

PENGARUH TEMPERATUR PADA SINTESIS ESTER ASAM LEMAK SELULOSA (FACE) MENGGUNAKAN KATALIS Na_2CO_3

Ismiyarto, Sri rejeki, Ngadiwiyanana

Laboratorium kimia Organik, Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Diponegoro, Semarang.

ABSTRAK—Polimer sintetik sebagian besar dibuat dari bahan tambang, seperti minyak bumi yang tidak dapat diperbaharui (*non renewable*) dan *non biodegradable*. Sehingga diperlukan usaha-usaha untuk membuat polimer *biodegradable*, seperti polimer ester asam lemak karbohidrat. Minyak nabati seperti minyak biji kapuk merupakan bahan terbarukan yang dapat diubah menjadi metil ester asam lemak dan sangat berpotensi sebagai bahan baku berbagai macam industri. Senyawa ester asam lemak selulosa (*FACE*) dapat disintesis dari metil ester asam lemak (*FAME*). Tujuan penelitian ini adalah mengetahui pengaruh temperatur reaksi terhadap sintesis *FACE* menggunakan katalis Na_2CO_3 . Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, diawali dengan penurunan kadar asam lemak bebas (FFA) dengan metode ekstraksi pelarut menggunakan etanol. Analisis GC-MS untuk mengetahui komposisi asam lemak penyusunnya. Kemudian dilakukan sintesis *FAME* dengan katalisator NaOH. Tahap selanjutnya adalah sintesis *FACE* dari *FAME* dan selulosa, sintesis *FACE* ini menggunakan katalis Na_2CO_3 dalam pelarut metanol dengan variasi temperatur 125 °C, 130 °C, 135 °C, 140 °C, 150 °C selama 4 jam. *FACE* yang terbentuk dianalisis menggunakan spektrofotometri FTIR untuk mengetahui derajat transesterifikasinya. Bilangan asam minyak biji kapuk turun dari 6,65 menjadi 0,665. Berdasarkan data GC-MS dan hasil fragmentasi dari masing-masing puncak dapat diketahui bahwa asam lemak penyusun trigliserida minyak biji kapuk ialah asam linoleat (36,53 %), asam palmitat (20,00 %), asam oleat (18,00 %), dan asam stearat (3,52 %). Rendemen *FAME* yang dihasilkan sebanyak 17,0538 g dari 20 gram minyak biji kapuk. Identifikasi *FACE* yang terbentuk menggunakan FTIR ditunjukkan dengan munculnya puncak 1743 cm^{-1} (C=O) yang diperkuat dengan puncak C-O ester pada 1112 cm^{-1} . *FACE* yang dihasilkan memiliki derajat transesterifikasi sebesar 0,6048 untuk temperatur 130 °C dan 0,6762 untuk temperatur 135 °C. Temperatur optimum sintesis *FACE* dengan katalis Na_2CO_3 adalah antara 130 °C – 135 °C.

Keywords: transesterifikasi, selulosa, Na_2CO_3 , *FACE*

ABSTRACT—Synthetic polymers mostly are made from mineral, like petroleum that can not renewable and non biodegradable. So it is needed efforts to produce biodegradable polymer such as fatty acid carbohydrate ester. Fatty acid carbohydrate ester polymer is success to synthesis and produce biodegradable material. Vegetable oil like a kapok seed oil as a renewable material that can be converted into fatty acid methyl ester and is potential as the starting material in various industries. Fatty acid cellulose ester (*FACE*) can be synthesized using fatty acid methyl ester (*FAME*). The objective of this study is to determine the effect of temperature variation of the synthesis of *FACE* using Na_2CO_3 as a catalyst. This study was carried out on several steps. Free fatty acid (FFA) content of kapok seed oil was previously reduced to its minimum value. Analyze using GC-MS to find out the composition of its composing fatty acid. Subsequently, *FAME* was synthesis using NaOH as catalyst. The next step was the synthesis of *FACE* from methyl ester and cellulose using Na_2CO_3 as catalyst using methanol as solvent for 4 hours. In this synthesis, temperature was varied to 125 °C, 130 °C, 135 °C, 140 °C, and 150 °C. The resulting *FACE* was then analyzed using FTIR to find out its transesterification ratio. Free fatty acid (FFA) of kapok seed oil was reduced from 6,65 to 0,665. Base on the GC-MS data and fragmentation result from every peak shown on the spectra, it could be stated that the composing fatty acids of kapok seed oil triglyceride were linoleic acid (36,53 %), palmitic acid (20 %), oleic acid (18 %) and stearic acid (3,53 %). In this study, 20 g kapok seed oil resulted in 17,0538 g of *FAME*. Based on the FTIR spectra, it could be concluded that *FACE* could be synthesized using Na_2CO_3 . The presence of peak at 1743 cm^{-1} (C=O) was strengthened by the presence of C-O ester at 1112 cm^{-1} . The Degrees of transesterification of synthesized *FACE* were 0,6048, 0,6762 for 130 °C and 135 °C respectively. The optimum temperature of synthetic *FACE* using Na_2CO_3 as a catalyst is between 130 °C and 135 °C.

