

Penelitian/Research

PENGARUH RASIO ANHIDRIDA ASETAT DALAM PROSES ASETILASI SELULOSA PULP KAYU SENGON (*Paraserianthes falcataria*) DALAM PEMBUATAN POLIMER SELULOSA TRI ASETAT

*The Effect of Acetate Anhydride Ratio in the Process of Cellulose Acetylation of Pulp from Sengon (*Paraserianthes falcataria*) on the Production of Cellulose Triacetate Polymer.*

Cut Meurah Rosnelly¹⁾, Abdul Aziz Darwis²⁾, Erliza Noor²⁾, Kaseno³⁾

¹⁾Pascasarjana (S3) Teknologi Industri Pertanian-Fateta IPB, Kampus IPB Darmaga IPB

²⁾Staf Pengajar Teknologi Industri Pertanian -Fateta IPB, Kampus IPB Darmaga IPB

³⁾Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT) – Jl. Thamrin No.8, Jakarta 10340

ABSTRACT: Almost all of Cellulose acetate is produced by reaction of cellulose and acetic anhydride using strong acids as catalyst and acetic acid as a solvent. A typical industrial process requires very high quality cellulose raw materials having a high α -cellulose content. The cellulose used as a raw material in this research is wood pulp of sengon (*Paraserianthes falcataria*) due to fast growing species and has potential used as a raw material as if has a high cellulose content. The main objective of this research was to obtain condition for making cellulose triacetate by applying ratio levels of acetic anhydride toward cellulose in acetylation process. Cellulose triacetate flake was produced by activation and acetylation process. Activation was carried out by mixing cellulose of sengon pulp with glacial acetic in proportion 1:8 at 50 °C about 15; 30; 60; 90, and 120 minutes. Acetylation is then conducted using reagents in following proportions relative to the pulp mass; variable of acetic anhydride ratio (3.35:1), (4:1), (5:1), and (6 : 1), acetic acid as solvent (4.5 : 1), sulfuric acid (0.015 : 1) as catalyst while controlling the reaction temperature at 50°C for 60 minutes. The result showed that acetyl content of cellulose triacetate was obtained as 44.175% at 30 minutes activation and ratio of acetic anhydride toward cellulose 3.35 in acetylation process.

Key words: cellulose of wood sengon pulp, ratio of acetic anhydride, cellulose triacetate, acetyl content.

PENDAHULUAN

Industri polimer saat ini sedang berkembang pesat. Keterkaitan antara industri polimer dan berbagai industri lainnya sangat erat, sehingga industri polimer dapat dipandang sebagai industri dasar dalam perekonomian negara industri (Cowd, 1991). Penelitian dan pengembangan bahan polimer masih terus dilakukan oleh berbagai pihak yang terkait, dan perkembangan proses teknologi yang mengarah ke penggunaan bahan baku ramah lingkungan lebih sering digunakan, hal ini dilakukan untuk meminimalkan penggunaan bahan bakar fosil sebagai bahan penghasil polimer yang dalam kenyataan mempengaruhi keadaan lingkungan seperti pemanasan global (Harrison *et al.*, 2004). Terdapat persamaan sifat polimer yang berasal dari bahan bakar fosil dengan selulosa biomassa, penggantian ke sumber bahan

biomassa yang bersifat ramah lingkungan sangat potensial digunakan.

Selulosa asetat merupakan salah satu jenis biopolimer yang akhir-akhir ini banyak digunakan di industri antara lain sebagai polimer pada industri plastik cetakan (*moulding*), film fotografi, dan membran (Yamakawa *et al.* 2003). Menurut Data BPS Sumut (2007) kebutuhan selulosa asetat di Indonesia dari tahun 2000 sampai 2006 terus bertambah untuk setiap tahun dari 10.327 ton menjadi 14.744 ton. Namun Indonesia masih mengimpor akan kebutuhan selulosa asetat tersebut. Akhir-akhir ini pemakaian polimer selulosa triasetat banyak digunakan pada proses pemurnian air dalam bentuk membran. Biopolimer tersebut dapat dihasilkan dari proses asetilasi selulosa biomassa yang berasal dari bahan seperti *hardwoods*, *softwoods*, kapas, dan serat tanaman yang bukan kayu (Kuo dan Bogan, 1997). *Nata de coco* dan *nata*

de soya juga merupakan sumber penghasil selulosa yang dikenal sebagai selulosa mikrobial. Biomassa ini berasal dari pertumbuhan *Acetobacter Xylinum* pada permukaan cairan yang asam (air kelapa atau limbah tahu) dan mengandung gula. Pulp sengon yang dihasilkan dari proses deplegnifikasi kayu sengon (*Paraserianthes falcataria*) termasuk salah satu sumber penghasil selulosa yang berpotensi sangat baik untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan polimer selulosa asetat karena kandungan selulosa yang tinggi. Kayu sengon yang berumur 5 tahun tersusun atas komponen kimia dengan besar kandungannya adalah α -selulosa 46,62%; pentosan 16,52%; lignin 29,16%; silika 0,50%; abu 0,64%, dan air 5,28%. Adapun komposisi kimia pulp sengon adalah α -selulosa 92,15%; β + δ selulosa 5,86%; pentosan 1,48%; abu 0,23%; sari 0,02% (Pari, 1996).

Sebaiknya selulosa asetat dihasilkan dari sumber selulosa yang mempunyai tingkat kemurnian α -selulosa relatif tinggi untuk mendapatkan hasil akhir yang baik pada aplikasi (Kuo dan Borgan, 1997). Menurut Ott *et al.* (1954) dan Nevell dan Zeronian (1985), tahapan pembuatan selulosa asetat terdiri atas empat proses, yaitu: (1) praperlakuan (*pretreatment*), (2) asetilasi (*acetylation*), (3) hidrolisis (*hydrolisis*), dan (4) pemurnian (*purification*).

