

SINTESIS SELULOSA ASETAT DARI *REJECT PULP* HASIL SAMPING PEMASAKAN *ACACIA CRASSICARPA*

Wahyu Rizaldi Dan Nurul Ajeng Susilo

Institut Teknologi Sains Bandung, Deltamas Jl. Ganesha Boulevard, Pasirranji, Kec. Cikarang Pusat, Bekasi, Jawa Barat 17530, Indonesia

Email: wahyurizaldi03@gmail.com

Abstrak

Reject pulp merupakan hasil samping dari proses pembuatan pulp di bagian proses screening . Pada *reject pulp* masih terkandung selulosa yang dapat dijadikan selulosa asetat melalui reaksi esterifikasi dengan prekursor asetat anhidrid. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu asetilasi dan volume asetat anhidrid terhadap karakteristik selulosa asetat dari *reject pulp*. Karakterisasi selulosa asetat dilakukan dengan spektrofotometri FTIR dan penentuan derajat substitusi (DS). Hasil penelitian menunjukkan asetilasi selulosa dari *Reject pulp* telah berhasil dilakukan, diindikasikan dengan munculnya puncak khas pada daerah antara 1736 cm⁻¹ dan 1234 cm⁻¹ yang merupakan puncak dari C=O dan C-O asetil. Waktu asetilasi dimana diperoleh nilai yaitu: variasi waktu asetilasi 16 jam hingga 24 jam diperoleh kadar asetil 41,89% hingga 56,46%, pada variasi Volume asetat anhidrid diperoleh nilai yaitu : untuk variasi volume 50 ml hingga 90 ml diperoleh kadar asetil 22.94% hingga 41.89%. penambahan waktu asetilasi dan volume asetat anhidrid berpengaruh terhadap kadar asetil dan derajat substitusi selulosa asetat.

Kata Kunci: *Reject pulp*, selulosa asetat, FTIR, derajat substitusi

Abstract

Reject pulp is a by-product of the pulping process in the screening process. *Reject pulp* still contains cellulose which can be used as cellulose acetate through an esterification reaction with anhydride acetate precursors. This study aims to determine the effect of acetylation time and volume of anhydride acetate on the characteristics of cellulose acetate from *reject pulp*. Cellulose acetate characterization was carried out by FTIR spectrophotometry and determination of the degree of substitution (DS). The results showed that cellulose acetylation from *Reject pulp* had been successfully carried out, indicated by the appearance of a typical peak in the area between 1736 cm⁻¹ and 1234 cm⁻¹ which was the peak of C = O and C-O acetyl. Acetylation time where the value is obtained: acetylation time variation of 16 hours to 24 hours obtained 41.89% to 56.46% acetyl level, the variation of acetate anhydrid volume values obtained are: for volume variations of 50 ml to 90 ml acetyl levels obtained 22.94% up to 41.89%. addition of acetylation time and volume of acetic anhydride affect the level of acetyl and the degree of cellulose acetate substitution.

Keywords: *Reject pulp*, cellulose acetate, FTIR, degree of substitution

1. PENDAHULUAN

Reject pulp adalah limbah padat pabrik pulp yang merupakan pulp yang tidak sempurna dimasak pada proses pengolahan potongan kayu (chip) menjadi bubur kertas (pulp), Se jauh ini reject pulp masih belum banyak dimanfaatkan menjadi produk yang mempunyai nilai tambah (added value) (Chairul.M, 2018). Reject pulp masih mengandung selulosa dan lignin karna masih belum melalui proses Bleaching.

Pada prosesnya *reject pulp* adalah pulp yang tidak lolos proses screening, pulp dipisahkan karna berukuran lebih besar dan berbentuk shive (lebih dari 2 rantai fiber yang masih berikatan) berwarna coklat kehitaman, umum nya reject pulp ini akan dikirim kedalam srew press untuk mengurangi kadar airnya, selanjutnya akan di antar ke mesin kertas untuk dibuat brown paper.

masih banyaknya kardar lignin didalam *reject pulp* maka nilai jual dari pulp ini cukup murah dan untuk proses pemasakan ulang ukuran dari pulp ini sudah terlalu kecil, jumlah *reject pulp* dalam proses pemasakan sekitar 0,5-1% menurut kondisi bahan dan pemasakan (Gerry M, 2017).

Kebutuhan berbagai macam bahan kimia di Indonesia masih belum terpenuhi sehingga untuk mengatasinya harus mengimpor dari negara-negara produsen yang sudah maju. Salah satu jenisnya adalah selulosa asetat.

