan bahwa reaksi transesterifikasi dipengaruhi

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT**
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
**Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/**

oleh beberapa faktor seperti rasio molar antara alkohol dan minyak, temperatur, waktu, kandungan asam lemak dan air dalam minyak, serta pengaruh katalis. Katalis dalam reaksi transesterifikasi digunakan untuk mempercepat reaksi. Dalam pemanfaatannya, terdapat dua jenis katalis yang digunakan untuk mempercepat reaksi transesterifikasi, yaitu katalis homogen dan heterogen. Takase dkk. (2018) melaporkan bahwa katalis homogen memiliki kelemahan dimana proses pemurnian katalis tersebut setelah selesai digunakan sulit untuk dilakukan. Oleh karena itu penggunaan katalis heterogen memiliki nilai lebih dimana selain proses pemisahannya mudah, katalis ini juga memiliki aktivitas yang lebih tinggi dalam memproduksi biodiesel.

Feng dkk. (2017) menggunakan suatu katalis yang mengandung gugus asam Bronsted dalam hal ini yaitu gugus sulfat untuk digunakan dalam reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit. Menurutnya, katalis yang mengandung gugus sulfat memiliki aktivitas katalitik yang tinggi sehingga sangat efektif untuk reaksi transesterifikasi meskipun dengan jumlah yang lebih sedikit. Penelitian ini masih memiliki kelemahan yaitu katalis yang digunakan masih merupakan jenis katalis homogen. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengembangan dan studi terhadap katalis heterogen yang mengandung gugus sulfat.

Selulosa merupakan suatu polimer alami yang terdiri dari polisakarida, selulosa memiliki bentuk yang unik seperti serabut benang. Selulosa diperoleh dari suatu tanaman atau biomassa. Terdapat 3 jenis selulosa yang telah banyak dikenal, yaitu alfa (α), beta (β), dan gamma (γ) selulosa. Senyawa α-selulosa memiliki struktur yang unik. Salah satu tanaman yang mengandung banyak selulosa yaitu eceng gondok. Kandungan selulosa terdapat pada semua bagian eceng gondok mulai dari akar, batang dan daun. Eceng gondok adalah salah satu tanaman yang tumbuh di perairan air tawar seperti sungai, danau, dan waduk. Eceng gondok tumbuh secara tidak teratur sehingga pertumbuhannya memberikan dampak negatif pada makhluk hidup di sekitarnya. Angka pertumbuhan eceng gondok menurut Yonathan (2013) sangat tinggi dan pesat yaitu mencapai 1,9% per hari dengan tinggi hingga 0,3-0,5 m.

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

Jumina dkk. (2020) menggunakan α-selulosa sulfat sebagai katalis heterogen dalam membuat biodiesel, meskipun belum digunakan untuk reaksi transesterifikasi, sehingga pada penelitian ini akan dilakukan pengujian α-selulosa sulfat untuk katalis reaksi transesterifikasi minyak goreng. Kelebihan katalis heterogen α-selulosa sulfat dibandingkan dengan katalis heterogen lainnya yaitu lebih mudah didapatkan dan sangat ramah lingkungan, karena memanfaatkan bahan alam yang kelestariannya terjaga. Katalis α-selulosa sulfat juga lebih mudah proses pemisahannya jika dibandingkan dengan katalis homogen.

## I.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Melakukan isolasi α-selulosa dari eceng gondok.
2. Melakukan sintesis α-selulosa sulfat dari α-selulosa melalui reaksi sulfonasi.
3. Melakukan karakterisasi dan uji aktivitas α-selulosa sulfat sebagai katalis transesterifikasi minyak kelapa sawit.

## I.3 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat untuk mencari katalis dalam pembuatan biodiesel melalui transesterifikasi trigliserida. Penggunaan katalis yang bersifat heterogen akan lebih menguntungkan dari pada penggunaan katalis homogen serta lebih mudah untuk memisahkannya.