Secara komersial, selulosa asetat dihasilkan dari reaksi selulosa dengan reaktan anhidrida asetat atau asama asetat menggunakan katalis dan asam asetat sebagai pelarut. Senyawa-senyawa yang dapat digunakan sebagai katalis adalah asam sulfat, asam perklorat, dan asam sulfonat. Asam sulfat merupakan katalis yang paling umum digunakan, sementara katalis lain jarang digunakan karena tidak efektif, tidak praktis, atau sangat berbahaya untuk dilakukan pada skala industri (Kuo dan Bogan, 1997). Penggunaan reaktan asam asetat sangat menguntungkan karena merupakan bahan baku yang mudah diperoleh dibandingkan dengan anhidrida asetat. Namun dibalik keuntungan tersebut, terdapat pula kerugian dalam penggunaan reaktan tersebut. Selulosa akan bereaksi dengan asam asetat menghasilkan selulosa asetat dan air. Air yang dihasilkan akan menghidrolisis kembali selulosa asetat yang sudah terbentuk sehingga membentuk selulosa kembali dan mempengaruhi jumlah

produk yang dihasilkan. Sementara itu, penggunaan anhidrida asetat lebih menguntungkan dari segi jumlah produk yang dihasilkan, walaupun reaktan tersebut agak susah mendapatkannya. Reaksi antara selulosa dengan anhidrida asetat menghasilkan selulosa asetat dan asam asetat.

Terdapat dua hal penting dalam menentukan selulosa yang digunakan untuk proses asetilasi, yaitu kemampuan selulosa untuk menghasilkan asetilasi yang seragam dan kualitas produk yang dihasilkan (Steven dan Malcolin, 2001). Kemampuan selulosa tidak hanya ditentukan oleh komposisi kimia. Perlakuan awal sebelum proses asetilasi dilakukan seperti proses aktivasi juga menjadi faktor yang terpenting dalam menentukan sifat fisik. Desiyarni (2006) menyatakan bahwa rasio reaktan anhidrida asetat terhadap selulosa juga merupakan salah satu faktor penting yang mempengaruhi kecepatan reaksi asetilasi dan kualitas selulosa triasetat yang dihasilkan. Hasil proses asetilasi tersebut diperoleh pada konsentrasi asam sulfat 1,5% (v/b), rasio anhidrida asetat terhadap selulosa mikrobial 3,35, waktu asetilasi 323 menit, dan suhu 50°C. Kadar asetil selulosa triasetat yang dihasilkan sebesar 45,78%. Sementara itu, Darwis *et al.* (2003) menyatakan faktor rasio anhidrida asetat terhadap selulosa mikrobial berpengaruh pada kadar asetil yang dihasilkan. Kadar asetil yang dihasilkan akan meningkat dengan meningkatnya rasio anhidrida asetat terhadap selulosa mikrobial dari 2:1 menjadi 3:1 dan kadar asetil yang diperoleh sebesar 43%.

Oleh karena itu, tujuan penelitian adalah untuk mendapatkan kondisi proses terbaik berupa waktu aktivasi dan rasio reaktan anhidrida asetat terhadap selulosa pada proses asetilasi selulosa pulp kayu sengon. Jenis selulosa yang digunakan diduga sangat menentukan lamanya waktu aktivasi. Rasio anhidrida asetat diduga berpengaruh terhadap perolehan dan kadar asetil selulosa triasetat yang dihasilkan karena semakin tinggi rasio anhidrida asetat terhadap selulosa akan meningkatkan perolehan dan kadar asetil selulosa triasetat yang dihasilkan.

BAHAN DAN METODE

A. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian dibagi atas : (1) bahan untuk pembuatan selulosa triasetat, yaitu selulosa

pulp kayu sengon yang diperoleh dari hasil kerjasama dengan Balai Besar Pulp dan Kertas (BBPK / Bandung), asam asetat glasial 100% GR (Merck), aquadest, dan magnesium karbonat yang dibeli dari toko kimia (Bogor), serta anhidrida asetat p.a.(Merck) dan asam sulfat 95-97% (Merck) yang dibeli dari distributor bahan kimia melalui perizinan dari pihak Departemen TIN-Fateta IPB, (2) bahan untuk analisis kadar asetil, yaitu ethanol 96 %, p.a. (Merck), NaOH, NaCO₃, indikator metil merah, indikator fenolftalein (pp) yang dibeli dari toko kimia (Bogor) serta asam klorida (HCl) *fuming* 37% GR, p.a. (Merck) yang dibeli dari distributor bahan kimia melalui perizinan dari pihak Departemen TIN-Fateta IPB. Penelitian dilakukan di Laboratorium Teknologi Kimia dan Laboratorium Bioproses Departemen Teknologi Industri Pertanian (TIN) – Fakultas Teknologi Pertanian IPB.

B. Alat

Peralatan untuk pembuatan selulosa triasetat terdiri dari: (1) pembuatan selulosa asetat antara lain alat-alat gelas berupa erlenmeyer 250 ml, gelas piala 500 ml, gelas ukur 100 ml, pipet ukur 10 ml dan 25 ml, karet penghisap, pengaduk kaca, corong kaca, *shaker*, dan tabung sentrifus 50 ml, (2) alat-alat untuk analisis kadar asetil antara lain erlenmeyer 250 ml, pipet tetes, buret 50 ml, *klem holder*, dan statif.

C. Metode

Pertama-tama dilakukan analisis komposisi kimia dan sifat fisik terhadap selulosa. Selanjutnya dilakukan tahapan proses pembuatan selulosa triasetat (STA) terdiri dari: aktivasi dan asetilasi dari selulosa pulp kayu sengon. Suhu untuk setiap tahapan proses dipertahankan pada suhu konstan. Waktu untuk setiap tahapan proses dan rasio anhidrida asetat terhadap selulosa pada tahap asetilasi dijadikan sebagai variabel bebas.