Selulosa asetat termasuk jenis serat yang banyak digunakan dalam industri tekstil maupun fiber. Kegunaan selulosa asetat antara lain untuk pembuatan *yarn* selulosa asetat, benang tenun dalam industri tekstil, sebagai *filter* pada rokok, *pothographic film*, *pigmen sheting*, bahan pembuat *bio-plastic*, cat, *surface coating* dan pembuatan *membrane* (Kiyose et al., 1998; G. Odian, 1933).

Berdasarkan data dari biro pusat statistik (BPS.go.id,2016), kebutuhan selulosa asetat di Indonesia masih dipenuhi dengan mengimpor dari Jepang, Amerika, Belanda, Jerman, Swedia, Italia, Prancis dan Spanyol.

2. BAHAN DAN METODE

Bahan Percobaan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa *pulp reject Acacia crasiacarpa* yang telah dilakukan purifikasi terlebih dahulu.

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini berupa asam asetat glasial, asam asetat anhidrida, asam sulfat sebagai katalis, *aquades*, *ethanol*, NaOH dan Hcl.

Alat Percobaan

Alat yang digunakan sebuah *thermometer*, Set Titrasi, FTIR, dan *Hot Plate* dengan *automated stirer*

Metode Percobaan

Pulp hasil purifikasi digunakan sebagai bahan baku pembuatan selulosa asetat, menggunakan proses asetilasi menggunakan asam asetat, asetat anhidrida sebagai pereaksi dan asam sulfat sebagai katalis, tahap pertama selulosa *reject pulp* dilakukan aktivasi dengan menabahkan asam asetat glasial sebanyak 150ml, di rendam selama ± 2 jam lalu dilanjutkan dengan proses asetilasi dengan penambahan asam asetat anhidrida dan asam sulfat, dalam proses asetilasi penelitian dibagi menjadi 2 variasi, variasi pertama waktu asetilasi (16 jam, 20 jam, dan 24 jam), variasi kedua dosis anhidrida yang ditambahkan dalam proses asetilasi (50 ml, 60 ml, 70ml, 80ml, 90 ml, dan 100ml), temperature proses asetilasi selalu di jaga agar tidak melebihi 50°C dengan pengadukan secara konstan,

diakhiri dengan penambahan air sebagai hidrolisis untuk menghentikan reaksi asetilasi, endapan yang tersisa akan di bersihkan dengan air dan kemudian dikeringkan dengan oven bertemperatur 75°C, hasil selulosa asetat kemudian dilakukan pengujian FTIR, kadar asetil, dan derajat substitusi (DS), penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi dosis asetat anhidrida dan waktu asetilasi terhadap kadar asetil dan nilai derajat substitus (DS).

Analisa Hasil

Pengukuran kadar asetil

1. Ditambahkan 40 ml etanol 75% (v/v) dengan pipet ke dalam labu.
2. Dipanaskan di penangas air bersuhu 55°C selama 30 menit.
3. Labu dikeluarkan dari penangas, kemudian dimasukkan 40 ml NaOH 0.5 N ke ndalamnya, dengan buret.
4. Labu dipanaskan kembali selama 15 menit pada suhu yang sama. Selanjutnya, labu ditutup rapat dengan lembaran aluminium dan dibiarkan selama 72 jam pada suhu ruang.
5. Sisa NaOH dititrasi dengan HC1 0.5 N standar menggunakan indikator fenolftalein (pp) sampai lenyapnya warna merah muda.
6. Sebanyak 1 ml titran dilebihkan dari titik akhir itu, lalu labu ditutup rapat kembali, dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu kamar untuk menarik NaOH yang berdifusi ke dalam selulosa teregenerasi.
7. Sisa HC1 dititrasi dengan NaOH 0.5 N standar sampai muncul warna merah muda permanen pertama kali, titrasi dilakukan dengan hati-hati karena titrat tidak tanpa warna, tetapi berwarna kuning muda sampai coklat, bergantung pada warna selulosa asetat setelah penetapan kadar air.

8. Blangko, yaitu perlakuan serupa dengan penetapan kadar asetil contoh, tetapi tanpa menggunakan contoh, dibuat bersamaan dengan contoh.
9. Kadar asetil selulosa asetat dapat dihitung dari persamaan sebagai berikut:

$$\text{kadar Asetil(\%)} = \frac{4,305[(D - C)Na + (A - B)Nb]}{(1 - M)W}$$

Derajat substitusi (DS)

$$DS = \left(\frac{162 \cdot 1 \cdot \%AG}{43 \cdot 100 - (43 - 1) \%AG} \right)$$

Keterangan : %AG : kadar Asetil (%)

FTIR

Analisis gugus fungsi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 450 cm⁻¹ sampai dengan 4000 cm⁻¹. Analisis ini untuk mengetahui gugus fungsi karakteristik dari selulosa asetat.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

