

Sintesis Selulosa Asetat Dari Limbah Kertas HVS Dengan Variasi Temperature dan Waktu Hidrolisis

Dila Hasriani^{1*}, Adriana², Zulkifli³

¹⁻³Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Lhokseumawe, Kota Lhokseumawe

*Koresponden email: dilahasriani42@gmail.com

ABSTRACT

Cellulose acetate can be made by utilizing raw materials that contain cellulose, one of which is waste paper. It has been reviewed that waste paper still contains high cellulose. The purpose of this study was to determine the effect of variations in temperature and reaction time on cellulose acetate products in the hydrolysis process. The method used in this research is cellulose activation, acetylation and hydrolysis with the steps taken include preparation of raw materials, delignification and purification of cellulose acetate. The synthesis of cellulose acetate was carried out by adding glacial acetic acid to the delignified paper, then adding acetic anhydride and sulfuric acid in the acetylation process to produce triacetate cellulose products, then the product was reacted with water to reduce the degree of substitution so that the resulting product was cellulose diacetate. The temperature variations used are 30, 40, 50 and 60 oC with time variations of 90, 120, 150, and 180 minutes. The product is then filtered and washed until neutral using distilled water. The resulting cellulose acetate was then analyzed for acetyl content, degree of substitution, and FTIR test. From the results of the research, the best acetyl levels and degrees of substitution were obtained at a temperature of 60 C and a time of 180 minutes, namely 39.46% and DS 2.42. The characteristics of cellulose acetate with FTIR of the functional group indicated the presence of cellulose acetate compounds with a sharp peak in the C = O ester group of the acetyl group with a wave number of 1622.13 cm⁻¹ and the appearance of an O-H group from cellulose with a wave number of 3549 cm⁻¹ and 3404. cm⁻¹. Cellulose acetate produced from this research is a solid like white flour.

Keywords— Degree, substitution, hydrolysis, waste, paper, cellulose, acetate.

I. PENDAHULUAN

Kondisi pengelolaan sampah di Indonesia masih kurang baik dalam penanganannya. Hal ini terlihat dari persentase sampah yang tidak terkelola di kota-kota berpenduduk padat seperti Jakarta, Medan, Semarang, dan Surabaya yang terbilang cukup tinggi yaitu, masing-masing sebesar 26%; 18,6%; 21,7%; dan 37% [1]. Sebesar 66,8% rumah tangga masih melakukan pembakaran dalam mengolah sampah yang ada dan hanya sebesar 1,2% diantaranya yang melakukan daur ulang sampah dan belum lagi termasuk oknum-oknum yang membuang sampah sembarangan di lingkungan. Timbunan sampah di Indonesia mencapai 65,2 juta ton setiap setiap tahun. Dari keseluruhan sampah padat di Indonesia, persentase limbah kertas yang terkandung adalah sebesar 8,75% [2]. Sangat disayangkan jika jumlah limbah kertas yang banyak tersebut tidak dimanfaatkan dengan baik, padahal masih banyak potensinya untuk dimanfaatkan kembali.

Beberapa penelitian terdahulu telah memanfaatkan limbah kertas sebagai bahan baku pembuatan kertas daur ulang, kerajinan tangan dan juga pupuk kompos [3]. Selain itu, limbah kertas pada dasarnya memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber selulosa. Limbah kertas, khususnya kertas HVS bekas memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi yaitu, sebesar 64,84% [4]. Kandungan selulosa inilah yang dapat dimanfaatkan dalam penelitian ini sebagai bahan baku pembuatan selulosa asetat.

Selulosa asetat adalah selulosa yang gugus hidroksilnya diganti oleh gugus asetil. Selulosa asetat berbentuk padatan putih, tak beracun, tak berbau, dan tak berasa (SNI 0440: 2009). Selulosa asetat yang dihasilkan ini dapat diolah menjadi benang untuk bahan baku

industri tekstil, bioplastik dan dapat juga diolah menjadi membran semipermeabel. Selulosa asetat adalah salah satu produk dari selulosa yang sering diproduksi secara komersial dengan aplikasi yang luas seperti pada penutup (pelapisan), lapisan film, membran pemisah, dan bahan untuk pembuatan dari semua turunan selulosa. Selama ini produksi selulosa asetat di Indonesia masih sangat minim. Oleh karena itu, impor selulosa asetat masih menjadi cara ampuh untuk memenuhi kebutuhan selulosa asetat dalam negeri.