Penentuan Waktu Aktivasi Terbaik

Media aktivasi yang digunakan adalah asam asetat glasial dengan rasio asam asetat terhadap selulosa pulp sengon yang digunakan adalah 8:1 (v/bk), yaitu sebanyak 5 gram selulosa pulp sengon dan 40 ml asam asetat glasial dimasukkan kedalam gelas erlenmeyer 250 ml. Aktivasi dilakukan dengan menggunakan penangas air pada suhu 50 °C menggunakan variabel waktu 15, 30, 60,90,

dan 120 menit. Selanjutnya dilakukan proses asetilasi untuk pembuatan selulosa triasetat dari selulosa pulp sengon.

Asetilasi dilakukan dengan cara menambahkan anhidrida asetat, asam asetat, dan asam sulfat dengan perbandingan 3,35 : 4,5 : 0,015 untuk setiap satu bagian berat kering selulosa hasil aktivasi. Sebanyak 16,75 ml anhidrida asetat, 22,5 ml asam asetat glasial, dan 0,075 ml asam sulfat ditambahkan ke dalam erlenmeyer 250 ml yang berisi selulosa pulp sengon hasil aktivasi. Campuran diaduk rata menggunakan pengaduk bermagnet. Selanjutnya asetilasi dilakukan dalam penangas air yang bergoyang dengan kecepatan 150 rpm pada suhu 50 °C selama 1 jam. Setelah proses asetilasi selesai dilakukan pemisahan selulosa pulp sengon yang tidak terkonversi dari media asetilasi dengan menggunakan alat sentrifugasi (SAKUMA, Model R 90-22, 50 ml x 2) pada suhu 20 °C selama 15 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Sisa serbuk selulosa pulp sengon akan mengendap sedangkan selulosa triasetat terdapat dalam supernatan.

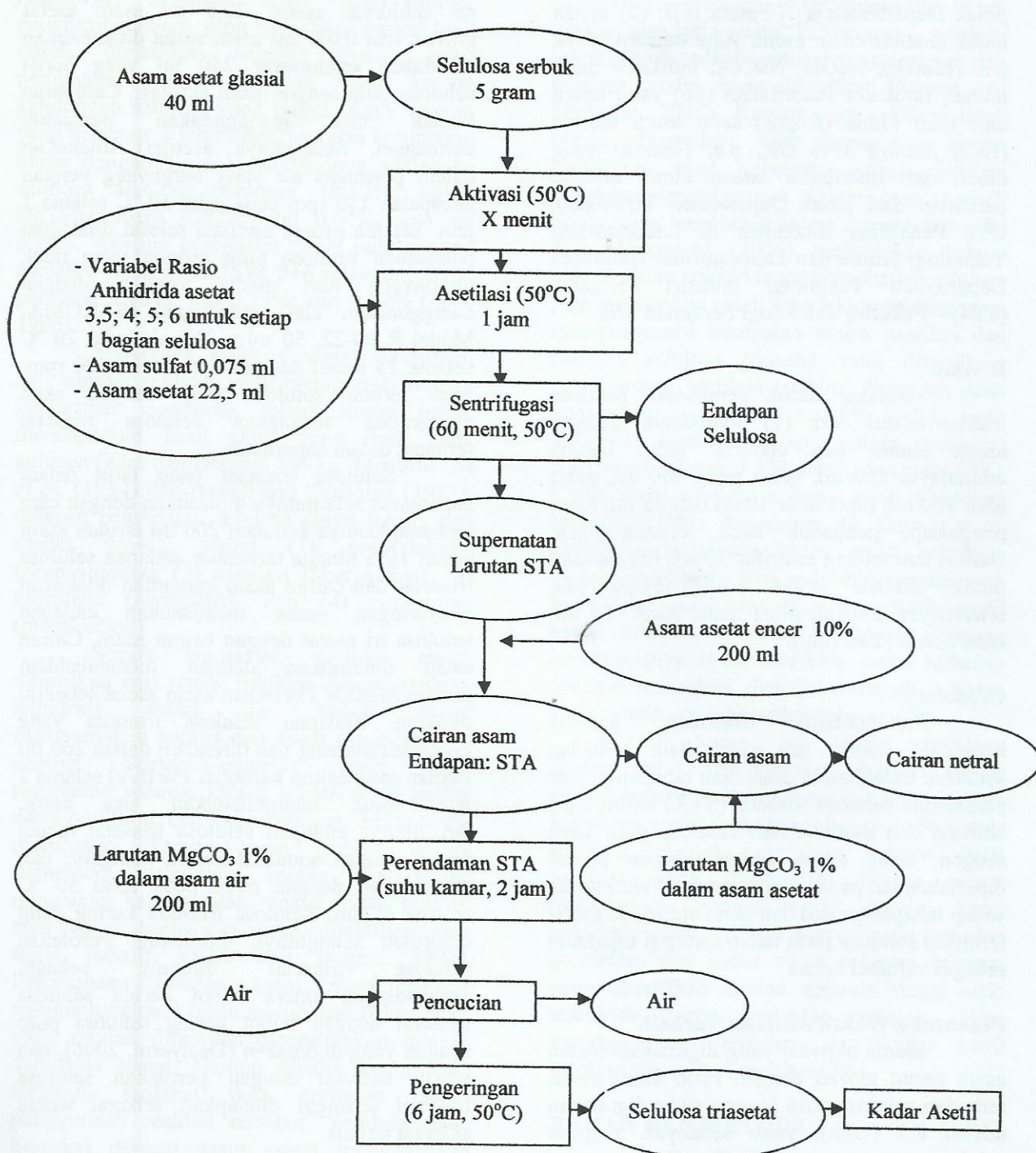
Selulosa triasetat yang larut dalam supernatan selanjutnya dipisahkan dengan cara menuangkannya kedalam 200 ml larutan asam asetat 10% hingga terbentuk endapan selulosa triasetat dan cairan asam kemudian dilakukan penyaringan untuk memisahkan endapan selulosa triasetat dengan cairan asam. Cairan asam dinetralkan dengan menambahkan larutan MgCO₃ 1% dalam asam asetat sebelum dibuang. Endapan selulosa triasetat yang diperoleh disaring dan direndam dalam 200 ml larutan magnesium karbonat 1% (b/v) selama 2 jam untuk menghilangkan sisa asam. Selanjutnya endapan selulosa triasetat dicuci bersih dengan aquadest secara mengalir, dan dikeringkan dengan oven pada suhu 50 °C selama 6 jam. Selulosa triasetat kering yang diperoleh selanjutnya ditimbang. Perolehan selulosa triasetat dihitung sebagai perbandingan antara bobot kering selulosa triasetat dengan bobot kering selulosa pulp sengon yang digunakan (Desiyarni, 2006), dan waktu aktivasi dengan perolehan selulosa triasetat tertinggi ditetapkan sebagai waktu aktivasi terbaik.

