

## SELULOSA ASETAT DARI AMPAS SAGU

Nana Dyah Siswati<sup>1)\*</sup>, Aprilia Nur Wachidah<sup>2)</sup>, Ayu Eka Putri Ariyani<sup>3)</sup>

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional “Veteran” Jawa Timur, Jalan Raya Rungkut Madya Gunung Anyar, Surabaya 60249 Telepon (031) 8782179, Faks (031) 8782257

Email : nanadyahsiswati22@gmail.com<sup>1)</sup>; aprilianur244@gmail.com<sup>2)</sup> ; ayueka28@gmail.com<sup>3)</sup>

### Abstrak

Pemanfaatan ampas sagu di Indonesia umumnya masih sangat terbatas. Ampas sagu memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi sehingga memungkinkan untuk dibuat menjadi selulosa asetat. Peningkatan selulosa dapat menggunakan proses asetilasi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mencari waktu asetilasi dan kecepatan pengadukan terhadap kadar aset yang dihasilkan pada selulosa asetat. Prosedur pembuatan selulosa asetat dari ampas sagu ada beberapa tahap. Tahap pertama adalah isolasi selulosa dari ampas sagu. Tahap kedua adalah proses asetilasi dengan menggunakan metode emil heuser yaitu dengan menambahkan asam asetat glacial. Variabel yang dilakukan pada penelitian ini adalah kecepatan pengadukan sebesar 150, 250, 350, 450 dan 550 rpm dengan waktu asetilasi 5, 10, 15, 20 dan 25 menit. Pada penelitian ini dihasilkan kadar asetil terbesar sesuai SNI sebesar 39,2% yang dilakukan dengan kecepatan pengadukan 350 rpm dan waktu asetilasi 15 menit.

**Kata kunci :** Ampas Sagu; Asetilasi; Emil Heuser; Selulosa; Selulosa Asetat.

## CELLULOSE ACETATE FROM SAGO WASTE

### Abstract

In Indonesia, generally the use of sago waste still very limited. Sago waste has a high enough cellulose content that allows it to be made into cellulose acetate. The increase in cellulose can use the acetylation process. The purpose of this research is to find the acetylation time and stirring rate of the acetyl content produced in cellulose acetate. The procedure for making cellulose acetate from sago waste has several stages. The first stage is the isolation of cellulose from sago waste. The second stage is the acetylation process using the emil Heuser method by adding glacial acetic acid. The reaction process in this research has been done with variable stirring speeds 150, 250, 350, 450, and 550 rpm with acetylation times 5, 10, 15, 20, and 25 minutes. This research produced the largest acetyl rate according to SNI of 39,2% conducted with a stirring speed of 350 rpm and acetylation time of 15 minutes.

**Keyword :** Sago Waste; Acetylation; Emil Heuser; Cellulose; Cellulose Acetate

### PENDAHULUAN

Industri sagu akan menghasilkan limbah padat dan cair yang akan mencemari lingkungan di sekitarnya (Purnawan, 2011). Pada industri sagu rata-rata hanya mengelola pati dari tumbuhan sagu dengan menghasilkan 20 – 30%, sedangkan 75 – 83% terdapat limbah dari tanaman sagu yaitu limbah sagu atau ampas sagu (McClatchey et al, 2006). Pemanfaatan ampas sagu sebagai pakan ternak merupakan hal yang baik, walaupun disadari pemanfaatannya perlu mendapat sentuhan teknologi, karena ampas sagu mempunyai keterbatasan untuk digunakan sebagai pakan yaitu

kandungan serat kasar yang tinggi dan proteinnya rendah. (Sangadji et al, 2016). Salah satu kandungan pada ampas sagu adalah selulosa. Selulosa adalah salah satu senyawa polisakarida yang tersusun dari anhidroglukosa dan mempunyai bentuk empiris  $C_6H_{10}O_5$  dan menjadi penyusun utama dari dinding sel pada tumbuhan. Selulosa dilarutkan dari bahan alami yang telah murni yang disebut regenerated cellulose. (Ullmann, 1986). Berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5%, selulosa dapat dibagi atas tiga jenis, yaitu :

