

KAJIAN PROSES ASETILASI TERHADAP KADAR ASETIL SELULOSA ASETAT DARI AMPAS TEBU

Kindriari Nurma Wahyusi^{*}), Siswanto, Lucky Indrati Utami

Program studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik UPN “Veteran” Jatim
Jl.Raya Rungkut Madya Gunung Anyar Surabaya 60294
Telepon (031) 8782179, Faks (031) 8782257
E-mail : kindrinurma@gmail.com

Abstrak

Komponen utama ampas tebu adalah serat (fiber) yang termasuk dalam syarat bahan baku yang dapat dijadikan pulp untuk pembuatan selulosa khususnya selulosa asetat. Asetilasi selulosa dari ampas tebu dalam pelarut asam fospat merupakan salah satu metode untuk menghasilkan selulosa asetat. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mempelajari pengaruh proses asetilasi terhadap kadar asetil selulosa asetat dengan variabel jumlah asam asetat glacial dan kecepatan pengadukan. Proses asetilasi dilakukan dengan mereaksikan selulosa yang terbuat dari ampas tebu dan asam asetat glacial dalam sebuah reactor dengan menggunakan motor pengaduk. Prosesnya terdiri dari beberapa tahap. Tahap pertama adalah pembuatan selulosa yang kemudian dimurnikan. Tahap kedua adalah melarutkan selulosa ke dalam asam fospat dan mengasetilasi selulosa dengan asam asetat glacial dan tahap pemulihan produk dengan cara penyaringan dan pengeringan. Dalam penelitian akan dipelajari pengaruh pemberian volume asam asetat glacial 98% sebanyak 20, 40, 60, 80 dan 100 ml dengan kecepatan pengadukan sebesar 100, 200, 300, 400 dan 500 rpm terhadap kadar asetil dari selulosa. Dari hasil penelitian ini didapat kadar asetil terbesar adalah 45,16% pada pemberian volume asam asetat glacial 60 ml dengan kecepatan pengadukan 300 rpm.

Kata kunci : ampas tebu; asetilasi; selulosa asetat

STUDY OF ACETYLATION PROCESS ON ACETYL CONTENT OF CELLULOSE ACETATE FROM BAGASSE

Abstract

Principal component of bagasse is fiber that included in standard commodity condition that can be made pulp for cellulose maker especially cellulose acetate. Acetylation of cellulose from bagasse in phosphoric acid as solvent is one of methods for producing cellulose acetate. The purpose of this research is to studies the effect of acetylation process on acetyl cellulose acetate content with variable amount of glacial acetic acid and stirring rate. Acetylation done with reacting cellulose from bagasse and glacial acetic acid in a reactor by using stirring motor. The process consists of several stages. The first step is the manufacture of cellulose which is then purified. The second stage is dissolves cellulose into phosphoric acid and cellulose acetylation with glacial acetic acid and stage of product recovery by means of filtration and drying. In this research will be studied about influence of 98% glacial acetic acid gift as much as 20, 40, 60, 80 and 100 ml with mixing speed 100, 200, 300, 400 and 500 rpm to percent acetyl of cellulose. From this research result is got the biggest percent acetyl 45,16% of glacial acetic acid gift 60 ml with mixing speed 300 rpm.

Keywords : cellulose acetat; bagasse, acetylati; cellulose acetate

PENDAHULUAN

Di Indonesia, 50% dari seluruh perkebunan tebu adalah perkebunan rakyat, 30% perkebunan swasta

dan hanya 20% perkebunan negara. Tebu – tebu dari perkebunan diolah menjadi gula di pabrik gula. Ampas tebu merupakan limbah *lignoselulosa* yang dihasilkan oleh pabrik gula setelah tebu diambil

niranya. Komponen utama ampas tebu antara lain serat (*fiber*) dengan kandungan sekitar 43 – 52%, air 46 – 52% dan padatan terlarutnya berkisar antara 2 – 3%. Syarat bahan baku yang dapat dijadikan pulp dan kertas adalah bahan baku yang mempunyai serat yang panjang, harus dengan kadar hemiselulosa tinggi dan ampas tebu memiliki syarat tersebut. (Hidayati, Sri, 2007). Seperti halnya biomassa pada umumnya, ampas tebu (*bagasse*) memiliki kandungan polisakarida dengan jenis pentosan yang dapat dikonversi menjadi produk atau senyawa kimia yang dapat digunakan untuk mendukung proses produksi sektor industri lainnya. (Witono, Anton, Johannes, 2003).