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

# BAB II
# TINJAUAN PUSTAKA DAN PERUMUSAN HIPOTESIS

## II.1 Tinjauan Pustaka

### II.1.1 Eceng gondok

Indonesia merupakan negara dengan berbagai jenis tumbuhan yang tumbuh melimpah dan beragam. Salah satu tumbuhan yang dapat tumbuh dengan subur dan keberadaannya melimpah di Indonesia yaitu eceng gondok (*Eichhornia crassipes*). Tumbuhan eceng gondok dapat ditemui di perairan seperti sungai, danau, dan waduk (Haryanti, dkk., 2009). Eceng gondok merupakan tumbuhan yang pertumbuhannya menjalar di sungai dan danau, sehingga dapat menutupi permukaan sungai dan danau. Selain itu, pertumbuhan eceng gondok juga dapat mengganggu kehidupan organisme di sekitarnya dengan cara memakan nutrisi yang ada (Dandelot dkk., 2008).

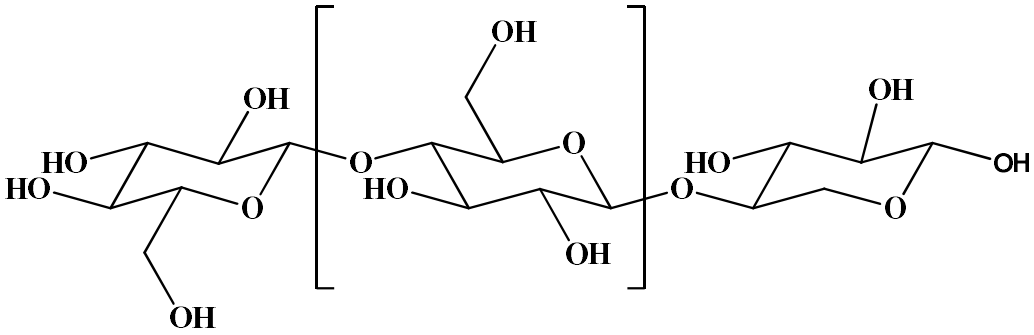
Perairan yang ditumbuhi eceng gondok akan menyebabkan kadar $CO_2$ meningkat. Eceng gondok muda akan memproduksi gas $CO_2$ sampai 39% lebih banyak dibandingkan dengan eceng gondok dewasa (Reddy dan Smith, l987). Pertumbuhan eceng gondok mencapai 3,69% berat basah/hari. Hal ini dapat menimbulkan dampak negatif yang sangat merugikan masyarakat sehingga dianggap sebagai gulma. Disisi lain eceng gondok dapat dimanfaatkan sebagai katalis karena kandungannya berupa selulosa yang cukup tinggi yaitu 62,5% (Haryanti, dkk., 2009).

### II.1.2 Selulosa

Selulosa merupakan komponen kerangka terpenting dalam tanaman. Selulosa adalah suatu polisakarida yang merupakan bahan baku polimer dengan struktur dan sifat yang menarik serta ketersediaannya diperkirakan akan terus terjamin di masa depan. Selulosa merupakan suatu polimer yang terdiri dari monomer D-glukosa serta terhubung melalui ikatan 1,4-β-glikosida. Ditinjau dari strukturnya, selulosa mempunyai sifat kiralitas yang besar serta dapat terurai secara hayati. Oleh karena itu, selulosa termasuk material yang ramah lingkungan,

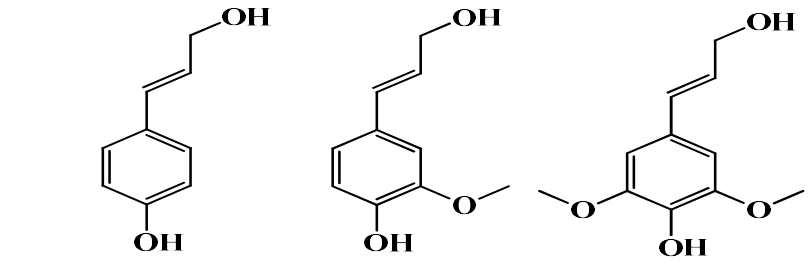
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

sehingga dapat dijadikan objek strategis dan menjadi basis penelitian di masa depan (Klemm dkk., 2005).