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

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

**Selulosa  $\gamma$  (Gamma Cellulose):** sama seperti *selulosa  $\beta$* , tetapi DP nya kurang dari 15. (Tarmansyah, 2007)

Selulosa asetat adalah selulosa yang gugus hidroksilnya diganti oleh gugus asetil berbentuk padatan putih, tidak beracun, tidak berasa, dan tidak berbau. Selulosa asetat mempunyai nilai komersial yang cukup tinggi karena memiliki beberapa keunggulan, diantaranya karakteristik fisik dan optik yang baik sehingga banyak digunakan sebagai serat untuk tekstil, filter rokok, plastik, film fotografi, lak, pelapis kertas dan membran, serta kemudahan dalam pemrosesan lebih lanjut. (Gaol et al, 2013).

Berdasarkan derajat substitusinya selulosa asetat dapat dibagi menjadi tiga, yaitu:

**Selulosa monoasetat**, derajat substitusi (DS) 0 - 2 dengan kandungan asetil < 36,5%. *Selulosa monoasetat* dapat digunakan pada pembuatan plastik, cat, dan laker.

**Selulosa diasetat**, derajat substitusi (DS) 2,0 - 2,8 dengan kandungan asetil 36,5 - 42,2%. *Selulosa diasetat* dapat digunakan pada pembuatan membran, film topografi, dan benang.

**Selulosa triasetat**, derajat substitusi (DS) 2,8 - 3,9 dengan kandungan asetil 43,5 - 44,8%. *Selulosa triasetat* dapat digunakan pada pembuatan kain dan pembungkus benang. (Fengel & Wegener, 1995)

Jenis proses untuk memproduksi selulosa asetat secara umum dapat dibagi menjadi 3 (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 *acetylating agent*, metilen klorida sebagai pelarut dan asam sulfat sebagai katalis.

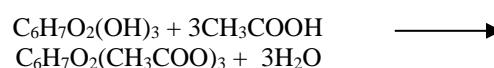
**Proses fiber asetat:** Pada proses ini selulosa di *esterifikasi* dengan menjaga struktur seratnya dengan penam-bahan non solvent seperti karbon tetra klorida, benzene dan toluene pada proses asetilasi, akan tetapi penggunaannya terbatas hanya untuk penggunaan khusus.

Cara lain yang digunakan untuk membuat selulosa asetat adalah dengan beberapa metode berikut :

Proses Emil Heuser: Asam asetat glacial digunakan sebagai *acetylating agent* dan asam phosphat sebagai pelarut.

Proses Cellanase: Asam asetat anhidrat sebagai *acetylating agent* dan asam asetat glacial sebagai pelarut.

Reaksi Asetilasi sebaiknya berjalan pada rentang suhu antara 40°C sampai 50°C, jika suhu lebih rendah akan mengakibatkan reaksi berjalan dengan laju reaksi yang lambat. Jika reaksi dijalankan pada suhu 50°C atau lebih, maka memungkinkan bahan lebih mudah menguap dan sebagian lagi terpapar panas. Sehingga mengakibatkan bahan yang tersisa menjadi rusak dan mengurangi jumlah dari hasil reaksi. (Fitriyano & Abdullah, 2016). Pada proses asetilasi dimana pencampuran antara selulosa dengan asam asetat glacial sebagai *acetylating agent* terjadi reaksi sebagai berikut :



Faktor-Faktor yang mempengaruhi proses asetilasi adalah :

**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 akan memperbesar perpindahan massa sehingga semakin memperbesar kecepatan reaksi sehingga yield yang dihasilkan akan 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. (Gaol et al, 2013)

Proses Emil Heuser adalah proses pemisahan serat menggunakan asam phosphat sebagai pelarut dan asam asetat glacial sebagai *acetylating agent*. Keunggulan proses ini bila dibandingkan dengan proses lain (proses cellanase) adalah asam fosfat yang encer yang dihasilkan sebagai produk samping yang lebih mudah dipulihkan (*recovery*) dibandingkan dengan asam asetat encer yang dihasilkan dari proses cellanase. Selain itu penggunaan asam asetat glacial sebagai *acetylating agent* lebih murah dan lebih mudah didapatkan dibandingkan dengan asam asetat anhidrat. (Heuser, 1947).