Penentuan Waktu Asetilasi dan Rasio Anhidrida Asetat Terbaik.

Tahap berikut adalah menentukan rasio anhidrida asetat terhadap selulosa pulp

sengon terbaik menggunakan waktu aktivasi dan asetilasi terbaik yang telah didapat sebelumnya. Langkah kerja yang sama mulai dari tahap aktivasi sampai asetilasi dilakukan kembali. Adapun variabel rasio anhidrida asetat yang digunakan adalah 3,35; 4; 5; 6 untuk setiap 1 bagian selulosa pulp. Perbandingan komposisi asam asetat dan asam sulfat

terhadap selulosa tidak mengalami perubahan. Selulosa triasetat mempunyai kadar asetil diatas 43%. Diagram alir pembuatan selulosa triasetat dapat dilihat pada Gambar 1. Selulosa triasetat yang telah dihasilkan selanjutnya dianalisis kadar asetil mengikuti ASTM D 871-96.



Gambar 1. Diagram alir pembuatan selulosa triasetat dari selulosa pulp kayu sengon (modifikasi Harison *et al.*, 2004; Desiyarni, 2006)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Selulosa pulp kayu sengon yang digunakan pada penelitian ini berwarna putih dan dapat dilihat pada Gambar 2. Derajat putih yang dimiliki sebesar 85,14% dianalisis menggunakan *Brightness tester*. Nilai tersebut mendekati tetapan yang diberikan oleh ISO, yaitu sebesar 88%. Derajat putih yang telah dihasilkan tersebut menunjukkan bahwa kadar ligin dalam pulp kayu sengon telah banyak yang diputuskan pada proses deleginifikasi. Kenyataan ini juga didukung dari perolehan bilangan kappa yang rendah sebesar 10,735 (SNI 0494-89). Hubungan antara bilangan kappa dengan kadar lignin adalah linier dengan mengikuti persamaan : $\% \text{ lignin} = 0,147 \times \text{Bilangan Kappa}$ (Casey, 1980) sehingga kadar lignin diperoleh sebesar 1,578%. Bilangan

kappa dapat digunakan sebagai parameter dalam melihat tingkat proses derajat delegnifikasi pulp. Menurut Rahmawati (1999), bilangan kappa yang rendah tersebut menunjukkan bahwa delegnifikasi berjalan sangat cepat dan hampir sempurna dengan banyaknya lignin yang terputuskan.



Gambar 2. Serbuk selulosa pulp sengon

Hasil analisis kimia dari komponen pulp sengon dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis kimia komponen pulp kayu sengon

Parameter analisis	Nilai	Metode analisis/Alat ukur
Kadar alfa selulosa (%)	92,11	ASTM D 1130-60
Kadar abu (%)	0,10	ASTM D 871-96
Kadar air (%)	4,68	ASTM D 871-96
Impuritis (%)	3,11	-

Selulosa yang dihasilkan mempunyai kandungan α -selulosa yang relatif tinggi, yaitu 92,11 %. Kadar tersebut mendekati hasil yang telah didapat dari selulosa mikrobial sebesar 92,53% (Desiyarni, 2006). Nilai α -selulosa yang diperoleh tersebut menunjukkan tingkat kemurnian yang tinggi dari selulosa, sehingga selulosa pulp sengon baik digunakan sebagai sumber selulosa pada pembuatan bahan baku polimer membrane berupa selulosa asetat. Kadar air yang rendah pada selulosa akan sangat menguntungkan, karena mengurangi jumlah anhidrida asetat yang dibutuhkan pada proses asetilasi. Bila kandungan air dalam selulosa tinggi maka akan membentuk asam asetat yang lebih banyak dibandingkan selulosa triasetat ketika bereaksi dengan anhidrida asetat, sehingga selulosa triasetat yang diharapkan sebagai hasil utama tidak didapat dengan maksimal. Sementara itu, kadar abu (0,10%) dan impuritis (3,11%) yang dihasilkan juga relatif rendah. Keadaan ini benar-benar menunjukkan bahwa selulosa yang dihasilkan dalam tingkat kemurnian yang tinggi, sehingga