Gambar II.1 Struktur kimia selulosa (Klemm dkk., 2005)

Selulosa adalah komponen utama penyusun tanaman. Bagian tanaman yang kaya akan selulosa berada pada bagian kayu, daun, dan kapas. Dalam prakteknya, selulosa dapat digunakan sebagai bahan dasar dalam pembuatan kertas, membran, dan biofuel (Habibi dkk., 2010). Struktur selulosa terdiri dari polimer linier yang tersusun atas D-glukosa dengan masing-masing mengandung dua cincin glukosa anhidrat $(C_6H_{10}O_5)_n$ yang terhubung oleh atom oksigen pada $C_1$ cincin satu dengan $C_4$ cincin lain (Gambar II.1).

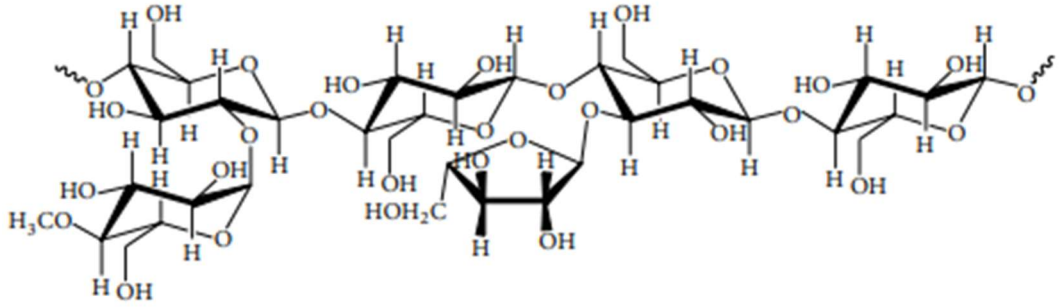



Gambar II.2 Monomer Lignin (Lu dkk., 2017)

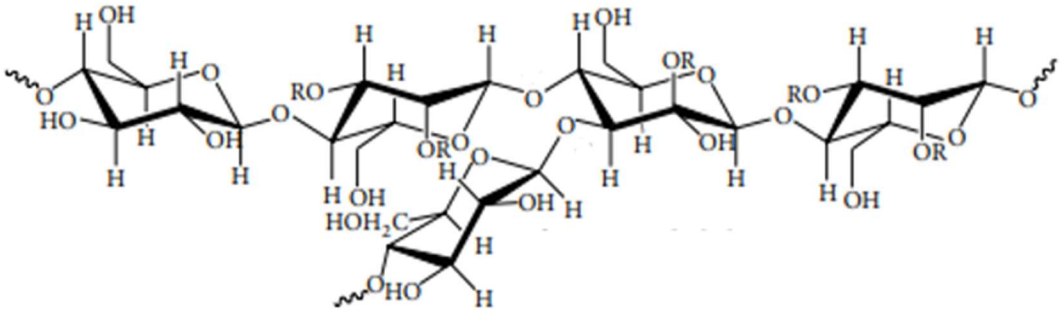
Selulosa berikatan dengan hemiselulosa dan dilindungi oleh lignin yang disebut sebagai lignoselulosa. Kandungan selulosa di dalam lignoselulosa sekitar 30-50%. Lignin merupakan suatu polimer yang tersusun dari berbagai macam monomer seperti p-hidroksifenil, guaiasil, dan siringil (Gambar II.2). Kandungan lignin dalam lignoselulosa sebesar 15-30%. Hemiselulosa merupakan suatu

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

heteropolimer yang tersusun dari berbagai polisakarida seperti xilan (Gambar II.3), glukurunoxilan, dan glukomanan (Gambar II.4). Kandungan hemiselulosa dalam lignoselulosa sebesar 20-35% (Lu dkk., 2017). Kandungan terbesar dalam hemiselulosa yaitu xilan dan glukomanan (Lee dkk., 2014).



Gambar II.3 Struktur kimia xilan (Lee dkk., 2014)



Gambar II.4 Struktur kimia glukomanan (Lee dkk., 2014)

Kandungan selulosa dalam eceng gondok cukup tinggi. Pitaloka dkk. (2015) melaporkan bahwa kandungan selulosa di dalam eceng gondok sangat tinggi yaitu sebesar 65,41%, jika dibandingkan dengan kandungan selulosa pada limbah kayu yaitu hanya berkisar 42-47%. Harmsen dkk. (2010) menyebutkan bahwa terdapat variasi kandungan lignin, selulosa, dan hemiselulosa pada struktur lignoselulosa yang tergantung pada asal tumbuhan, tergolong tumbuhan kayu keras atau tumbuhan kayu lunak. Di alam, selulosa dilindungi oleh lignin yang memiliki sifat tidak dapat dihidrolisis. Sifat ini terbentuk karena adanya ikatan aril-alkil dan ikatan eter (Judoamidjojo dkk., 1989). Harmsen dkk. (2010) menyebutkan bahwa terdapat variasi kandungan dari lignin, selulosa, dan hemiselulosa pada struktur