Penggunaan bahan – bahan organik dalam proses pembuatan pulp memiliki beberapa keunggulan antara lain yaitu; bebas senyawa sulfur, impregnasi pelarut senyawa organik yang lebih baik dari pelarut anorganik dan proses daur ulang limbah lebih mudah dan murah dengan kemurnian yang cukup tinggi. Beberapa variabel yang digunakan penting dalam proses pembuatan pulp tersebut dan yang perlu diperhatikan diantaranya adalah konsentrasi larutan pemasak dan perbandingan larutan pemasak dengan perbandingan larutan pemasak dengan berat serpih. Konsentrasi larutan pemasak berpengaruh terhadap kecepatan reaksi atau *delignifikasi*. Semakin tinggi konsentrasi larutan pemasak cenderung menurunkan ketahanan sobek, ketahanan retak dan pemutusan yang panjang. (Hidayati, Sri, 2007).

Selulosa adalah salah satu senyawa polisakarida yang tersusun dari kesatuan *anhidroglikosa* dan mempunyai bentuk empiris $C_6H_{10}O_5$ dan menjadi penyusun utama dari dinding sel pada tumbuhan. Selulosa termasuk dalam polimer yang menitikberatkan molekul besar serta tersusun atas unit – unit *selulobiosa*. Setiap glukosa anhidrat adalah sebuah alkohol trihidrat yang mengandung dua alkohol sekunder dalam posisi 2 dan 6 serta sebuah alkohol primer.

Selulosa dari bahan alami yang telah dilarutkan melalui suatu reaksi akan menghasilkan suatu selulosa murni yang disebut sebagai *regenerated cellulose*. Selulosa murni ini kemudian melalui sejumlah reaksi kimia akan menghasilkan sejumlah senyawa yang merupakan turunan dari selulosa yang dapat digunakan untuk berbagai kebutuhan. Selulosa tersebut relatif higroskopis dimana pada kondisi atmosfer (20 °C dengan kelembaban 60%) dapat menyerap 8 sampai 14% air. Meskipun selulosa mampu menyerap air namun tidak dapat larut dalam air ataupun asam encer. (Ullmann, 1986).

Berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5%, selulosa dapat dibedakan atas tiga jenis yaitu (Tarmansyah, S.Umar, 2007):

Selulosa α (Alpha Cellulose): Selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan DP (derajat polimerisasi) antara 600 – 1500. Selulosa α dipakai sebagai penduga dan atau penentu tingkat kemurnian selulosa.

Selulosa β (Beta Cellulose): Selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP 15 – 90 dan dapat mengendap bila dinetralkan.

Selulosa γ (Gamma Cellulose): Sama seperti selulosa β , tetapi DPnya kurang dari 15.