Tujuan penelitian ini untuk mencari pengaruh waktu asetilasi dan kecepatan pengadukan terhadap kadar asetil yang dihasilkan pada selulosa asetat. Selain itu, dengan penelitian ini dapat diketahui karakteristik selulosa asetat yang di-hasilkan berdasarkan kadar asetilnya.

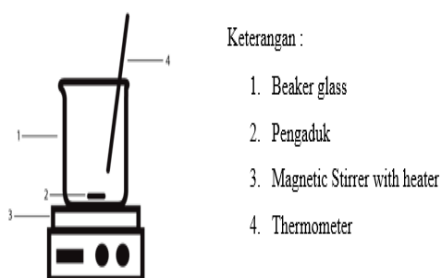
## METODE PENELITIAN

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ampas sagu yang merupakan bahan baku utama yang diperoleh dari desa Daleman, Kecamatan Tulung, Klaten, Jawa Tengah. Bahan pendukung yang digunakan adalah natrium hidroksida (NaOH) 15%, hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 2%, asam fosfat (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) 85%, asam asetat glasial 98%, etil eter dan aquadest yang diperoleh dari Tidar Kimia, Surabaya, Jawa Timur.

### Alat

Alat yang digunakan adalah beaker glass, magnetic stirrer dilengkapi heater.



Gambar 1. Rangkaian alat asetilasi

### Prosedur

Dalam penelitian ini, dilakukan dengan beberapa tahap:

Tahap isolasi selulosa dari ampas sagu. Ampas sagu yang akan digunakan, sebelumnya dipotong kecil-kecil terlebih dahulu dan dianalisa selu-losanya. Setelah itu ampas sagu dimasak menggunakan aquadest dengan rasio 1 : 4 pada suhu 100°C selama 1 jam agar mengalami pelunakan. Serat yang telah lunak di delignifikasi dengan menambahkan NaOH 15% dengan rasio perbandingan berat serat dan volume NaOH 1 : 8 pada suhu 100°C selama 2 jam. Saring pulp yang terbentuk dan hasil dari penyaringan dilakukan pencucian dengan aquadest. Bleaching pulp yang telah disaring menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 500 ml pada suhu 60°C selama 2 jam. Kemudian saring dan cuci pulp dengan aquadest. Pulp yang dihasilkan, dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C hingga berat konstan.

Tahap proses asetilasi dengan menggunakan proses emil heuser. 5 gram selulosa dilarutkan dalam H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> sebanyak 100 ml, aduk selama ± 15 menit pada suhu ± 40°C. Tambahkan asam asetat glasial 98% sebanyak 80 ml. Tahap asetilasi dilakukan dengan variasi waktu asetilasi 5, 10, 15, 20 dan 25 menit dan kecepatan pengadukan 150, 250, 350, 450 dan 550 rpm. Selanjutnya tambahkan etil eter 10 ml selama 10 menit. Saring dan cuci pulp dengan air hangat, pulp yang telah dicuci dikeringkan pada suhu 50°C sehingga didapatkan produk selulosa asetat dan analisa kadar asetilnya.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan baku ampas sagu yang digunakan pada penelitian ini memiliki kandungan selulosa sebesar 39,5%, lignin 10,35%, hemiselulosa 17,8%, serat kasar 26,7%, dan protein kasar 5,7%. Dari komposisi ini dapat diketahui bahwa potensi terbesar dalam pemanfaatan limbah ampas sagu adalah selulosa dimana selulosa dapat digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan selulosa asetat.