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

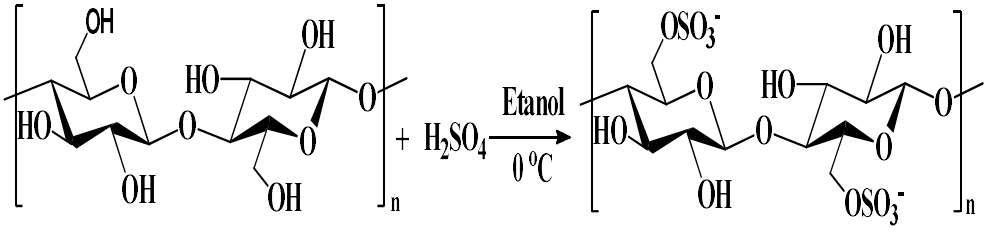
lignoselulosa yang tergantung pada asal tumbuhan, tergolong tumbuhan kayu keras atau tumbuhan kayu lunak.

### II.1.3 Isolasi selulosa

Dalam memisahkan komponen selulosa dari tanaman, dikenal dua metode isolasi yang paling umum digunakan, yaitu metode *organosolv* dan *Kraft*. Perbedaan pada kedua metode tersebut terletak pada bahan yang digunakan. Metode *Kraft* dilakukan dengan dua langkah yaitu bahan kering direaksikan dengan campuran etanol dan $HNO_3$ dengan metode refluks serta tahap kedua digunakan NaOH (Amaral dkk., 2019). Selain metode *Kraft*, metode delignifikasi *organosolv* juga telah banyak digunakan. Metode *organosolv* dilakukan dengan mencampurkan bahan kering dengan campuran antara NaOH dengan etanol. Metode *organosolv* yang menggunakan etanol pada proses soda dianggap mampu meningkatkan efektivitas proses delignifikasi (Area dkk., 2012). Kandungan α-selulosa di dalam selulosa mencapai 96,76% (Saputra dkk., 2015). Metode *organosolv* menggunakan bahan yang lebih mudah dan sedikit serta tahapannya lebih singkat dibandingkan dengan metode *Kraft*.

### II.1.4 Sulfonasi

Selulosa sulfat adalah turunan dari gugus selulosa yang gugus hidroksilnya disubstitusi dengan gugus sulfat (Chen dkk., 2013). Selulosa sulfat merupakan polisakarida dengan β-1,4-glikosidik sebagai rantai utama dan gugus sulfat akan tersubstitusi pada gugus hidroksil. Posisi substitusi gugus $SO_3$ yang memungkinkan yaitu pada posisi gugus hidroksil yang terikat pada karbon nomor 2, 3, dan 6. Gugus hidroksil sekunder terikat pada karbon nomor 2 dan 3, sedangkan yang terikat pada posisi karbon nomor 6 merupakan gugus hidroksil primer (Wang dkk., 2007).




Gambar II.5 Reaksi sulfonasi selulosa (Zeng dkk., 2012)

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

Pada proses heterogenesis, selulosa sulfat didapatkan dari reaksi antara selulosa, alkohol, dan asam sulfat (Yao, 2000). Metode ini secara langsung dapat mensulfonasi selulosa. Posisi gugus hidroksil primer akan lebih dipilih dalam proses ini, sehingga gugus sulfat akan terikat pada $C_6$ (Gambar II.5) (Hettrich dkk., 2008).

### II.1.5 Katalis Biodiesel

Saat ini, sebagian besar industri konvensional menggunakan katalis homogen untuk memproduksi biodiesel, sayangnya penggunaan katalis homogen memiliki beberapa sisi negatif. Beberapa kelemahan katalis ini, yaitu sulit dipisahkan, tidak ekonomis, dan preparasi yang sulit, serta menghasilkan air sehingga menjadikan penggunaan katalis heterogen menjadi lebih unggul. Katalis heterogen akan lebih mudah proses pemisahannya, memiliki aktivitas yang lebih tinggi, serta memiliki kemampuan mempercepat reaksi lebih baik dibanding katalis homogen (Choe dan Seo, 2010).

