

## Saponifikasi Limbah Jeruk Nipis (*Citrus aurantifolia*) dengan Penambahan Larutan NaOH pada pH 11

Retno Wulandari, Sirvely Devela

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Serang Raya.

[retnoo.wulandari@yahoo.com](mailto:retnoo.wulandari@yahoo.com)

### Abstrak

Pektin adalah polisakarida yang terdapat di dalam dinding sel buah-buahan, yang dapat diekstrak dari kulit buah setelah pemrosesan. Keberadaan pektin dalam dinding sel buah sangat beragam jumlahnya dan memiliki kandungan nutrisi yang penting. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh dari pH netral dan 1. Mengkaji hasil spektrum gugus fungsi FTIR pektin dari ampas citrus aurantifolia tersaponifikasi NaOH dengan pH 11 dengan pektin murni.

Metode yang dilakukan dalam penelitian ini adalah saponifikasi pektin dengan larutan NaOH. Prosedur pelaksanaan penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahap yaitu pembuatan larutan, pembuatan adsorben, pembuatan pektin, penyaringan, pembilasan, dan tahap pengeringan.

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa dari ampas jeruk nipis 100 gr maka menghasilkan pektin netral sebesar 0,1552 gr dan pektin penambahan NaOH dengan pH 11 sebesar 1,1974 gr. Pada gelombang sekitar 1742,76  $\text{cm}^{-1}$  yaitu mengindikasikan ciri khas gugus ester, serta menandakan bahwa telah terjadi reaksi esterifikasi dengan perubahan pada metil.

Kata Kunci: Pektin, *Citrus Aurantifolia*, pH, Naoh, FTIR

### PENDAHULUAN

Varietas buah jeruk bermacam-macam, salah satunya jeruk nipis (*Citrus Aurantifolia*) merupakan jenis jeruk cukup populer di masyarakat. Tanamannya kini tersebar luas karena pembudiadayaannya yang tidak terlalu sulit. Pemanfaatan buah jeruk ini dapat berupa jus, pastry dan lain-lain. Sedangkan pemanfaatan produk samping seperti kulit buahnya hanya akan di buang begitu saja dan pada akhirnya limbah ini akan mencemari lingkungan. Padahal ampas jeruk mengandung komponen yang bermanfaat bagi manusia. Salah satu

komponen yang terdapat pada kulit jeruk adalah pektin.

Pektin adalah suatu komponen serat yang terdapat pada lapisan lamella tengah dan dinding sel primer pada tanaman (Sirotek et al., 2004). Pektin merupakan pangan fungsional bernilai tinggi yang berguna secara luas dalam pembentukan gel dan bahan penstabil dari buah, bahan pembuatan jelly, jam dan mamalade (Willat et al., 2006). Konsentrasi pektin berpengaruh terhadap pembentukan gel dengan tingkat kekenyalan dan kekuatan tertentu (Chang dan Miyamoto, 1992).

Pektin secara luas berguna sebagai bahan tekstur dan pengental dalam makanan, mampu membungkus logam berat dan juga bahan tambahan produk susu terfermentasi. Pada penelitian ini akan di lakukan kajian sintesis dan

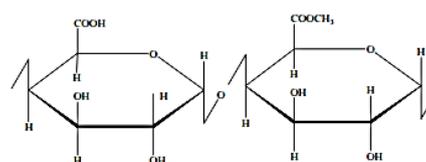
karakterisasi kandungan pektin dari limbah kulit jeruk dan pH pektin tersaponifikasi NaOH pada pH. Limbah jeruk tersaponifikasi NaOH diperoleh dengan cara mereaksikan limbah jeruk dengan NaOH. Penambahan senyawa atau larutan tersebut bisa memakai senyawa basa kuat atau golongan alkali dan alkali tanah (K. N. Ghimire and K. Inoue, 2004). Oleh karena itu, peneliti menggunakan NaOH sebagai senyawa basa kuat untuk penambahan dalam proses pembuatan pektin ini. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi pH pektin tersaponifikasi dengan penambahan NaOH. Pektin yang dihasilkan diharapkan menjadi produk baru yang lebih sehat dan ekonomis.

Tujuan penelitian ini adalah Mempelajari pengaruh variasi pH pada proses saponifikasi limbah jeruk nipis, mengkaji hasil spektrum gugus fungsi FTIR pektin dari ampas *citrus aurantifolia* tersaponifikasi NaOH dengan pH 11 dengan pektin murni, dan untuk memberikan informasi tambahan bagi masyarakat dalam memanfaatkan limbah jeruk nipis semaksimal mungkin, meningkatkan nilai gizi dari produk jeruk nipis itu sendiri, meningkatkan nilai ekonomis jeruk nipis, dan produk baru yang lebih sehat.