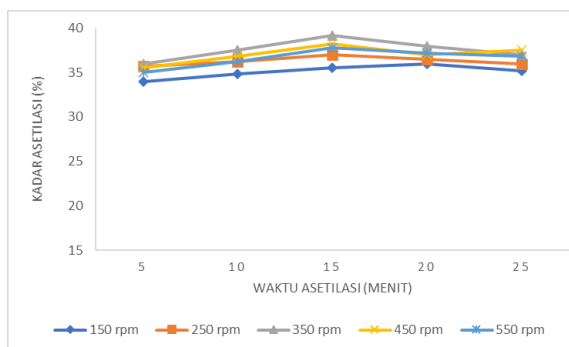
Pembuatan selulosa menjadi selulosa asetat dilakukan dengan 2 tahapan, dimana tahapan pertama adalah isolasi selulosa. Pada proses isolasi selulosa, didapatkan kadar α selulosa sebesar 44,25%, dimana kadar ini tidak berpengaruh dalam proses asetilasi, karena pada pembuatan selulosa asetat masih sesuai dengan literatur yaitu kandungan α selulosa sebesar 43-52%. Tahapan yang kedua adalah asetilasi. Pada tahapan kedua penelitian ini dilakukan analisa kadar asetil dengan menggunakan metode HPLC dan didapatkan hasil analisa sebagai berikut :

Tabel 1. Hasil analisa Kadar Asetil (%)

Waktu Asetilasi (menit)	Pengadukan (rpm)				
	150	250	350	450	550
5	34	35,7	36	35,5	35
10	34,8	36,2	37,5	36,8	36,2
15	35,5	37	39,2	38,2	37,8
20	36	36,5	38	37	37,2
25	35,2	36	37	37,5	36,8

(Sumber : *Laboratorium TAKI Departemen Teknik Kimia, ITS* )

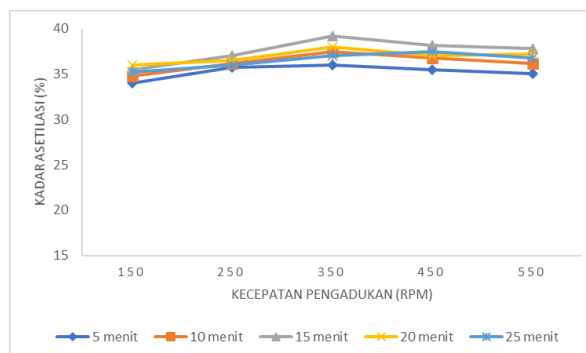
Berdasarkan hasil analisa yang didapat dari laboratorium TAKI Departemen Teknik Kimia ITS, dilihat bahwa kadar asetil terbesar didapatkan pada kondisi waktu asetilasi selama 15 menit dan kecepatan pengadukan sebesar 350 rpm. Kecenderungan yang sama juga ditunjukkan pada hasil lainnya. Dapat dilihat pada grafik sebagai berikut.



**Gambar 2.** Grafik hubungan antara variasi waktu asetilasi pada berbagai kecepatan pengadukan terhadap kadar asetil.

Hasil Analisa yang diperoleh menunjukkan adanya pengaruh variasi waktu asetilasi terhadap kadar asetil dalam berbagai kecepatan pengadukan. Pada Gambar 2 dapat dijelaskan bahwa kadar asetil untuk kondisi kecepatan pengadukan 150 rpm, 250 rpm, 350 rpm, 450 rpm, dan 550 rpm cenderung mengalami peningkatan pada waktu asetilasi 15 menit dan mengalami penurunan hingga waktu asetilasi 25 menit. Hal ini dikarenakan waktu asetilasi yang diberikan akan berperan dalam lama pengadukan yang membuat larutan membentuk selulosa asetat, dimana semakin lama waktu asetilasi, maka kadar asetil yang terbentuk akan semakin kecil. Kondisi terbaik adalah pada waktu asetilasi 15 menit, sedangkan pada waktu asetilasi 20 dan 25 menit terjadi penurunan tetapi tidak signifikan hal ini dikarenakan apabila waktu asetilasi yang diberikan terlalu lama maka selulosa asetat tidak dapat terbentuk sempurna, sehingga kadar asetil yang dihasilkan semakin kecil.