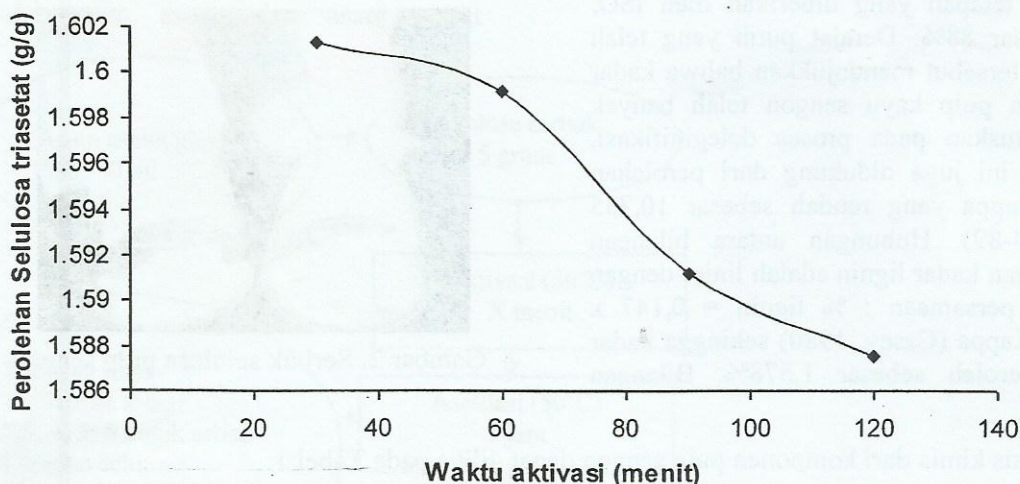
memudahkan dalam proses pembuatan selulosa asetat.

Waktu aktivasi terbaik

Pada proses aktivasi dilakukan penggelembungan (*swelling*) terhadap selulosa dengan menggunakan pelarut. Penggelembungan bertujuan untuk melonggarkan ikatan hidrogen antar rantai gugus hidroksil selulosa pada daerah kristalin sehingga dapat meningkatkan reaktifitas dan aksesibilitas selulosa. Proses aktivasi (tahap praperlakuan) sangat diperlukan agar pertukaran gugus hidroksil dari molekul selulosa dengan gugus asetil dari anhidrida asetat dapat berjalan cepat pada reaksi esterifikasi/asetilasi. Waktu aktivasi terbaik ditentukan berdasarkan perolehan selulosa triasetat (STA) tertinggi. Perolehan selulosa triasetat pada berbagai waktu dapat dilihat pada Gambar 3. Dari gambar tersebut dapat dilihat pada aktivasi selulosa pulp sengon diperoleh selulosa triasetat (STA) menurun dengan meningkatnya waktu aktivasi, walaupun

penurunannya hanya sangat sedikit. Dari Gambar 3 dapat dilihat bahwa perolehan STA tertinggi diperoleh pada menit ke 30 sebesar 1,6013 g/g. Waktu aktivasi kurang dari 30 menit tidak memberi hasil terhadap perolehan selulosa triasetat. Hal ini disebabkan karena

pada waktu aktivasi tersebut tidak cukup untuk melonggarkan ikatan hidrogen antar rantai gugus hidroksil serat selulosa sehingga reaktan tidak dapat menembus gugus hidroksil pada reaksi asetilasi sehingga reaksi pembentukan selulosa triasetat tidak terjadi.



Gambar 3. Perolehan selulosa triasetat (STA) pada berbagai waktu aktivasi dengan suhu aktivasi 50 °C

Sementara itu, waktu aktivasi yang terlalu lama menyebabkan selulosa terlalu menggelembung sehingga menyebabkan rantai selulosa putus dan menurunkan derajat polimerisasi sehingga menurunkan jumlah selulosa triasetat yang dihasilkan. Menurut Sjöström (1995) perlakuan fisik dan kimia yang intensif dapat menurunkan derajat polimerisasi selulosa. Keadaan tersebut dapat dilihat pada Gambar 3 bahwa setelah menit ke 30 terjadi penurunan perolehan selulosa triasetat dari 1,6013 g/g menjadi 1,5875 g/g pada menit ke 120. Ini menunjukkan bahwa walaupun proses asetilasi tidak dapat dilakukan tanpa pengembangan yang cukup, namun ini tidak berarti bahwa selulosa yang sangat mengembang akan menghasilkan asetilasi yang baik. Kuo dan Bogan (1997) menyatakan lamanya waktu aktivasi selulosa bergantung pada jenis selulosa yang digunakan. Selulosa triasetat (STA) yang telah dihasilkan oleh Desiyarni (2006) menunjukkan jumlah yang semakin meningkat dengan naiknya waktu aktivasi, baik pada suhu kamar maupun pada suhu 50°C. Pada suhu 50°C diperoleh waktu aktivasi yang lebih pendek, yaitu selama 6 jam dibandingkan pada suhu kamar selama 16 jam dengan mendapatkan hasil selulosa triasetat yang sama, yaitu sebanyak 1,63 g/g selulosa. Tabuchi *et al.* (1998) memerlukan waktu

aktivasi selama 72 jam pada suhu kamar terhadap selulosa mikrobial. Ini menunjukkan aktivasi pada 50°C lebih efisien dalam hal waktu dibandingkan dengan aktivasi pada suhu kamar sehingga suhu 50 °C digunakan sebagai suhu aktivasi dalam penelitian ini.