Selulosa asetat merupakan salah satu turunan selulosa dari asam organik yaitu asam asetat. Selulosa asetat mempunyai nilai komersial yang cukup tinggi karena selulosa asetat memiliki beberapa keunggulan diantaranya karakteristik fisik dan optik yang baik sehingga bahan ini dapat diaplikasikan serat untuk tekstil, filter rokok, plastik, film fotografik, pelapis kertas dan membran. Selain itu, selulosa asetat sangat peka, suhu alir yang tinggi dan sedikit mempunyai kesesuaian dengan bahan *plasticizer* yang baik. Secara fisik sifat zat ini berbentuk padatan, berwarna putih, tidak berbau, tidak berasa dan tidak beracun serta memiliki kandungan asetil antara 37 – 40,5%. Selulosa asetat berguna karena dapat larut dalam aseton, bersifat termoplastis serta memiliki kestabilan dan ketahanan yang baik pada bentuk lapisan pada plastiknya. (Othmer, Kirk, 1952). Untuk mendapatkan serat selulosa asetat, viskositas yang diinginkan, kecepatan reaksi mula – mula, temperatur dan waktu reaksi keseluruhan harus dikontrol. Selulosa asetat dengan derajat substitusi yang bervariasi dipreparasi dengan mereaksikan selulosa dengan asam asetat kemudian dengan asetat anhidrid dan katalis asam mineral. Produk yang terasetilasi sempurna tersebut direaksikan dengan air untuk mencapai derajat substitusi yang diinginkan. Hidrolisis lunak memberikan selulosa yang hampir sempurna terasetilasi yang dikenal sebagai *triasetat*. Hidrolisis lebih lanjut memberikan suatu produk yang larut dalam aseton yang disebut dengan *asetat sekunder*. Keduanya dipakai dalam aplikasi plastik dan serat, dalam aplikasi plastik mereka dikombinasikan dengan bahan – bahan pembuatan plastik yang cocok. Sebagai serat tekstil, selulosa disebut sebagai rayon asetat. Selulosa asetat jauh lebih rendah dari derajat polimerisasi umpan selulosa (yang rata – ratanya sekitar 200 – 250) karena terjadinya pemutusan ikatan – ikatan glucosidic oleh katalis esterifikasi asam. (Steven, M.P., 1995).

Jenis proses untuk memproduksi selulosa asetat dapat dibagi menjadi tiga macam antara lain (Ullmann, 1986):

Proses asam asetat: Asam asetat disini digunakan sebagai acetylating agent sekaligus pelarut dan asam sulfat sebagai katalis.

Proses metilen klorida: Asetat anhidrat digunakan sebagai acetyating agent, metilen klorida sebagai pelarut dan asam sulfat sebagai katalis.

Proses fiber asetat: Pada proses ini selulosa diesterifikasi dengan menjaga struktur seratnya dengan penambahan non solvent seperti karbon tetra klorida, benzene dan toluene pada proses asetilasi. Akan tetapi penggunaannya terbatas hanya untuk penggunaan khusus.

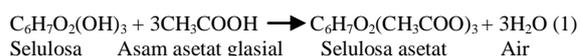
Ampas tebu (*bagasse*) dipotong kecil-kecil sesuai ukuran yang dikehendaki dan dihancurkan hingga berbentuk serat, tujuannya untuk lebih mudah dalam proses lebih lanjut yang banyak menggunakan bahan kimia. Setelah berbentuk serat bahan ini dijemur di bawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar air yang berlebihan hingga kering.

Proses pemurnian selulosa dari ampas tebu (*bagasse*) ini dilakukan dengan pengolahan ampas tebu kering yang menjadi pulp dimana pada proses pulping ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan lignin dan zat – zat lain yang terdapat dalam kayu. Ampas tebu kering diolah dengan menggunakan proses soda karena bahan yang digunakan merupakan jenis bahan kayu berserat pendek. Bahan baku terlebih dahulu dilakukan proses steam untuk membuka serat – seratnya. Kemudian dilakukan proses pemasakan dengan menambahkan natrium hidroksida 10-20% selama 4 jam dengan perbandingan antara bahan baku dan larutan pemasaknya adalah 1 : 4. Kemudian untuk menghilangkan lignin yang masih tersisa serta untuk memutihkan bahan pulp maka dilakukan dengan menggunakan bahan pemucat warna seperti hydrogen peroksida, hypochlorit dan lainnya.

Pembuatan selulosa asetat secara komersial dilakukan dengan proses pelarutan (*solution process*) yang terdiri atas tahap aktivasi, asetilasi, hidrolisis dan presipitasi. Pada proses pelarutan, asetilasi terjadi dengan mereaksikan selulosa yang telah diaktivasi dengan asam asetat glasial sebagai pelarut. Dalam hal asetilasi diperlukan permukaan yang luas pada serat selulosa. Hal ini disebabkan karena laju reaksi dari proses asetilasi ditentukan oleh *accessibility* (kemampuan untuk membuka permukaan serat) dari selulosa, dimana semakin luasnya permukaan serat, maka akan memudahkan penyerapan asam asetat sebagai pereaksi (reaktan) oleh serat selulosa sehingga lebih mudah dalam bereaksi. Untuk meningkatkan *accessibility* dari selulosa maka selulosa dapat dilarutkan dalam konsentrasi larutan asam kuat seperti 72% asam sulfat, 40% asam klorida ataupun 85% asam fosfat. Selulosa tersebut cepat mengalami hidrolisis dalam larutan asam mineral pada suhu kamar, bagaimanapun hidrolisis cukup lambat pada suhu rendah. (*Othmer, Kirk, 1952*). Salah satu proses yang sedang dikembangkan dari proses larutan ini adalah emil heuser, dimana pada proses ini