### Pektin

Pektin merupakan produk karbohidrat yang dimurnikan dan diperoleh dari ekstrak asam encer dari bagian dalam kulit buah jeruk sitrus atau apel, terutama terdiri dari asam poligalakturonat yang termetoksilasi sebagian. Berbentuk serbuk kasar atau halus, berwarna putih kekuningan, hampir tidak berbau dan memiliki rasa seperti musilago.

Kata pektin berasal dari bahasa Latin “*pectos*” yang berarti pengental atau yang membuat sesuatu menjadi keras/padat. Hal ini mencerminkan kemampuan pektin untuk membentuk gel, yang telah diketahui berabad-abad lalu. Pektin merupakan koloid yang reversibel, yaitu dapat dilarutkan dalam air, diendapkan, dikeringkan dan dapat dilarutkan kembali tanpa merubah sifat fisiknya. Biasanya dimanfaatkan untuk makanan merupakan suatu polimer yang berisi unit asam galakturonat (sedikitnya 65%). Kelompok asam tersebut bisa dalam bentuk asam bebas, metil ester, garam sodium, kalium, kalsium atau ammonium, dan dalam beberapa kelompok pektin amida (IPPA, 2002).



Gambar 1. Struktur Pektin

Pektin ialah polimer linier dari asam D-galakturonat yang berikatan dengan ikatan 1,4- $\alpha$ -glikosidik. Asam D-galakturonat memiliki struktur yang sama seperti struktur D-galaktosa, perbedaannya terletak pada gugus alkohol primer C<sub>6</sub> yang memiliki gugus karboksilat (Herbstreith dan Fox, 2005). Sebagian gugus karboksilat pada polimer pektin mengalami esterifikasi dengan metil menjadi gugus metoksil dan biasanya mengandung sekitar 8,0-11,0% gugus metoksil (Ranganna, 1977).

### METODE PENELITIAN

#### 1. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah pengaduk

magnetik, pisau dapur, kertas saring, neraca analitik, kertas indikator pH, blender, aluminium foil, oven, mesh, spektrofotometer FTIR Shimadzu FT/IR Prestige-21, serta alat-alat gelas.

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah jeruk yang merupakan sisa perasan jeruk nipis (*Citrus aurantiifolia*). Bahan kimia yang digunakan untuk pembuatan adsorben pektin adalah NaOH 0,4 M dan aquades.

## 2. Prosedur Pelaksanaan

Penelitian ini terdiri dari tiga tahap yaitu pembuatan larutan NaOH, pembuatan adsorben pektin-Na, dan analisis adsorben pektin-Na.

### a. Pembuatan Larutan NaOH

Pada tahap penelitian ini dilakukan pembuatan larutan pembuatan NaOH 0,4 M terlebih dahulu yaitu ambil NaOH padat sebanyak 3,2 gram. Kemudian masukkan ke dalam labu reaksi 600 ml dan ditambahkan aquades sekitar 500 ml, kocok hingga butiran NaOH larut semua.

### b. Pembuatan Adsorben Pektin-Na

Pada tahap pembuatan adsorben pektin-Na dilakukan penentuan perlakuan bahan baku. Jeruk nipis yang utuh, kemudian dipotong-potong menjadi beberapa bagian kemudian diperas untuk dikeluarkan airnya. Ampas jeruk yang disisihkan lalu di cacah kasar dan diblender sampai halus.

Ampas jeruk nipis yang sudah halus ditimbang 100 gram dan ditambahkan aquades sebanyak 1000 ml ke dalam gelas beker. Kemudian ditambahkan dengan larutan NaOH 0,4 M 30 ml sampai pH larutan menjadi 11. Larutan tersebut diaduk dengan magnetik stirer dengan

kecepatan 200 rpm selama 24 jam. Setelah pengadukan selesai, larutan selanjutnya dilakukan penyaringan menggunakan kertas saring sehingga diperoleh bagian ampas gel (pektin basah).

Gel yang sudah disaring dibilas dengan aquades hingga diperoleh pH netral. Kemudian gel disaring kembali dengan kertas saring. Pektin basah ditimbang kemudian dikeringkan di oven vacum pada suhu 60°C hingga pektin kering sempurna. Tepung pektin diperoleh dengan memblender pektin kering kemudian dilakukan pengayakan dengan menggunakan mesh 200.