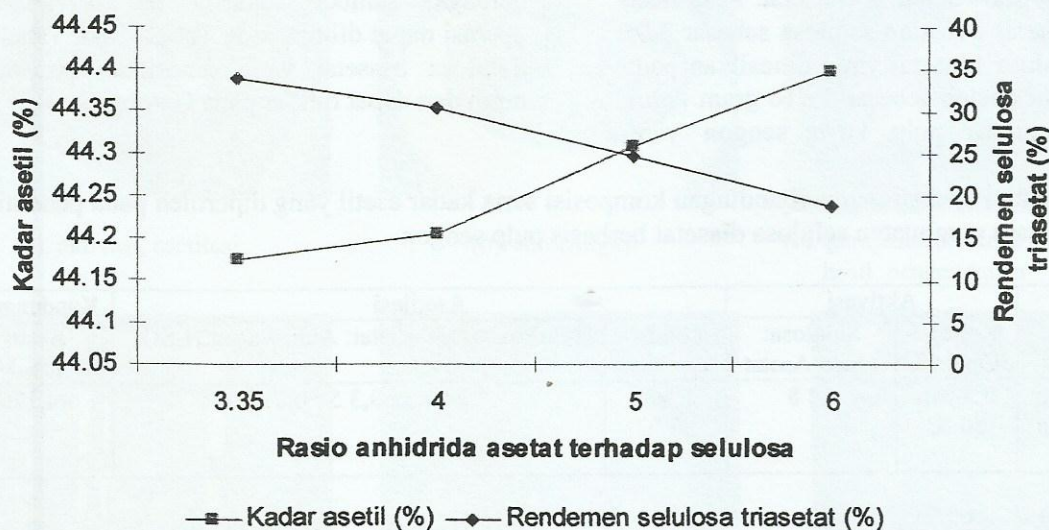
Waktu aktivasi yang telah dicapai oleh selulosa pulp kayu sengon ternyata lebih cepat dibandingkan dengan aktivasi selulosa mikrobial yang telah dilakukan oleh Tabuchi *et al.* (1998) dan Desiyarni (2006). Hal ini terjadi karena terdapat perbedaan proporsi daerah kristalinitas selulosa pulp kayu dengan selulosa mikrobial. Selulosa mikrobial bersifat lebih kristalin dengan derajat kristalinitas lebih besar dari 60%, yang berarti lebih banyak terdapat daerah kristalinitas dibandingkan daerah amorf (White dan Brown, 1983) dibandingkan selulosa yang berasal dari tumbuhan (misalnya rami dan kapas) yang mempunyai daerah kristalin sebesar 30% (Yoshinaga *et al.*, 1997) dan derajat kristalinitas untuk selulosa kayu sekitar 38% (Sanjaya, 2001). Proporsi daerah kristal yang lebih kecil dari selulosa pulp kayu membuat proses aktivasi berjalan lebih cepat karena proses penggelembungan selulosa yang dilakukan berlangsung cepat.

Rasio Anhidrida Asetat Terbaik

Proses asetilasi bertujuan untuk menggantikan gugus hidroksil pada molekul selulosa dengan gugus asetil dari anhidrida asetat, sehingga membentuk selulosa triasetat dengan kadar asetil di atas 43%. Reaksi asetilasi bersifat eksotermis. Menurut Desiyarni (2006) faktor rasio anhidrida asetat berpengaruh secara sangat nyata terhadap perolehan selulosa triasetat, sehingga dalam penelitian ini digunakan sebagai peubah bebas. Selulosa triasetat dan kadar asetil yang telah dihasilkan dapat dilihat pada Gambar 4.

Anhidrida asetat merupakan reaktan yang memegang peranan penting pada reaksi asetilasi. Selama reaksi berlangsung, gugus asetil dari anhidrida asetat akan menggantikan gugus hidroksil dari selulosa. Secara stoikiometri, 1 mol selulosa triasetat dihasilkan

dari reaksi 1 mol selulosa yang terdiri atas n unit glukosa dengan $3n$ mol anhidrida asetat. Selulosa yang digunakan pada penelitian ini masih mengandung kadar air sebesar 4,68%. Karena terdapat sejumlah air yang terikut bersama selulosa maka anhidrida asetat harus ditambahkan dalam jumlah berlebih. Penambahan anhidrida asetat berlebih bertujuan agar reaksi antara selulosa dengan anhidrida asetat dalam menghasilkan selulosa triasetat tidak terganggu oleh kandungan air yang terdapat pada selulosa. Air akan bereaksi dengan anhidrida asetat dan menghasilkan asam asetat. Hubungan antara kadar asetil dan rendemen selulosa triasetat dengan kenaikan rasio anhidrida asetat terhadap selulosa dapat dilihat pada Gambar 4. Rendemen selulosa triasetat dihitung berdasarkan jumlah reaktan anhidrida asetat dan selulosa yang digunakan.



Gambar 4. Kadar asetil dan rendemen selulosa triasetat dalam berbagai rasio reaktan terhadap selulosa pada suhu asetilasi 50 °C selama satu jam.

Pada gambar tersebut dapat dilihat bahwa terjadi kenaikan kadar asetil sebesar 0,223% dari 44,175% menjadi 44,398% dengan naiknya rasio anhidrida asetat terhadap selulosa dari 3,35 sampai 6. Darwis *et al.* (2003) menyatakan naiknya rasio anhidrida asetat terhadap selulosa dari 2:1 sampai 3:1 akan menaikkan kadar asetil selulosa triasetat. Selanjutnya tingkat kenaikan kadar asetil sebesar 1,24% dari 44,21% menjadi 45,45% terjadi pada kenaikan rasio anhidrida asetat terhadap selulosa dari 2,5 sampai 3,5 telah pula

dihasilkan oleh Desiyarni *et al.* (2006). Apabila hasil tersebut dibandingkan dengan hasil yang telah diperoleh pada asetilasi selulosa pulp kayu sengon, maka dapat dikatakan bahwa penambahan anhidrida asetat dalam jumlah yang sangat banyak akan menyebabkan proses asetilasi kurang efisien. Keadaan tersebut juga dapat dilihat dari rendemen selulosa triasetat yang dihasilkan semakin menurun dengan naiknya rasio anhidrida terhadap selulosa, yaitu dari 34,86% menjadi 18,85%. Hal ini menunjukkan bahwa

penambahan rasio anhidrida asetat terhadap selulosa sebaiknya tidak terlalu melebihi dari jumlah stoikiometri yang diperlukan. Secara umum, selulosa triasetat mengandung kadar asetil di atas 43%. Pada Gambar 4 memperlihatkan bahwa pada rasio anhidrida asetat terhadap selulosa sebesar 3,35 merupakan variabel yang terbaik dengan kadar asetil selulosa triasetat yang dihasilkan sebesar 44,175%, karena kadar asetil tersebut mendekati kadar asetil dari hasil akhir yang diinginkan dalam bentuk selulosa diasetat. Kadar asetil untuk selulosa diasetat berada dalam kisaran 37%-42%.