digunakan asam fosfat sebagai pelarut dan asam asetat glasial sebagai *acetyating agent* yang lebih murah dan lebih mudah didapatkan dibandingkan dengan asam asetat anhidrat. Pada proses ini terjadi periode aktivasi antara serat selulosa dengan asam fosfat sebagai pelarut dimana pengaturan waktu aktivasi dan temperatur diperlukan karena mempengaruhi depolimerisasi serat selulosa pada proses asetilasi. Pada aktivasi berakhir sekitar 15 menit sampai beberapa jam tergantung dari banyaknya larutan yang digunakan sedangkan suhu yang digunakan dijaga pada suhu ± 40 °C. Hal ini disebabkan jika melebihi range suhu tersebut akan mengakibatkan kerusakan pada serat selulosa sehingga pada penelitian ini pencampuran antara ampas tebu dan asam fosfat dilakukan pada suhu kamar selama ± 15 menit.

Tahap selanjutnya merupakan tahap asetilasi dimana terjadi pencampuran antara selulosa hasil proses di atas dengan asam asetat glasial sebagai acetyating agent. Reaksi proses asetilasi sebagai berikut :



Selama proses asetilasi berlangsung dilakukan pendinginan untuk mencegah terjadinya panas yang berlebihan karena reaksi ini bersifat eksotermis. Reaksi ini akan menghasilkan selulosa triasetat dengan kadar sebesar 43,5% sedangkan kadar asetil pada selulosa asetat yang dibutuhkan berkisar antara 37 – 40,5% maka dilakukan tahap pemulihan selulosa asetat yang bertujuan untuk menghentikan proses dan melepaskan asam fosfat dari campuran yang dilakukan dengan penambahan etil eter sebagai presipitant. Setelah itu campuran disaring dan dikeringkan sehingga didapatkan produk padatan selulosa asetat.

Faktor – faktor yang berpengaruh pada proses asetilasi adalah (Savitri, Emma, 2004):

Suhu: Suhu tinggi dapat menyebabkan selulosa dan selulosa asetat terdegradasi sehingga mengakibatkan yield produk turun.

Waktu asetilasi: Waktu asetilasi yang panjang dapat menyebabkan selulosa dan selulosa asetat terdegradasi sehingga yield produk menjadi kecil.

Kecepatan pengadukan: Kecepatan pengadukan yang tinggi dapat memperbesar perpindahan massa sehingga semakin besar kecepatan reaksi dan yield yang dihasilkan akan semakin meningkat.

Jumlah asam asetat: Jumlah reaktan yang besar akan memperbesar kemungkinan tumbukan antar reaktan sehingga mempengaruhi kecepatan reaksi asetilasi.

Jumlah pelarut: Jumlah pelarut akan mempengaruhi homogenitas dari larutan tetapi jika jumlahnya terlalu besar akan mengurangi kemungkinan tumbukan antar reaktan (memperkecil

konsentrasi reaktan) sehingga akan memperkecil yield dari produk.

Tujuan penelitian ini untuk mempelajari pengaruh jumlah asam asetat glacial dan kecepatan pengadukan terhadap kadar asetil pada selulosa asetat.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan adalah ampas tebu yang dikeringkan lalu dipotong – potong dengan ukuran $\pm 0,5$ cm dan asam asetat glacial 98%. Sedangkan bahan pembantu dalam penelitian ini adalah NaOH, asam fosfat, H_2O_2 2%, NaOCl 5%, etil eter dan aquadest.