Ketergantungan Indonesia terhadap negara penghasil selulosa asetat seperti Singapura, Jepang, Amerika dan negara lainnya tidaklah menguntungkan bagi negara. Padahal Indonesia memiliki alam yang mengandung limbah selulosa sebagai bahan baku pembuatan selulosa asetat. Dari data Badan Pusat Statistik (BPS), menyatakan jumlah impor selulosa asetat terus mengalami peningkatan. Tercatat pada tahun 2010 jumlah impor selulosa asetat sebesar 11.175 Ton dan 21.646 Ton/tahun pada tahun 2015. Hal ini menjadikan dasar pemikiran para engineer dalam membangun infrastruktur industri selulosa asetat dalam negeri. Metode yang sudah dikembangkan untuk memproduksi selulosa asetat adalah proses asetilasi dimana asetat anhidrat yang umum digunakan sebagai reaktan pada proses asetilasi. Secara proses industri, proses asetilasi dilakukan dengan cara mereaksikan selulosa dan asetat anhidrat berlebih dengan asam sulfat sebagai katalis [5]. Dari proses asetilasi tersebut, maka didapatkanlah selulosa triasetat. Kemudian dilakukan proses hidrolisis untuk mendapatkan selulosa diasetat dengan mereaksikan selulosa triasetat dengan air.

Sejauh ini pembuatan selulosa asetat telah dilakukan oleh beberapa peneliti menggunakan selulosa dari berbagai sumber, seperti selulosa pulp kenaf dan limbah serbuk gergaji kayu. Penggunaan bahan baku

yang berbeda akan berpengaruh terhadap kondisi tahapan pembuatan selulosa asetat. Pada penelitian kali ini digunakan kertas hvs bekas sebagai bahan baku selulosa yang mana mudah didapatkan, juga mengandung selulosa yang tinggi serta mudah diproses dalam pemurnian selulosa.

Besar kadar asetil juga sebanding dengan Derajat Substitusi (DS). DS selulosa asetat secara heterogen juga sangat ditentukan oleh reaksi hidrolisis, oleh karena itu penelitian ini menitikberatkan variasi variabel proses pada tahap hidrolisis untuk mencapai karakteristik derajat substitusi pada produk selulosa asetat.

II. METODOLOGI PELAKSANAAN

2.1 Bahan dan Alat

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Kertas HVS bekas yang berasal dari fotocopy terdekat. Bahan tambahan lain berupa aquadest, asam klorida (HCl), asam asetat glasial, asam asetat anhidrat, larutan asam sulfat (H₂SO₄), larutan NaOH, Metode pengujian diantaranya berupa analisa derajat substitusi (DS), analisa kadar asetil (%) dan gugus fungsi menggunakan alat FTIR. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu timbangan digital, labu ukur, gelas ukur, pipet volume, pipet tetes, buret, kertas saring, spatula, corong dll..

2.2 Persiapan Bahan Baku Kertas HVS Bekas

Kertas HVS bekas harus terlebih dahulu di perlakukan untuk mendapatkan selulosa murni, kertas HVS di blender agar berbentuk bubur kertas. Kemudian NaOH yang merupakan basa kuat digunakan sebagai pelarut zat adiktif agar tinta yang ada pada kertas HVS bekas tersebut luntur, setelah penambahan NaOH ke dalam bubur kertas kemudian disaring agar di dapatkan endapan selulosa, dimana filtrat yang diperoleh dibuang dan endapannya kemudian diperas. Kadar air pada endapan diukur dengan menggunakan oven dengan suhu 100 °C yang didiamkan selama 24 jam. Berat awal sebelum dikeringkan dikurangi dengan berat endapan setelah pengeringan merupakan berat kadar air pada endapan.

2.3 Aktivasi Selulosa

Selulosa yang terkandung dalam endapan di aktivasi dengan menambahkan larutan asam asetat glasial sebanyak 2 kali tahapan. Selulosa sebanyak 10 gram (berat kering) dicampurkan dengan 175 mL asam asetat glasial. Setelah tahap pertama, selulosa disaring dan diperas kembali sehingga air yang telah bercampur dengan asam asetat glasial dapat dihilangkan kadar airnya dan berat selulosa setelah diperas ditimbang. Kemudian ditambahkan kembali asam asetat glasial untuk tahap kedua, yang bertujuan untuk mengembangkan selulosa. Kedua tahap ini dilakukan dalam beaker gelas dengan menggunakan magnetik stirer dengan lama waktu pengadukan masing-masing 1 jam pada suhu ruangan. Tahap kedua tidak dilakukan pemerasan endapan kembali, namun langsung diteruskan pada proses reaksi asetilasi.

2.4 Reaksi Asetilasi

Setelah melakukan proses aktivasi selulosa tahap kedua, kemudian selulosa direaksikan dengan asam asetat anhidrat, sebanyak 50 gram (rasio berat selulosa: asetat anhidrat (1 : 5)). Larutan asam asetat anhidrat digunakan sebagai spesialis yang berfungsi sebagai pengembang serat-serat selulosa sehingga lebih mudah bereaksi dan juga asam sulfat ditambahkan sebanyak 2% dari jumlah berat kering selulosa yang berfungsi sebagai katalis reaksi. Reaksi ini berlangsung selama 2 jam dengan temperatur 50°C. Kemudian dilanjutkan ke tahap reaksi hidrolisis.