Penggunaan katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi juga sudah dilakukan oleh beberapa ilmuwan. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Jumina dkk. (2020) yang menggunakan α-selulosa sulfat sebagai katalis heterogen untuk proses pembuatan biodiesel. Penggunaan katalis α-selulosa sulfat dapat mempercepat reaksi esterifikasi asam palmitat dan asam oleat dengan metanol menjadi metil palmitat dan metil oleat dengan rendemen masing-masing sebesar 74,1% dan 82%.

### II.1.6 Transesterifikasi Minyak Kelapa Sawit

Kelapa sawit merupakan sebuah komoditas agrikultur yang diproduksi dalam skala besar. Dalam dekade terakhir, terjadi peningkatan yang luar biasa pada produksi dari minyak kelapa sawit di Indonesia dan Malaysia yaitu mencapai 82% dari produksi global. Peningkatan hasil produksi minyak kelapa sawit disebabkan oleh pemekaran perkebunan kelapa sawit dari tahun 1990 sampai 2016 di Indonesia dari 0,7 menjadi 9,3 juta ha dan di Malaysia dari 1,7 menjadi 5,0 juta ha (Schmidt dan Rosa, 2020).

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

Minyak kelapa sawit merupakan suatu minyak yang diisolasi dari buah kelapa sawit. Minyak kelapa sawit mengandung beberapa jenis asam lemak jenuh. Beberapa jenis asam lemak pada minyak kelapa sawit diantaranya yaitu 44% asam palmitat (C16:0), 40% asam oleat (C18:1), 10% asam linoleat (C18:2) dan asam linoleat (C18:3), 5% asam stearat (C18:0), dan sedikit asam miristat (C14:0). Asam lemak tersebut tergabung menjadi trigliserida (Montoya dkk, 2014).

Reaksi transesterifikasi dapat berupa reaksi antara trigliserida dan alkohol (metanol) dengan penambahan katalis, sehingga di akhir reaksi akan terbentuk biodiesel dan gliserol. Selama reaksi transesterifikasi berlangsung, trigliserida dan metanol akan bereaksi di bawah kondisi katalitiknya (Qu dkk., 2020). Reaksi transesterifikasi termasuk reaksi yang membentuk kesetimbangan sehingga ketika menginginkan hasil biodiesel yang banyak maka harus digunakan metanol yang berlebih. Biasanya reaksi transesterifikasi dilakukan dengan rasio mol metanol yang jauh lebih tinggi dari rasio mol minyak, dengan asumsi bahwa konsentrasi alkoholnya konstan (Haryanto dkk., 2020).

Katalis sangat dibutuhkan untuk mengkatalisis suatu reaksi transesterifikasi. Selama ini katalis yang digunakan yaitu katalis homogen, akan tetapi katalis homogen memiliki banyak kekurangan diantaranya yaitu tidak dapat digunakan kembali sehingga dibutuhkan katalis dalam jumlah besar selain itu proses pemisahannya sangat sulit. (Al-Sa'adi dkk., 2020). Katalis heterogen relatif memiliki banyak keuntungan dari katalis homogen seperti tidak terlalu korosi, mudah proses pemisahannya, dan dapat digunakan kembali (Lin dkk., 2020). Takase dkk. (2018) melakukan reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit pada temperatur 65 $^{o}$C selama 5 jam dengan rendemen hasil sebesar 93,5%.

## II.2 Perumusan Hipotesis

### II.2.1 Perumusan hipotesis I

Proses delignifikasi dari suatu bahan alam dapat dilakukan dengan menambahkan NaOH dengan variasi konsentrasi 2, 4, dan 6% sehingga didapatkan selulosa, hasil maksimal diperoleh ketika digunakan NaOH dengan konsentrasi 6% (Gunam dkk., 2010).

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

**Hipotesis I**

Jika eceng gondok kering direfluks dalam larutan NaOH 7,5% selama 4 jam pada temperatur 80-85 °C dengan pelarut etanol-akuades 1:1, maka *crude* selulosa dapat diisolasi dari eceng gondok.