### c. Analisis Adsorben Pektin-Na

Setelah selesai sampel pektin kemudian diuji dengan alat spektrofotometer. Sampel yang digunakan sedikit bentuk bubuk yang dipadatkan ditambah dengan KBr. Campurkan serbuk KBr dan sampel dalam mortal agate, kemudian gerus sampai halus dan tercampur rata. Siapkan cetakan pelet, cuci bagian *sample base* dan *tablet frame* kemudian masukkan campuran dalam set cetakan pelet. Tempatkan pelet KBr pada *tablet holder*, lakukan pengukuran dengan alat FTIR untuk mengetahui struktur gugus fungsinya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Analisis Bahan Baku

Hasil penelitian ini yaitu dari ampas jeruk nipis 100 gr maka menghasilkan pektin netral sebesar 0,1552 gr dan pektin penambahan NaOH dengan pH 11 sebesar 1,1974 gr. Hal ini disebabkan terjadinya reaksi saponifikasi pada gugus metil.

Pektin merupakan polisakarida yang dapat bereaksi dengan basa cair menghasilkan suatu garam dan

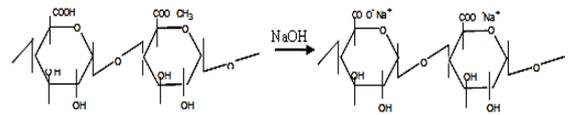
alkohol. Jika basa yang digunakan adalah NaOH cair, maka akan dihasilkan garam pektin dalam bentuk garam natrium. Keberadaan gugus metil ester pada pektin mengurangi sifat pertukaran ionnya (Li *et al.* 2007). Untuk memperbesar sifat pertukaran ion ini dilakukan saponifikasi pektin dengan menggunakan larutan NaOH 0,4M. Dengan reaksi saponifikasi, gugus ester akan tersabunkan. Penurunan jumlah metil ester berbanding lurus dengan penambahan jumlah gugus karboksilat.

Selain itu, pektin tersaponifikasi memerlukan waktu yang lebih lama untuk larut dalam air. Reaksi hidrolisis dalam kondisi basa pada suhu yang tinggi dapat menyebabkan dekarboksilasi pektin (Linggood, 1930). Oleh karena itu, reaksi saponifikasi pektin dilakukan pada suhu 25°C selama 24 jam untuk menghindari reaksi tersebut. Pektin yang telah tersaponisasi kemudian disaring dan dicuci dengan aquades untuk menetralkan kadar pH. Kemudian pektin dikeringkan dalam oven vakum pada suhu 60°C untuk menghilangkan pelarut.

Saponifikasi ester ini menghasilkan pektin yang banyak mengandung gugus karboksilat. Adapun hasil samping reaksi ini adalah metanol, yaitu senyawa golongan alkohol yang paling sederhana.

Tahap reaksi diawali dengan penyerangan gugus C karbonil oleh gugus hidroksil basa menghasilkan intermediet alkoksida tetrahedral. Kemudian terjadi eliminasi ion alkoksida menghasilkan suatu asam karboksilat. Ion ini merupakan basa yang sangat kuat sehingga dapat mengambil proton dari asam

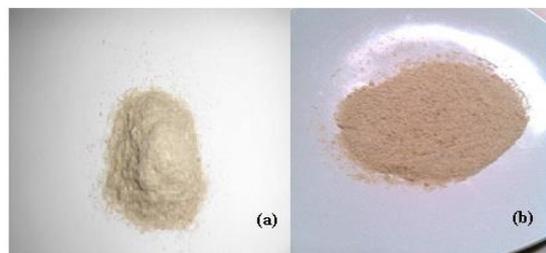
karboksilat menghasilkan ion karboksilat. Selanjutnya ion karboksilat bergabung dengan ion  $\text{Na}^+$  membentuk garam. Persamaan reaksi yang terjadi pada reaksi saponifikasi pektin diperlihatkan



pada gambar 4.1.

Gambar 3. Reaksi Saponifikasi Pektin  
(Sumber: Puji, dkk., 2013)

Pektin saponifikasi (gambar 4.2) berwarna hijau kekuningan, keras, dan sulit dihaluskan. Warnanya lebih gelap dibandingkan dengan pektin sebelum saponifikasi. Perubahan warna ini disebabkan oleh perubahan-perubahan oksidatif pada molekul pektin yang terjadi selama proses reaksi.