2.5 Reaksi Hidrolisis

Tahap ini dilakukan untuk mencapai kondisi produk yang diinginkan, yaitu selulosa di asetat. Cairan kental yang telah diperoleh dari reaksi asetilasi, kemudian direaksikan kembali dengan 50 ml air. Pada proses ini digunakan penangas air untuk memvariasikan temperatur dari 30, 40, 50 hingga 60°C. Waktu reaksi hidrolisis juga divariasikan dari 90, 120, 150 dan 180 menit. Setelah reaksi ini produk yang didapatkan tetap dalam bentuk cairan kental (slurry).

2.6 Pemurnian Dan Karakterisasi Produk Selulosa Asetat

Pemurnian selulosa asetat terlebih dahulu dimulai dengan mengendapkan selulosa asetat. Kemudian sampel selulosa asetat dituangkan ke dalam beaker gelas berisi aquades 500 ml sambil diaduk, sehingga terjadi proses presipitasi (pengendapan). Setelah itu, endapan disaring dan cuci dengan aquades untuk menetralkan kadar asam pada selulosa asetat. Kemudian, produk dikeringkan selama satu hari di dalam oven dengan temperatur 50°C. Setelah itu, padatan produk ditumbuk untuk mendapatkan bentuk standar selulosa asetat, yaitu dalam bentuk bubuk (powder).

2.7. Analisis Derajat Substitusi

Analisis derajat substitusi dilakukan dengan model perhitungan dengan menggunakan ASTM D871-96 (2010). Sampel harus dibuat dalam kondisi bentuk standar analisis dimana sampel selulosa asetat dikeringkan sampai temperatur 105°C selama 2 jam di dalam oven. Kemudian selulosa asetat diambil sebanyak 0,5 gr dan ditambahkan 20 ml etanol 75% yang dilarutkan di dalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian dipanaskan pada hotplate dengan suhu 60°C selama 30 menit. Setelah itu, 20 ml dari larutan natrium hidroksida (NaOH) ditambahkan ke sampel dan kembali dipanaskan pada suhu 60°C selama 15 menit. Prosedur yang sama juga digunakan pada sampel blanko (yang mengandung semua senyawa tanpa selulosa asetat). Sampel diaduk dengan selama 6 jam pada suhu ruangan.

Sifat basa pada sampel selulosa asetat dan sampel blanko dititrasi dengan asam klorida (0,5 N) menggunakan indikator phenolphthalein (pp). Indikator netralisasi telah selesai, warna pink dari larutan telah hilang. Sampel kemudian dititrasi kembali dengan NaOH hingga pada titik akhir indikator pp untuk menetralkan asam yang bersisa. Derajat substitusi (DS) dihitung dengan menggunakan rumus di bawah ini.

$$\% \text{ Asetil} = \frac{(A-B)N_b - (C-D)N_a}{4,3 W} \quad (1)$$

$$DS = 3,86 \frac{\% \text{ Asetil}}{102,4 - \% \text{ Asetil}} \quad (2)$$

- A = Volume NaOH yang ditambahkan ke sampel selulosa asetat
- B = Volume NaOH yang ditambahkan ke sampel kontrol
- C = Volume HCl yang ditambahkan ke sampel selulosa asetat
- D = Volume HCl yang ditambahkan ke sampel kontrol
- Na = Normalitas HCl
- Nb = Normalitas NaOH
- W = Massa sampel selulosa asetat
- DS = Derajat Substitusi

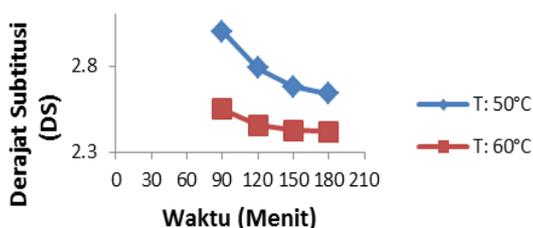
2.8 Analisis gugus fungsi

Analisis gugus fungsi pada selulosa asetat dilakukan dengan menggunakan Fourier Transform Infrared (FTIR).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan memanfaatkan limbah yang terbuang begitu saja untuk dijadikan selulosa asetat yang memiliki nilai komersial yang tinggi. Kertas adalah salah satu limbah yang paling banyak dihasilkan oleh manusia, baik yang dihasilkan di sekolah maupun di perkantoran. Limbah kertas HVS saat ini belum di manfaatkan secara optimal dan banyak terbuang sia-sia, oleh karena itu limbah kertas menjadi salah satu masalah yang serius bagi bumi ini. Dengan mendaur ulang limbah kertas maka kita membantu menjaga keseimbangan alam dan mencegah pemanasan global. Kandungan selulosa pada kertas HVS mampu mencapai 90% berat, sehingga limbah kertas hvs dapat di manfaatkan sebagai bahan baku pembuatan selulosa asetat yang memiliki nilai komersial yang tinggi.