Variabel yang digunakan. Kondisi tetap: konsentrasi NaOH 10% dan konsentrasi asam fosfat 85%. Sebagai peubah: volume asam asetat glacial 98% 20, 40, 60, 80 dan 100 ml dengan kecepatan pengadukan 100, 200, 300, 400 dan 500 rpm.

Prosedur Penelitian. Ampas tebu (*bagasse*) yang akan digunakan terlebih dahulu dipotong kecil – kecil dengan ukuran $\pm 0,5$ cm. Kemudian ditumbuk hingga membentuk serat, setelah itu dijemur di bawah sinar matahari selama 2 hari hingga kering.

Proses Pemurnian Selulosa. Timbang 200 gr serat yang telah kering dan dimasak selama 1 jam untuk mengalami proses pelunakan kemudian serat yang telah dilunakkan tersebut ditambah dengan NaOH 10% sebanyak 800 ml dimasak selama 2 jam pada suhu 100 °C. Lalu pulp yang terbentuk dipisahkan dari cairan pemasaknya dan dicuci dengan aquadest hingga bersih. Pulp yang telah dimasak kemudian diputihkan dengan menggunakan H_2O_2 2% sebanyak 1 liter dan NaOCl 5% sebanyak 125 ml selama 2 jam pada suhu ± 60 °C. Cuci dan keringkan pulp yang dihasilkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam hingga kering. Setelah itu dilakukan analisa kadar α selulosa dengan menggunakan Van Soest Spektrofotometer.

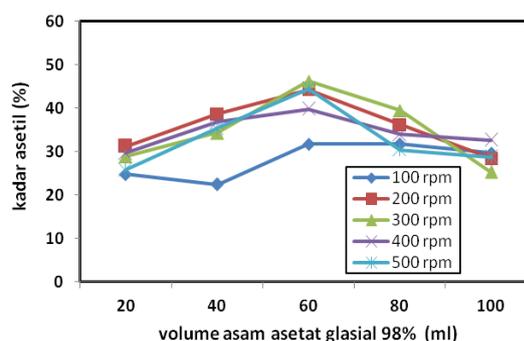
Proses Asetilasi. Selulosa seberat 5 gr dilarutkan dalam asam fosfat 85% 100ml, kemudian hasil larutan ditambahkan dengan asam asetat glacial dengan volume sesuai variabel yaitu 20, 40, 60, 80 dan 100 ml dengan perbandingan 1 : 1. Tahap asetilasi dilakukan selama 15 menit dengan kecepatan pengadukan sesuai dengan variabel 100, 200, 300, 400 dan 500 rpm sehingga serat – serat selulosa dapat larut dan dapat terbentuk larutan viscous yang berupa selulosa asetat. Kemudian dilanjutkan dengan tahap pemulihan selulosa asetat yang bertujuan untuk menghentikan proses dan melepaskan asam fosfat dari campuran yang

dilakukan dengan penambahan etil eter yang berfungsi sebagai presipitant selama 10 menit. Setelah itu dilanjutkan dengan penyaringan dan dilakukan pencucian dengan menggunakan air hangat. Selanjutnya dilakukan tahap pengeringan sehingga didapatkan produk selulosa asetat padat dan dianalisa kadar asetilnya dengan menggunakan Separation of Acids Organic Chrom Circle 06/07 Analytical HPLC Applications.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil penelitian untuk setiap masing – masing variabel dianalisa kadar asetilnya pada Laboratorium Instrumentasi Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik UPN "Veteran" Jatim dengan menggunakan Separation of Acids Organic Chrom Circle 06/07 Analytical HPLC Applications.