### II.2.2 Perumusan hipotesis II

Metode memurnikan selulosa yaitu dengan merefluks *crude* selulosa dengan campuran asam asetat 80% dan asam nitrat 65% dengan perbandingan volume 10:1 (Sun dkk., 2004).

**Hipotesis II**

Jika digunakan campuran asam asetat 80% dan asam nitrat 65% dengan perbandingan 10:1 dan direfluks pada temperatur 90-95 °C selama 2 jam maka akan didapatkan α-selulosa.

### II.2.3 Perumusan hipotesis III

Posisi gugus hidroksi pada selulosa terdapat pada posisi $C_2$, $C_3$, dan $C_6$. Pada posisi $C_6$ merupakan gugus hidroksi primer sedangkan pada $C_2$ dan $C_3$ merupakan alkohol sekunder (Wang dkk., 2007). Gugus hidroksi primer akan lebih disukai oleh sulfat pada proses sulfonasi (Hettrich dkk., 2008). Selulosa sulfat dapat dibuat dengan cara mencampurkan n-propanol dan asam sulfat sebagai agen sulfonasi dan akan diperoleh hasil sebesar 63,3% (Yao, 2000).

**Hipotesis III**

Jika gugus hidroksi dari α-selulosa yang terletak pada posisi $C_6$ cukup nukleofilik, maka α-selulosa dapat disulfonasi pada posisi $C_6$ untuk mendapatkan α-selulosa sulfat dengan menggunakan asam sulfat dan etanol pada temperatur 0 °C.

### II.2.4 Perumusan hipotesis IV

Takase dkk. (2018) melakukan reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit dengan temperatur 65 ºC selama 5 jam dengan rendemen hasil sebesar 93,5%. Madhuvilakku dkk. (2013) membuat biodiesel dari minyak kelapa sawit dengan menggunakan katalis heterogen. Feng dkk. (2017) membuat biodiesel dari minyak

UNIVERSITAS
GADJAH MADA
SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

kelapa sawit melalui reaksi transesterifikasi dengan menambahkan katalis. Hasil maksimum diperoleh dari reaksi selama 150 menit.

**Hipotesis IV**

Jika dilakukan refluks pada metanol dan minyak kelapa sawit dengan perbandingan 26:1 dan digunakan katalis heterogen α-selulosa sulfat, maka akan didapatkan hasil berupa biodiesel.

### II.2.5 Rancangan penelitian

Penelitian ini diawali dengan tahap isolasi selulosa dari eceng gondok dengan cara merefluks eceng gondok kering yang telah dihaluskan kemudian dicampur dengan NaOH 7,5% dan etanol dengan perbandingan volume 1:1. Hasil isolasi berupa α-selulosa disulfonasi dengan $H_2SO_4$ dalam etanol. Produk sulfonasi yang berupa α-selulosa sulfat dianalisis dengan spektrometer FTIR, spektrofotometer UV-Vis, dan SEM-EDX.

Produk sintesis tersebut diuji karakteristiknya sebagai katalis untuk reaksi transesterifikasi minyak kelapa sawit. Uji sebagai katalis dilakukan dengan variasi waktu reaksi dan banyaknya massa katalis α-selulosa sulfat yang digunakan. Variasi waktu yang digunakan yaitu 100, 150, 200, dan 250 menit. Kemudian dilakukan juga variasi massa katalis yang digunakan yaitu 0,1; 0,2; 0,4; dan 0,6% dari massa minyak kelapa sawit yang digunakan. Hasil transesterifikasi kemudian dianalisis dengan spektrofotometer FTIR dan GC-MS.

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

# BAB III
# METODE PENELITIAN

## III.1 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah eceng gondok yang diperoleh dari Rawa Pening Semarang dan minyak kelapa sawit (Bimoli). Bahan yang berasal dari bahan-bahan kualitas pro-analitik dari Merck, yaitu natrium hidroksida (NaOH), natrium sulfat anhidrat ($Na_2SO_4$), natrium klorida (NaCl), asam klorida (HCl), barium klorida ($BaCl_2$), asam perklorat ($HClO_4$), etanol absolut ($C_2H_5OH$), asam nitrat ($HNO_3$), *n*-heksan, dan asam asetat glasial ($CH_3COOH$), serta bahan lainnya, yaitu akuades, kertas saring, pH universal, metanol ($CH_3OH$), asam sulfat ($H_2SO_4$) (Mallincrodt).