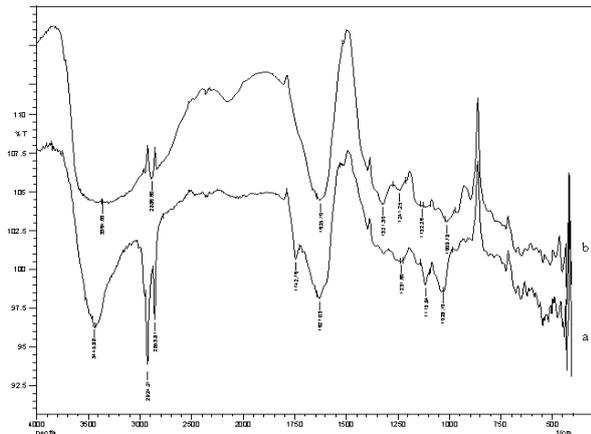


Gambar 4. Pektin

Keterangan:

- a. Pektin netral
- b. pektin tersaponifikasi pada pH 11

### Analisis FTIR



Gambar 5. Spektrum FTIR Pektin

Keterangan: a : Pektin netral  
b : Pektin pH 11

Pektin ampas jeruk nipis netral spektrum menunjukkan puncak serapan lebar yang khas pada bilangan gelombang  $3445,98 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan gugus O-H karboksil dan didukung dengan adanya serapan pada bilangan gelombang  $2924,21 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya ulur C-H. Puncak serapan pada bilangan  $1742,76 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ulur C=O ester. Serapan pita tajam dengan intensitas sedang pada daerah bilangan gelombang  $1627,03 \text{ cm}^{-1}$  yang diduga menunjukkan adanya gugus fungsi uluran C=O Karbonil.

Pektin ampas jeruk nipis dengan pH 11 spektrum menunjukkan puncak adanya serapan lebar yang khas pada gelombang  $3364,00 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan masih adanya gugus O-H karboksil. Puncak serapan pada bilangan gelombang  $2886,60 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ulur C-H. Serapan pada bilangan gelombang  $1625,10 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan gugus C=O Karbonil. Pada spektrum gelombang  $1321,30 \text{ cm}^{-1}$  diduga mengandung gugus fungsi CH alifatik. Serapan pada gelombang  $1132,26$  dan  $1009,78$  merupakan gugus fungsi C-O alkohol.

Pola spektrum di daerah sidik jari yang berbeda antara gambar 4.3 mengindikasikan terbentuknya senyawa baru. Serapan eter yang sangat dominan mungkin merupakan serapan dari gugus eter yang terdapat pada rantai polimer pektin.

Secara umum spektrum yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 tidak berbeda. Akan tetapi, pada gelombang sekitar  $1742,76 \text{ cm}^{-1}$  yaitu mengindikasikan ciri khas gugus ester, serta menandakan bahwa telah terjadi reaksi esterifikasi dengan perubahan pada metil. Menurunnya intensitas serapan pada bilangan gelombang  $2924,21\text{-}2878,88 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan hilangnya gugus hidroksil. Serapan pada bilangan gelombang  $1627,03 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan gugus C=O.

Berdasarkan dari hasil penelitian, membuktikan terjadi perubahan alur struktur gugus fungsi metil ester  $\text{COOCH}_3$  pada pektin pH netral tergantikan menjadi  $\text{COO}^-\text{Na}^+$ .

Tabel 1. Hasil analisis gugus fungsi FTIR Pektin

Sampel	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Pustaka ( $\text{cm}^{-1}$ )	Gugus Fungsi
Pektin netral	3445.98	3330-3500	O-H karboksil
	2924.21	2800-3000	C-H
	2853.81	2800-3000	Uluran C-H
	1742.76	1690-1760	C=O Ester
	1627.03	1640-1820	C=O Karbonil
	1231.60	1230-1270	Eter
	1113.94	1000-1300	C-O alkohol

	1028.10	1000-1300	C-O alkohol
Pektin pH 11	3364.00	3330-3500	O-H karboksil
	2886.60	2800-3000	C-H
	1625.10	1640-1820	C=O Karbonil
	1321.30	1300-1475	CH alifatik
	1241.25	1230-1270	Eter
	1132.26	1000-1300	C-O alkohol
	1009.78	1000-1300	C-O alkohol

(Sumber: Fessenden, 1982)

### KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Berat pektin netral yang diperoleh sebesar 0,1552 gr sedangkan pektin penambahan NaOH dengan pH 11 yaitu sebesar 1,1974 gr. Pektin tersaponifikasi berwarna hijau kekuningan, keras, dan warnanya lebih gelap dibandingkan dengan pektin sebelum saponifikasi. Perubahan warna ini disebabkan oleh perubahan-perubahan oksidatif pada molekul pektin yang terjadi selama proses reaksi.
2. Analisis gugus fungsi sampel pektin membuktikan bahwa gugus metil ester  $\text{COOCH}_3$  tergantikan oleh  $\text{COO}^-\text{Na}^+$ .
3. Analisis gugus fungsi pada sampel pektin menunjukkan adanya gugus hidroksil dari senyawa alkohol dengan munculnya pita lebar diatas 3000-3500  $\text{cm}^{-1}$ . Pita uluran C-H kemungkinan tertutup oleh uluran gugus hidroksil sehingga muncul sebagai pita dengan intensitas yang lemah.

### Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan terdapat beberapa saran untuk penelitian selanjutnya, antara lain:

1. Perlu diperhatikan alat pengaduk magnetik ketika menjalankan penelitian agar tidak terjadi magnetik yang tidak berputar pada saat reaksi saponifikasi pektin.
2. Pada saat pengeringan pektin, atur suhu pada oven agar tidak terlalu tinggi dari yang ditentukan sehingga tidak merusak pektin.

### DAFTAR PUSTAKA

- Albrigo, L. G dan R. D Carter. Structure of Citrus Fruit in Reaction to Processing di dalam S. Nagy, P. E. Shaw, dan M. K. Veldhuis (eds). Citrus Science and Technology Volume I. The AVI Publishing Company Inc. West Point, Connecticut.
- Commite on Food Chemical Codex. 1996. Pectins. <http://arjournals.annualreviews.org/doi/abs/10.1146/annurev.bi.20.070151.000435>
- Fessenden R. J dan J. S Fessenden. 1982. Kimia Organik Jilid 2. Jakarta: Erlangga.
- Guichard, E. S., A, Issanchou., Descovieres dan P. Etievant. 1991. Pectin Concentration, Molekular Weight and Degree of Esterification. Influence on Volatile Composition and Sensory Characteristic of Strawberry Jam. J. Food Science, 56:1621
- Glicksman. 1969. Gum Technology in The Food Industry. Academic Press. New York.

- Herbstreith, K dan G. Fox. 2005. Pectin. [http://www.herbstreith-fox.de/pektin/forschung\\_und\\_entwicklung/forschung\\_entwicklung04a.htm](http://www.herbstreith-fox.de/pektin/forschung_und_entwicklung/forschung_entwicklung04a.htm)
- IPPA (International Pectins Procedures Association). 2002. What is Pectin. [http://www.ippa.info/history\\_of\\_pektin.htm](http://www.ippa.info/history_of_pektin.htm).
- K. N. Ghimire and K. Inoue. 2004. Optimization of Saponification Process for Orange and Apple Wastes. Saga University. Japan.
- Li, M.Z., Lu, E.S., Zhi, L.Z., Jian, M.C., Dong, D.S., Jie, Y., dan Zhen, X.T. 2007. Novel Modified Pectin for Heavy Metal Adsorption. Chinese SNI. 1991. SNI-02-2101-1979: Pektin. Chemical Letters 18:325-328. Jakarta: Dewan Standardisasi Nasional.
- Linggood FV. 1930. The Decarboxylation of pectin. London
- May, C. D. 1990. Industrial Pectins: Sources, Production, and Application. Carbohydrate Polymer. 12: 79-84.
- Puji Kurniawati, Sri, Iwing Vinisyanti dan Sudiono. 2013 . Pemanfaatan Limbah Jeruk Tersaponifikasi Bentuk Na Untuk Adsorpsi Logam Zn(Ii). Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Ranganna, S. 1977. Manual of Analysis of Fruit and Vegetable Products. McGraw Hill, New Delhi.
- Rouse, A.H. 1977. Pectin: Distribution, Significance. Di dalam Nagy, S., P. E. Shaw dan M.K. Veldhuis (eds). Citrus Science and Technology Volume 1. The AVI Publishing Company Inc, Westport, Connecticut.
- Sirotek, K., L. Slovakova, J. Kopecny and M. Marounek. 2004. Fermentation of pectin and glucose, and activity of pectin-degrading enzymes in the rabbit caecal bacterium *Bacteroides caccae*. Letters in Applied Microbiology 38:327–332
- Willats, WGT., J. Paul Knox dan Jorn D.M, 2006. Pectin : New Insights Into An Old Polymer Are Starting To Gel. Trends in Food Science & Technology. 17: 97-104.
- Winarno, F. G. 1997. Kimia Pangan dan Gizi. Penerbit PT Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- Wikipedia. 2014. Jeruk Nipis. (online). (<http://www.wikipedia.org>, diakses 8 Agustus 2014).