Apabila diasumsikan selulosa pulp sengan dengan rumus empirik $(C_6H_7O_2(OH)_3)_n$ memiliki bobot molekul $162n$ gram/mol dan selulosa triasetat dengan rumus empirik $[C_6H_7O_2(CH_3CO)_3]_n$ memiliki bobot molekul $288n$ gram/mol, maka setiap 1 gram selulosa pulp sengan akan menghasilkan $0,0062/n$ gram.mol selulosa triasetat atau sebanding dengan 1,79 gram selulosa triasetat. Pada rasio anhidrida asetat terhadap selulosa sebesar 3,35 jumlah selulosa triasetat yang dihasilkan pada penelitian ini adalah sebesar 1,610 gram untuk 1 gram selulosa pulp kayu sengan yang

digunakan atau setara dengan $0,0055903/n$ gram.mol. Ini berarti bahwa jumlah mol selulosa triasetat tersebut dihasilkan dari selulosa yang bereaksi dengan anhidrida asetat sebesar $0,0055903/n$ gram.mol dari total selulosa yang digunakan ($0,0062/n$ gram.mol). Sehingga persen konversi selulosa menjadi selulosa triasetat adalah sebesar 90,166%.

Berdasarkan penjelasan di atas, dapat dikatakan bahwa penambahan anhidrida asetat dalam jumlah yang sangat berlebihan akan menyebabkan proses asetilasi kurang efisien apabila kandungan air dalam selulosa tidak terlalu tinggi ($\leq 5\%$) karena jumlah produk ditentukan oleh selulosa sebagai pereaksi pembatas. Rasio anhidrida asetat terhadap selulosa terbaik yang telah dihasilkan pada penelitian ini adalah 3,35 dengan perolehan kadar asetil 44,175% dan rendemen selulosa triasetat 34,86%. Hasil tahapan proses pembuatan selulosa asetat dan beberapa hasil penelitian pembuatan selulosa asetat dari berbagai sumber selulosa beserta kondisi operasi dapat dilihat pada Tabel 2 dan Tabel 3. Selulosa triasetat yang dihasilkan berwarna putih dan dapat dilihat pada Gambar 5.

Tabel 2. Kondisi operasi dan perbandingan komposisi serta kadar asetil yang diperoleh pada penelitian dalam pembuatan selulosa diasetat berbasis pulp sengan

Sumber Selulosa	Aktivasi		Asetilasi		Kandungan Asetil (%)
	Kondisi Operasi	Selulosa: Asam Asetat	Kondisi Operasi	Selulosa:Asam Asetat: Anh, Asetat:H ₂ SO ₄	
Selulosa Pulp Kayu Sengan	0,5 jam 50 °C	1 : 8	1 jam 50 °C	1 : 4,5 : 3,3 5 : 0,015	44,175

Tabel 3. Beberapa kondisi operasi dan komposisi dari beberapa hasil penelitian pada pembuatan selulosa asetat

Sumber Selulosa	Aktivasi		Asetilasi		Hidrolisis		Kadar Asetil (%)	Peneliti
	Kondisi Operasi	Selulosa : Asam Asetat	Kondisi Operasi	Selulosa: Asam Asetat: Anh, Asetat: H ₂ SO ₄	Kondisi Operasi	Selulosa: H ₂ O: H ₂ SO ₄		
Pulp Kayu	0,5-3 jam 25-40 °C	-----	50-85 °C	-----	0,5- 6 jam, 125-175 °C	-----	Tidak Diukur	Kuo dan Borgan (1995)
Tandan Kosong Sawit	-----	-----	15menit; 30-45 °C	-----	-----	-----	39-41	Amin (2000)
Campuran selulosa kayu dan kapas	0,5-4 jam; 20-80 °C		20-60 menit; 50-80 °C		-----	-----	-----	Yamaka, et al. (2003)

Sumber Selulosa	Aktivasi		Asetilasi		Hidrolisis		Kadar Asetil (%)	Peneliti
	Kondisi Operasi	Selulosa : Asam Asetat	Kondisi Operasi	Selulosa: Asam Asetat: Anh, Asetat: H ₂ SO ₄	Kondisi Operasi	Selulosa: H ₂ O: H ₂ SO ₄		
Jerami	2-3 jam Suhu kamar	1 : 1	2-3 jam 30-40 °C	1 : 6/7 : 3 : 0,05 - 0,1	0,5 - 3 jam, 30 - 50 °C	1: 0,3	Tidak Diukur	Harrison, <i>et al.</i> , (2004)
Selulosa mikrobial	6-8 jam, 50 °C; 16 jam, suhu kamar	1 : 8	323 menit, 50 °C	1 : 4,5 : 3,3 : 5 : 0,015	2-18 jam; 50 °C	1 : 1,066 : 0,015	37- 40	Desiyarni, (2006)
Serat Daun Nanas	Suhu kamar	-----	2 jam Suhu Kamar	-----	15 jam	-----	39,31	Santoso, <i>et al.</i> , (2008)
Serbuk Gergaji Kayu	-----	-----	20-40 jam	-----	-----	1: 0,3	44,32- 40,92	Suyati, <i>et al.</i> , (2008)



(a). aktivasi, asetilasi



(b). sentrifugasi



(c). gumpalan selulosa triasetat hasil pengendapan



(d). perendaman selulosa triasetat



(e). selulosa triasetat hasil perendaman yang telah dicuci



(f). selulosa triasetat hasil pengeringan

Gambar 5. Tahapan proses pembuatan selulosa triasetat

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Selulosa triasetat (STA) dengan kadar asetil 44,18% telah didapat melalui tahap-tahap:

1. Aktivasi berlangsung pada suhu 50 °C selama 30 menit.
2. Pada asetilasi, terjadi penurunan rendemen selulosa triasetat dari 34,86% menjadi 18,85% pada peningkatan rasio anhidrida asetat terhadap selulosa dari 3,35 sampai 6. Sebaiknya penambahan anhidrida asetat

dilakukan sedikit berlebih dari tetapi tidak terlalu berlebih dari batasan stoikiometri. Rasio anhidrida asetat terbaik didapat pada 3,35 yang berlangsung selama satu jam pada suhu 50 °C dengan rendemen selulosa triasetat 33,86%.