Keywords: transesterification, cellulose, Na_2CO_3 , *FACE*

1. PENDAHULUAN

Polimer sintetik tidak pernah lepas dari kehidupan kita, mulai dari perlengkapan rumah tangga, perlengkapan sekolah, perangkat komputer, telepon, kabel, mainan anak-anak, pembungkus makanan sampai klep jantung buatan tidak lepas dari campuran tangan polimer sintetik. Polimer sintetik sebagian besar dibuat dari bahan tambang, seperti minyak bumi yang tidak dapat diperbaharui (*nonrenewable*) dan *non biodegradable* [1]. Plastik adalah salah satu contoh polimer sintetik yang perkembangannya sangat pesat saat ini. Contoh plastik yang banyak digunakan adalah polietilena, teflon, polivinilklorida, polistirena dan lain-lain. Plastik tersebut tidak dapat terurai oleh mikroorganisme meskipun telah tertimbun oleh tanah [2]. Ketidakmampuan mikroorganisme untuk menguraikan plastik tersebut menimbulkan masalah sampah non organik, jika tidak ditangani dengan baik akan menimbulkan masalah yang sangat serius. Sehingga diperlukan usaha-usaha untuk membuat polimer *biodegradable* untuk mengatasi permasalahan tersebut [3]. Misalnya, ester asam lemak karbohidrat telah berhasil disintesis dan menghasilkan material yang bersifat *biodegradable* [4]. Wang dan Tao [5] melaporkan sintesis *FACE* menggunakan minyak kedelai dengan fosforus pentaklorida dalam pelarut benzena dan selulosa. Kwatra *et al* [6], telah mempelajari sintesis ester selulosa dengan asam lemak rantai panjang menggunakan metode asil klorida tervakumkan. Karakterisasi FTIR menunjukkan adanya serapan gugus OH $3420-3500\text{ cm}^{-1}$, C=O ester $1740-1750\text{ cm}^{-1}$, dan CH_3/CH_2 ulur pada $1460-1470\text{ cm}^{-1}$ [1].

Asam lemak rantai panjang dapat diperoleh dari minyak nabati, salah satunya minyak biji kapuk. Minyak nabati merupakan bahan potensial yang dapat terbarukan (*renewable*) untuk diubah menjadi alkil ester asam lemak [8][9]. Kandungan asam lemak penyusun trigliserida minyak biji kapuk adalah 70% asam lemak tak jenuh dan 30% asam lemak jenuh [10][11]. Dalam rangka peningkatan nilai gunanya, biji kapuk dengan kandungan minyak nabati yang cukup tinggi [12] dapat diolah lebih lanjut sebagai sumber trigliserida dalam reaksi transesterifikasi

menggunakan metanol [13] menghasilkan produk metil ester asam lemak (*FAME*). Senyawa *FAME* mempunyai rantai asam lemak yang panjang dapat mengalami transesterifikasi [14] dengan selulosa menghasilkan polimer asam lemak selulosa (*FACE*) dengan kualitas yang lebih baik, yang dapat bermanfaat sebagai plastik *biodegradable*.

Penelitian ini akan mensintesis polimer asam lemak selulosa dari minyak biji kapuk menggunakan katalis Na_2CO_3 . Katalis Na_2CO_3 merupakan katalis yang bersifat garam basa, sifat kebasaannya lebih lemah dibandingkan NaOH dan KOH yang biasa digunakan sebagai katalis dalam reaksi transesterifikasi. Namun, Na_2CO_3 memiliki kelebihan dibanding NaOH dan KOH. Katalis NaOH dan KOH dalam mengkatalisis akan menghasilkan air yang akan menyebabkan polimer *FACE* yang terbentuk dapat terhidrolisa menjadi reaktan. Sehingga dengan digunakan katalis Na_2CO_3 diharapkan akan menghasilkan polimer *FACE* yang dengan nilai Derajat Transesterifikasi yang tinggi, karena semakin banyak gugus hidroksi dari selulosa yang tersubstitusi oleh gugus ester dari *FAME*. Derajat Transesterifikasi menunjukkan tingkat rata-rata substitusi gugus ester dalam tiap unit glukosa dalam polisakarida [15].

Dalam penelitian ini dilakukan variasi temperatur reaksi, karena temperatur merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi nilai Derajat Transesterifikasi dari polimer *FACE* yang dihasilkan. Temperatur reaksi dapat mempengaruhi nilai Derajat Transesterifikasi karena semakin tinggi temperatur reaksi maka tetapan laju reaksi semakin besar [16][17]. Nilai Derajat Transesterifikasi dapat ditentukan dengan spektrofotometer FTIR. Karakter selulosa ester adalah adanya keberadaan serapan karbonil pada daerah sekitar 1700 cm^{-1} [15].