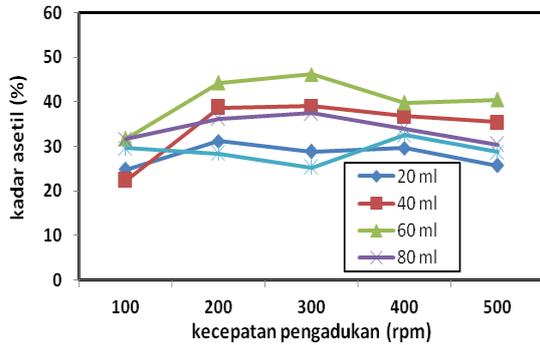
Hubungan antara volume asam asetat glacial 98% (ml) dengan kadar asetil (%)



Gambar 1. Hubungan antara Kadar Asetil (%) vs Volume Asam Asetat Glacial (98%)

Pengaruh penambahan volume asam asetat glacial terhadap kadar asetil pada Gambar 1. diatas, terlihat bahwa dengan penambahan volume asam asetat hingga 60 ml pada masing - masing variabel kecepatan pengadukan cenderung mengalami kenaikan dan bila penambahan dilanjutkan maka kadar asetil yang diperoleh cenderung menurun sehingga diperoleh kadar asetil tertinggi pada penambahan volume asam asetat 60 ml, yaitu 45,16%. Peningkatan kadar asetil ini dipengaruhi oleh pembentukan selulosa asetat dengan penambahan asam asetat sebagai *acetylating agent* yang akan meningkatkan kadar asetil. Dari grafik tersebut tampak bahwa kadar asetil mengalami penurunan setelah penambahan volume asam asetat glacial di atas 60 ml, karena asetil dalam selulosa banyak yang terserap oleh asam asetat glacial pada volume 60 ml.

Hubungan antara kecepatan pengadukan (rpm) dengan kadar asetil (%)



Gambar 2. Hubungan antara Kadar Asetil (%) vs Kecepatan Pengadukan

Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap kadar asetil pada Gambar 2., terlihat bahwa dengan kadar asetil tertinggi ditunjukkan pada kecepatan pengadukan sebesar 300 rpm dengan penambahan volume asam asetat 60 ml, yaitu sebesar 45,16%. Peningkatan kadar asetil ini di-pengaruhi kecepatan pengadukan yang semakin diperbesar maka mempermudah proses pembentukan selulosa asetat dan bila kecepatan pengadukan terlalu tinggi kadar asetil cenderung menurun karena dapat merusak serat – serat selulosa asetat.

SIMPULAN

Kadar α selulosa pada proses pemurnian selulosa sebesar 49,03% tidak berpengaruh pada proses asetilasi karena masih sesuai dengan literatur yaitu untuk pembuatan selulosa asetat, kandungan α selulosa sekitar 43–52 % sedangkan kadar asetil tertinggi diperoleh pada kecepatan pengadukan 300

rpm dengan penambahan asam asetat glacial sebanyak 60 ml sebesar 45,16%.

DAFTAR PUSTAKA

Hidayati, Sri, 2007. “Mempelajari Pembuatan Pulp Acetocell dari Ampas Tebu dan Pemutih Terhadap Sifat Pulp yang Dihasilkan, Lembaga Penelitian, <http://digilib.unila.ac.id/go.php?id=laptunilapp-gdl-res-2007-srihidayat-909>.

Kirk, R.E., Othmer, D.F., 1952. “*Encyclopedia of Chemical Technology*”, 4th ed., p.593 – 616, The International Science Encyclopedia Inc., New York.

Savitri, Emma, 2004. “Penentuan Kondisi Optimum Sintesis Selulosa Asetat Dengan Variabel Kecepatan Pengadukan, Waktu Asetilasi Dan Jumlah Pelarut”, Proseding Seminar Nasional Teknik Kimia Soebardjo Brotohardjono, UPN “Veteran”, Surabaya.

Steven, M.P., 1995. “Kimia Polimer”, hal.599, Pradnya Paramita, Jakarta.

Tarmansyah, S. Umar, 2007. “Pemanfaatan Serat Rami untuk Pembuatan Selulosa”, Tim Puslitbang Indhan Balitbang Dephan, <http://biletinlit.bang.dephan.go.id/index.asp?vnomor=18&mnorutisi=3>.

Ullmann, 1986. “*Ullmann’s Encyclopedia of Industrial Chemistry*”, vol.5, VCH.

Witono, Anton, Johannes, 2008. “Produksi Furfural dan Turunannya: Alternatif Peningkatan Nilai Tambah Ampas Tebu di Indonesia”. Departemen Teknik Gas dan Petrokimia UI, <http://www.chemistry.org/?sect=fokus&ext=15>.