Saran

Untuk mendapatkan hasil selulosa triasetat yang maksimal perlu pengkajian terhadap waktu asetilasi. Perubahan waktu asetilasi diduga berpengaruh terhadap perolehan hasil karena akan memberi kesempatan semakin lama terjadi tumbukan antar molekul yang memungkinkan terjadinya reaksi kimia semakin banyak.

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, A.M. (2000). Pembuatan Membran Selulosa Asetat dari Tandan Kosong Sawit. Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik Kimia, ITS-Surabaya.
- American Society for Testing Materials (1960). *Metode Analisis Kadar α -Selulosa*. ASTM: D 1130-60
- American Society for Testing Materials (1996). *Metode Analisis Kadar Air dan Kadar Abu*. ASTM D 871-96.
- Casey, J.P. (1980). *Pulp and Paper. Chemistry and Chemical Technology*. John Willey & Sons. New York.
- Cowd, M.A. (1991). *Kimia Polimer*. Terjemahan Harry Firman. Penerbit ITB Bandung.
- Data Badan Pusat Statistik (BPS) Sumut. (2007). *Kebutuhan Impor Selulosa Asetat di Indonesia*.
- Darwis, A.A., Syamsu K., Suryani A. dan Desiyarni. (2003). *Pembuatan Membran Filtrasi dari Selulosa Mikrobial*. Laporan Akhir Hibah Bersaing IX. Fateta IPB.
- Desiyarni. (2006). *Perancangan Proses Pembuatan Selulosa Asetat dari Selulosa Mikrobial untuk Membran Ultrafiltrasi*. Disertasi dari Program Studi Teknologi Industri Pertanian, Institut Pertanian Bogor-IPB.
- Harrison, I, P.J.G . Huttenhuis, A.B.M. and Heesink. *BIOCA*. (2004). *Biomass Streams to Produce Cellulose Acetate*. Department of Chemical Engineering, Twente University, Enschede, Procede Twente BV., Enschede, The Netherlands.
- Kuo, C. M. and Bogan, R. T. 1997. *Process for The Manufacture of Cellulose Acetate*. United States Patent. Patent No.: 5,608,050.
- Nevell, T.P. and Zeronian, S. H. (1985). *Cellulose Chemistry and It's Application*. John Wiley and Sons, New York.
- Ott, E., Spurlin, H. M. dan Grafflin, M.W. (1954). *Cellulose and Cellulose Derivates*. Interscience Publisher Inc, New York.
- Pari, G. (1996). Analisis Komponen Kimia dan Kayu Sengon dan Kayu Karet pada Beberapa Macam Umur. *Buletin Penelitian Hasil Hutan Visi dan Misi P3HN dan SEK*. Vol. 14. No. 8, hal. 31.
- Rahmawati, N. (1999). Struktur Lignin Kayu Daun Lebar dan Pengaruhnya Terhadap Laju Deleagnifikasi. Thesis Ilmu Pengetahuan Kehutanan Program Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.
- Sanjaya, (2001). *Pengaruh Anhidridaasetat terhadap Struktur Molekular Kayu dalam Stabilisasi Dimensi Kayu Pinus Merkusi, Et. Dfe. Vr**. FKIP, Universitas Sriwijaya. Vol.6 No.1, April.
- Santoso, S. (2008). *Sintesis Selulosa DiAsetat dari Serat Daun Nanas*. Thesis Universitas Airlangga, Surabaya.
- Sjohstrom, E. (1995). *Kimia Kayu dan Dasar-dasar Penggunaannya*. (Terjemahan).

Gadjah Mada University Press,
Yogyakarta.

Standar Nasional Indonesia (1989). *Metode Analisis Bilangan Kappa*. SNI: 0494-89 Badan Standar Nasional (BSN).

Steven, P. dan Malcolin. (2001). *Polymer Chemistry: An Introduction*. Oxford University Press, Inc. England. Terjemahan Sofyan, Iis.. *Kimia Polimer*. PT. Pradnya Paramita, Jakarta.

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

Tabuchi, M., Watanabe, K., Morinaga, Y., dan Yoshinaga, F. (1998). Acetylation of Bacterial Cellulose; Preparation of Cellulose Having a High degree of

Polymerisation. *Biosci Biotechnol Biochem* 62 (7); 1451-1454.

White, D. G., Brown, R. M. (1983). *Prospect for The Comercialization of The Biosynthesis of Microbial Cellulose*. (dalam Fengel D, Wegener G. 1984. *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. Berlin; Walter de Gruyter & Co. Berlin).

Yamakawa, K; Koushn, M; and Tadahisa, S. (2003). *Process for Producing Cellulose Acetate*. United States Patent. Patent No.: US 6,624,299 B2.

Yoshinaga, F., Tonouchi, N dan Watanabe, K. (1997). *Research Progress in Production of Bacterial Cellulose any Aeration and Agitation Culture and Its Application as a New Industrial Material*. *Biosci, Biotech, Biochem*. 6: 119-224.