2. METODE PENELITIAN

2.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah minyak biji kapuk yang diperoleh dari Growong Kidul, Juwana Jawa Tengah sebagai bahan dasar sintesis metil ester asam lemak (*FAME*). Etanol p.a untuk pemisahan *FFA*.

Metanol p.a dan natrium hidroksida berturut-turut sebagai reaktan dan katalis dalam reaksi transesterifikasi *FAME*. Fenolftalein (PP) untuk indikator dalam titrasi penentuan bilangan asam. Sedangkan bahan yang digunakan dalam sintesis *FACE* adalah *FAME* dari transesterifikasi di atas, selulosa, dan metanol, serta Na_2CO_3 sebagai sumber katalis.

2.2 Alat

Penelitian ini menggunakan sejumlah peralatan gelas yang diperlukan. Seperangkat alat refluks untuk proses sintesis *FAME*, dean stark untuk proses sintesis *FACE*, *rotary evaporator* merk Buchii untuk pemisahan minyak biji kapuk dari pelarut, buret dan erlenmeyer untuk penentuan bilangan asam dengan metode titrasi, GC-MS Shimadzu untuk menentukan komposisi senyawa asam lemak penyusun trigliserida minyak biji kapuk dan spektrofotometer FTIR Shimadzu untuk mengetahui struktur kimia *FACE*.

2.3 Prosedur Kerja

2.3.1 Penurunan Asam Lemak Bebas dan Penentuan Asam Lemak Penyusun Trigliserida Minyak Biji Kapuk

Minyak biji kapuk yang diperoleh dari Growong Kidul, Juwana Jawa Tengah diekstraksi dengan etanol p.a dengan rasio volum etanol terhadap minyak biji kapuk adalah 1:3 dengan sepuluh kali pengulangan. *FFA* pada lapisan atas dipisahkan dan etanol yang tersisa di lapisan minyak dipisahkan menggunakan *rotary evaporator*. Selanjutnya dilakukan penentuan bilangan asam untuk mengetahui kadar *FFA* dalam minyak dengan metode titrasi menggunakan larutan NaOH.

$$\text{Bilangan asam} = \frac{bxNx40}{a}xf$$

Dimana : a = berat sampel minyak biji kapuk (g); b = volume NaOH yang digunakan (mL); f = faktor pengenceran dan N = Normalitas NaOH.

Selanjutnya minyak biji kapuk ditentukan komponen asam lemak penyusunnya menggunakan GC-MS.

2.3.2 Sintesis Metil Ester Asam Lemak (*FAME*)

Sebanyak 20 gram minyak biji kapuk dimasukkan ke dalam labu refluks leher tiga.

Selanjutnya larutan NaOH (0,1 gram) dalam metanol (4,3754 gram) dimasukkan ke dalam labu yang berisi minyak dan telah dipanaskan pada temperatur 50 °C. Kemudian campuran direfluks selama 45 menit pada temperatur 70 °C sambil diaduk menggunakan *magnetic steerer*. Campuran yang diperoleh didiamkan selama 30 menit dan setelah pendiaman selama 30 menit lapisan ester yang terbentuk pada lapisan atas dipisahkan dari gliserol menggunakan corong pisah.

2.3.3 Sintesis Ester Asam Lemak Selulosa (*FACE*)

Pada tahap ini, sintesis ester asam lemak selulosa dilakukan dengan memasukkan 1 gram selulosa, 10 ml *FAME*, 10 mg Na_2CO_3 dan 50 ml pelarut metanol ke dalam labu leher tiga yang telah dirangkai dengan kondensor, dean stark, labu silika gel, pengaduk magnet dan pemanas. Selanjutnya campuran diaduk dengan *magnetic steerer* selama 1 jam. Campuran direfluks pada temperatur 125 °C, 130 °C, 135 °C, 140 °C, dan 150 °C selama 4 jam. *FACE* yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan metanol p.a. Kemudian *FACE* disoklet dengan n-heksan selama 3 jam. Hasil soklet kemudian dioven pada 40 °C. Hasil yang diperoleh ditimbang dan diukur titik lelehnya. Selanjutnya *FACE* dianalisis struktur kimianya menggunakan spektrofotometer FTIR.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Penurunan Asam Lemak Bebas dan Penentuan Asam Lemak Penyusun Trigliserida Minyak Biji Kapuk

Minyak biji kapuk yang diperoleh dari Growong Kidul, Juwana Jawa Tengah memiliki sifat cair pada temperatur kamar, berwarna kuning kecoklatan dengan bilangan asam 6,65 dan berat jenis 0,9234 g/mL. Minyak ini masih merupakan campuran antara trigliserida dan asam lemak bebas. Bilangan asam sebesar 6,65 menunjukkan bahwa kadar asam lemak bebas pada minyak kasar masih cukup tinggi. Asam lemak bebas dapat bereaksi dengan NaOH membentuk sabun, sehingga akan mengurangi efektifitasnya sebagai katalis seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. [4].