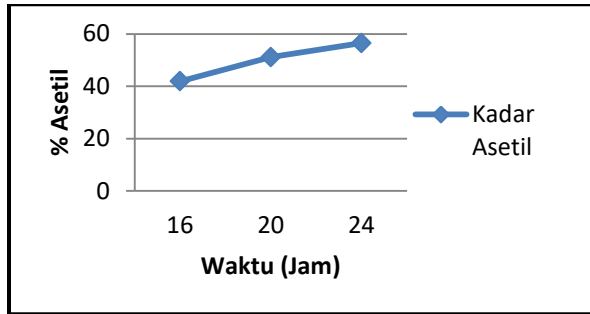
Data hasil pengujian kadar asetil dan derajat substitusi terhadap variasi asetilasi.

Tabel 1 Kadar Asetil terhadap waktu asetilasi

Waktu asetilasi	Kadar Asetil (%)	Derajat substitusi (DS)
16 Jam	41.89	2.67
20 Jam	51.08	3.84
24 Jam	56.46	4.74

Berdasarkan data pada Tabel 1 diperoleh data bahwa adanya pengaruh

waktu asetilasi terhadap kadar asetil. Hal tersebut dapat dibuktikan pada Grafik 1.



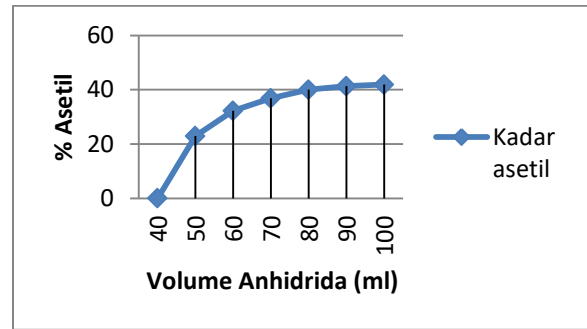
Grafik 1 Hubungan kadar asetil terhadap waktu asetilasi

Grafik 1 menunjukkan kadar asetil terhadap Waktu asetilas, volume asam anhidrida yang digunakan sebanyak 100ml, semakin lamanya waktu asetilasi kadar asetil dan DS akan semakin tinggi, dengan waktu 16 jam hingga 24 jam diperoleh kadar asetil 41,89% hingga 56,46%.

Tabel 2 Kadar Asetil terhadap volume asetat anhidrida

volume	Kadar asetil (%)	Derajat substitusi (DS)
40 ml	0	0
50 ml	22.94	1.11
60 ml	32.21	1.77
70 ml	36.84	2.16
80 ml	39.99	2.47
90 ml	41.32	2.61
100 ml	41.89	2.67

Berdasarkan data pada Tabel 2 diperoleh data bahwa adanya pengaruh volume asetat anhidrid terhadap kadar asetil. Hal tersebut dapat dibuktikan pada Grafik 2.

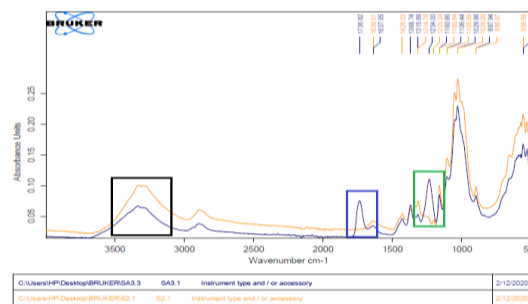


Grafik 2 Hubungan kadar asetil terhadap volume asam anhidrida

Berdasarkan Grafik 2 menunjukkan pengaruh volume asam anhidrida terhadap kadar asetil, pada volume 40 ml tidak terdapat pengendapan pada proses asetilasi, volume 50ml hingga 100ml diperoleh kadar asetil 22,94% hingga 41,89%, dengan pertambahan volume asetat anhidrida, kadar asetil dan derajat substitusi akan semakin tinggi.

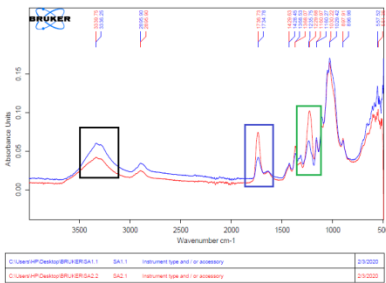
FTIR

Reaksi asetilasi telah berhasil dilakukan yaitu dengan munculnya pita serapan gugus $-C=O$ pada ester dan asetil, Selain itu gugus $-OH$ juga menjadi tanda proses asetilasi berjala dengan optimal.