## III.2 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan gelas laboratorium, satu set alat refluks, oven, pH meter, pengaduk magnet, kompor pemanas dengan plat pengaduk magnet (*thermo scientific cimarec*), dan neraca analitis. Karakterisasi sampel digunakan alat spektrometer infra merah (FTIR, Shimadzu Prestidge 21), Spektrofotometer UV-Visible (UV-1800 Shimadzu), *Gas chromatography-mass spectrometry* (GC-MS, GCMS-QP2010S Shimadzu), dan *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray Detector* (SEM-EDX, Jeol JED-2300).

## III.3 Prosedur Penelitian

### III.3.1 Preparasi bahan

Limbah eceng gondok diambil dari perairan Rawa Pening di Semarang, Jawa Tengah. Eceng gondok ditiriskan dari air dan dikeringkan kemudian digiling hingga menjadi potongan kecil.

### III.3.2 Isolasi selulosa

Sebanyak 30 g serbuk halus eceng gondok dimasukkan ke dalam labu leher tiga yang berkapasitas 500 mL dengan *magnetic stirer* dan sudah dilengkapi dengan pendingin balik serta ditambahkan NaOH 7,5 % dalam akuades dan etanol dengan

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ALPHA-SELULOSA SULFAT DARI ECENG GONDOK SEBAGAI KATALIS HETEROGEN UNTUK
REAKSI TRANSESTERIFIKASI PADA MINYAK KELAPA SAWIT
M WILDAN SAIFUDIN, Prof. Drs. Jumina, Ph.D.; Sugeng Triono, S.Si., M.Si.
Universitas Gadjah Mada, 2021 | Diunduh dari http://etd.repository.ugm.ac.id/

perbandingan 1:1. Campuran yang sudah ditambahkan kemudian direfluks selama 4 jam. Setelah proses refluks, dilakukan penyaringan dengan kertas saring sehingga diperoleh larutan berwarna hitam (lindi hitam). *Crude* selulosa dikeringkan selama 24 jam.

### III.3.3 Pemurnian α-selulosa

*Crude* selulosa tersebut dicampur dengan $CH_3COOH$ 80% dan $HNO_3$ 65% dengan rasio volume 10:1. Campuran direfluks pada temperatur 90-95 ℃ selama 2 jam dan kemudian dicuci dengan etanol dan air. Selulosa murni dikeringkan selama 24 jam. Hasil isolasi dikarakterisasi dengan Spektrofotometer UV-Vis, FTIR dan SEM-EDX

### III.3.4 Sulfonasi α-selulosa

Sebanyak 1 g α-selulosa dicampurkan dalam $H_2SO_4$ pekat dan etanol dengan perbandingan volume 1,5:1, dan ditambahkan $Na_2SO_4$ dengan variasi massa sebesar 0,4; 0,8 dan 1,2 g. Campuran tersebut diaduk dalam penangas es selama 9 jam pada temperatur terjaga di bawah 0 ℃ dengan *magnetic stirrer*. Padatan yang didapat kemudian dicuci dengan $C_2H_5OH$ dingin dan akuades. Kemudian, dilakukan sentrifugasi dan penyaringan padatan α-selulosa sulfat yang terbentuk. Padatan hasil dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, FTIR dan SEM-EDX.

### III.3.5 Uji Kandungan Sulfur (SNI 06-6989.20-2004)

Sebanyak 0,1 g sampel α-selulosa dan α-selulosa sulfat (dengan 3 variasi massa $Na_2SO_4$) ditambahkan 5 mL campuran 1:1 $HNO_3$ dan $HClO_4$. Larutan tersebut dipanaskan hingga menghasilkan asap putih. Larutan disaring dengan kertas saring dan diencerkan dengan akuades hingga 25 mL. Pembuatan reagen kondisi dengan cara dicampurkan 30 mL HCl 37%, 300 mL akuades, 100 mL etanol, 50 mL gliserol dan 75 g NaCl. Sampel dan reagen kondisi masing-masing diambil 1 mL dan dicampurkan, kemudian diencerkan dengan akuades sampai 10 mL.