Gaol et al (2013) mengatakan bahwa semakin lama waktu asetilasi, selulosa dan selulosa asetat yang terdegradasi akan semakin besar. Proses asetilasi berlangsung secara eksotermis, sehingga perlu dilakukan pendinginan untuk mencegah terjadinya panas. Menurut (Wahyusi et al, 2017) waktu asetilasi yang proporsional dalam pembentukan selulosa asetat sekitar 15 menit. Sedangkan penelitian terdahulu Gaol et al (2013), kadar asetil dari tandan kosong kelapa sawit diperoleh sebesar 18-48 % dengan kondisi optimum waktu asetilasi selama 2-3,5 jam menggunakan proses *cellanase*. Asnetty (2001) juga telah melakukan penelitian terhadap tandan kosong kelapa sawit menggunakan metode emil heuser didapatkan kadar asetil sebesar 39-41% dengan kondisi optimum waktu asetilasi selama 15 menit.



**Gambar 3.** Grafik hubungan antara variasi kecepatan pengadukan pada berbagai waktu asetilasi terhadap kadar asetil.

Selain itu, dapat dilihat juga kadar asetil pada kondisi waktu asetilasi 5 menit, 10 menit, 15 menit, 20 menit, 25 menit cenderung mengalami peningkatan pada kecepatan pengadukan 350 rpm dan mengalami penurunan hingga kecepatan pengadukan 550 rpm. Hal ini dikarenakan kecepatan pengadukan yang diberikan akan berperan dalam kehomogenan larutan yang membuat larutan membentuk selulosa asetat, dimana semakin besar kecepatan pengadukan, maka kadar asetil yang terbentuk akan semakin kecil. Kondisi terbaik adalah pada kecepatan pengadukan 350 rpm, sedangkan pada kecepatan pengadukan 450 dan 550 rpm terjadi penurunan tetapi tidak signifikan. Hal ini dikarenakan apabila kecepatan pengadukan yang diberikan terlalu besar maka selulosa asetat tidak dapat terbentuk sempurna, sehingga kadar asetil yang dihasilkan semakin kecil. Kecepatan pengadukan yang besar dapat merusak serat-serat selulosa yang dapat menimbulkan tidak terbentuknya selulosa asetat.

Menurut (Asnetty, 2001) kecepatan pengadukan yang proporsional dalam pembentukan selulosa asetat sekitar 350 rpm, sedangkan menurut penelitian Wahyusi et al (2017), kadar asetil dari ampas tebu diperoleh sebesar 45,16% pada kecepatan pengadukan 300 rpm dengan menggunakan metode emil heuser

Kadar asetil terbesar pada penelitian ini diperoleh pada kondisi terbaik yaitu pada waktu asetilasi 15 menit dan kecepatan pengadukan 350 rpm sebesar 39,2%, sedangkan pada waktu asetilasi 20 dan 25 menit juga kecepatan pengadukan 450 dan 550 rpm terjadi penurunan kadar asetil tetapi tidak signifikan.

Adapun faktor-faktor yang berpengaruh pada proses asetilasi yaitu suhu, waktu asetilasi, kecepatan pengadukan, jumlah asam asetat, dan jumlah pelarut. Suhu yang ideal pada proses asetilasi berkisar antara 40°C hingga 50°C. Jika

suhu lebih rendah akan mengakibatkan reaksi berjalan dengan lambat dan jika reaksi dijalankan pada suhu 50°C atau lebih, maka akan memungkinkan bahan untuk mudah menguap dan sebagian lagi terpapar panas, sehingga mengakibatkan bahan yang tersisa menjadi rusak dan mengurangi jumlah dari hasil reaksi.