Gambar 1 FTIR selulosa Vs selulosa asetat *Reject pulp*

Pada Gambar 1 garis merah (S2.1) merupakan hasil FTIR dari selulosa *reject pulp*, garis biru (SA3.1) merupakan selulosa asetat *reject pulp*, terdapat puncak yang melebar pada daerah 3339,75 cm⁻¹ menunjukkan serapan -OH, setelah melakukan asetilasi terlihat puncak serapan baru yang terdapat pada gugus karbonil (C=O) ester pada bilangan 1736,82 cm⁻¹ dan serapan gugus (C-O) asetil pada bilangan 1234,00 cm⁻¹.



Gambar 2 FTIR selulosa asetat *Reject pulp* dengan variasi volume asam anhidrida

Pada Gambar 2 garis biru (SA1.1) dengan Volume 50 ml dan garis merah (SA2.1) dengan volume 90 ml, puncak daerah 3339,75 cm⁻¹ gugus -OH melebar semakin banyaknya volume asam anhidrida yang ditambahkan, dan pada serapan C=O grafik serapan semakin runcing dengan pertambahan asam anhidrida.

Hubungan antara derajat substitusi selulosa asetat, kadar asetil dan aplikasinya (Frenkel & Wegener 1984)

Table 3 Derajat substitusi (Frenkel dan Wegener 1984)

Derajat substitusi	Kadar asetil (%)	Aplikasi
0,6 - 0,9	13,0 – 18,6	-
1,2 - 1,8	22,2 – 32,2	plastic
2,2 - 2,7	36,5 – 42,2	Benang, film
2,8 - 3,0	43,0 – 44,8	Kain pembungkus

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan kadar asetil dan derajat substitusi selulosa asetat *reject pulp*, diperoleh berkisar 1,11 hingga 2,67, berdasarkan table 3, maka selulosa setat dapat di aplikasikan untuk pembuatan plastik, benang dan film.

4. KESIMPULAN

Penelitian ini menggunakan proses *Solvent process*, merupakan proses yang paling umum dan biasa digunakan. Pada proses asetilasi digunakan asetat anhidrid sebagai *solvent* dan berlangsung dengan kehadiran asam asetat glasial sebagai *diluents* serta asam sulfat sebagai katalis, dan bahan baku *reject pulp*.

Penggunaan *Reject pulp* sebagai bahan baku pembuatan selulosa asetat, dalam penelitian tidak berpengaruh terlalu signifikan terhadap selulosa asetat yang dihasilkan, perbedaan yang terlihat hanya pada warna dari selulosa asetat yang dihasilkan berwarna kecoklatan,

Terdapat peningkatan nilai kadar asetil dan nilai derajat substitusi (DS) dengan pertambahan waktu asetilasi dan volume asetat anhidrid, pada pertambahan waktu asetilasi 16 jam - 24 jam, kadar asetil yang didapat 41,89% - 56,45%, pada perubahan

volume asam anhidrid 50 ml – 100 ml, didapat kadar asetil 22,94% - 41,89%.

Hasil pengujian FTIR terhadap selulosa asetat *reject pulp* menunjukkan reaksi asetilasi telah berhasil dilakukan, dan menunjukkan pembacaan yang memperlihatkan puncak gugus C=O yang semakin tinggi sejalan dengan penambahan asam asetat anhidrida dan waktu asetilasi.

Selulosa asetat yang telah dibuat dapat di aplikasikan menjadi plastik, benang, dan film.

Yunita, rica fitri, 2018, Pembuatan dan karakterisasi film selulosa Asetat dari kayu kelapa sawit dengan pelarut Klorofoam dan Plastizier Triasetin, universitas Sumatra Utara.

5. DAFTAR PUSTAKA

Desiyarni. 2006. Perancangan Proses Pembuatan Selulosa Asetat dari Selulosa Mikrobial untuk Membran Ultrafiltrasi. Disertasi tidak diterbitkan. Bogor: IPB.

Gerry m, 2017, Menganalisis cara untuk menjaga kestabilan serta efisiensi proses pembuatan *Pulp* di *Medium Consistency Pump* sebagai pompa utama dengan menjaga konsentrasi *pulp* di level 10 - 12%, universitas Sumatra Utara

Mukiyat, Chairul. (2018). Pemanfaatan Selulosa Reject Pulp Untuk Produksi Bioetanol Melalui Sakarifikasi dan Fermentasi Serentak dengan Enzim Sellulase dan Xylanase, pekanbaru; teknik kimia, Universitas Negeri Riau.

Sunaryo dan Widyawidura, Wira. (2010). *Pengembangan Bahan Membran Keramik Untuk Peningkatan Kualitas Air Minum*. Jakarta: Fisika FPMIPA Universitas Negeri Jakarta.

Suyati. 2008. Pembuatan Selulosa Asetat dari Limbah Serbuk Gergaji Kayu dan Identifikasinya. Tesis Pascasarjana FMIPA-Kimia, ITB-Bandung