Selain itu, faktor utama yang berpengaruh pada penelitian ini adalah waktu asetilasi dan kecepatan pengadukan, faktor ini digunakan sebagai kondisi peubah pada penelitian ini. Pengaruh waktu asetilasi terhadap kadar asetil yang didapatkan adalah dimana waktu asetilasi yang panjang dapat menyebabkan selulosa asetat terdegradasi sehingga *yield* produk menjadi kecil dan kadar asetil menjadi kecil. Pengaruh selanjutnya adalah kecepatan pengadukan, dimana pengaruh kecepatan pengadukan terhadap kadar asetil yang didapatkan adalah kecepatan pengadukan yang tinggi akan memperbesar perpindahan massa sehingga semakin memperbesar kecepatan reaksi, maka *yield* yang dihasilkan akan meningkat dan kadar asetil akan menjadi kecil.

#### SIMPULAN

Hasil yang didapatkan dari penelitian ini adalah kadar asetil optimal sebesar 39,2% pada variabel waktu asetilasi 15 menit dan pengadukan 350 rpm. Waktu asetilasi dan kecepatan pengadukan dapat mempengaruhi kadar asetil yang dihasilkan. Pada proses pembuatan selulosa asetat dari ampas sagu yang dihasilkan pada kondisi tertentu sudah memenuhi syarat kadar asetil SNI, 1991 yaitu sebesar 39% - 40%.

#### SARAN

Sebaiknya peneliti perlu melakukan studi dengan variabel dan limbah yang berbeda. Peneliti juga dapat melakukan studi dengan kinetika reaksi serta perpindahan massa.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Asnetty. 2001. "Pengembangan Proses Pembuatan Selulosa Asetat dari Pulp Tandan Kosong Kelapa Sawit Proses Etanol", Prosiding Seminar Nasional Fundamental dan Aplikasi Teknik kimia, ITS, Surabaya.
- Emil Heuser. 1947. "The Chemistry of Cellulose". John Wiley & Sons, Inc. NY
- Fengel, D., Wegener, G, 1995. Wood Chemistry, Ultrastructure, Reactions, Walter de Gruyter & Co, : Berlin
- Fitriyano, G., & Abdullah, S. (2016). Sintesis Selulosa Asetat dari Pemanfaatan Limbah Kulit Pisang Diaplikasikan sebagai Masker Asap Rokok. *Seminar Nasional Sains Dan Teknologi*, (November 2016), 1–7.
- Gaol, M. R. L. L., Sitorus, R., Yanthi, Surya, I., & Manurung, R. (2013). Pembuatan Selulosa Asetat dari Alfa Selulosa Tandon Kosong Kelapa Sawit. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 2(3), 33–39.
- McClatchey Will. Manner, I. Harley. and Elevitch, R. Craig, (2006), Metroxylon Spp, Ecology papers Inc, London.
- Purnawan. (2011). Pemanfaatan Limbah Serat Industri Tepung Sagu Aren Sebagai Bahan Baku Pembuatan Kertas ( Pulp ) Dengan Proses Delignifikasi Abstract. *Jurnal Teknologi Technoscientia*, 4(1), 28–36.
- Sangadji, I., Salamena, J., & Patty, C. (2016). Kualitas Nutrisi Ampas Sagu Hasil Biofermentasi Jamur Tiram Putih (*Pleurotus ostreatus*) Dengan Waktu Inkubasi Dan Dosis Urea Yang Berbeda. *Seminar Nasional Peternakan*, (Agustus 2016), 72–78.
- SNI. 1991. SNI 06-2115-1991 : Selulosa Asetat. Jakarta : Dewan Standarisasi Nasional.
- 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&m\\_norutisi=3](http://biletinlit.bang.dephan.go.id/index.asp?vnomor=18&m_norutisi=3).
- Ullmann. 1986. "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry", vol.5, VCH.
- Wahyusi, K. N., Siswanto, & Utami, L. I. (2017). Kajian Proses Asetilasi Terhadap Kadar Asetil Selulosa Asetat Dari Ampas Tebu. *Jurnal Teknik Kimia*, 12(1), 35–39.