3.1 Pengaruh Waktu Hidrolisis terhadap Derajat Substitusi

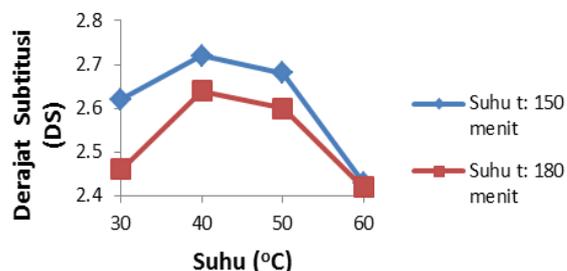


Gambar 1. Pengaruh waktu hidrolisis terhadap derajat substitusi pada suhu 50 dan 60°C

Berdasarkan grafik diatas dapat dilihat bahwa derajat substitusi pada suhu 50 °C dan 60 °C mengalami penurunan, derajat substitusi dapat mempengaruhi waktu pada reaksi hidrolisis dikarenakan penurunan derajat substitusi dengan pengaruh peningkatan waktu reaksi

dapat terjadi karena adanya degradasi selulosa asetat [6]. Semakin lama proses hidrolisis dilakukan maka semakin banyak terjadinya reaksi substitusi gugus asetil oleh gugus hidroksil. Peningkatan waktu hidrolisis menyebabkan terjadinya penurunan derajat substitusi. Hal ini disebabkan karena semakin lama waktu reaksi akan membuat semakin banyak selulosa asetat yang terhidrolisis, sehingga nilai derajat substitusi yang di dapatkan juga semakin rendah. Hal ini sejalan dengan penelitian terdahulu yang memperoleh hasil serupa dimana waktu reaksi yang semakin lama akan membuat selulosa asetat terdegradasi [7].

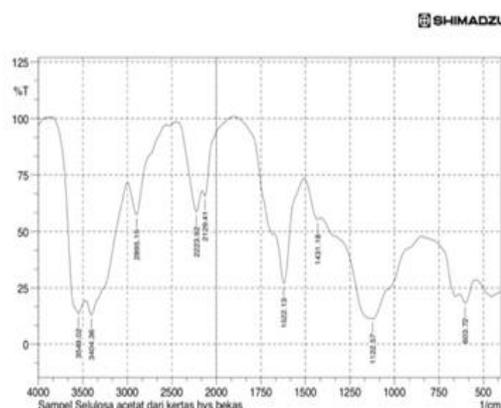
3.2 Pengaruh Suhu Hidrolisis terhadap Derajat Substitusi pada Selulosa Asetat



Gambar 2. Pengaruh Suhu Hidrolisis terhadap Derajat Substitusi

Berdasarkan gambar diatas dapat dilihat bahwa penurunan derajat substitusi terjadi secara terus-menerus seiring meningkatnya suhu dimulai dari suhu 40, 50, hingga 60oC. Terlihat pada suhu 30oC didapatkan derajat substitusi yang lebih rendah dibandingkan suhu 50 dan 60 oC. Hal ini disebabkan pada suhu 30oC reaksi belum terjadi dengan baik. Namun pada suhu 40, 50, dan 60 oC telah terlihat kecenderungan nilai derajat substitusi yang semakin menurun dikarenakan peningkatan suhu. Hal ini sesuai dengan teori yang mengatakan bahwa semakin tinggi suhu hidrolisis maka semakin kecil derajat substitusi yang didapatkan [8].

3.3 Hasil karakteristik Selulosa Asetat Dengan FTIR



Gambar 3. Analisis FTIR Sampel Selulosa Asetat dengan Limbah Kertas HVS

Spektrum FTIR dari selulosa asetat dilakukan untuk mendeteksi terjadinya, hilangnya atau pergeseran puncak yang dapat di kaitkan dengan proses pengolahan. Berdasarkan dari gambar 3. dapat dilihat pada grafik hasil analisis FTIR, Spektrum dari selulosa asetat dalam kisaran 4000-800 cm^{-1} dapat dilihat pada gambar diatas. Hasil analisa spektroskopi FTIR selulosa asetat menunjukkan selulosa termodifikasi asetil dengan munculnya puncak vibrasi pada 1431 cm^{-1} , membuktikan gugus OC – OH dari selulosa asetat. Munculnya puncak pada bilangan gelombang 2895 cm^{-1} , menunjukkan gugus fungsi C-H dari selulosa, juga puncak pada bilangan gelombang 3549, 3404 cm^{-1} adalah OH dari selulosa.

IV. KESIMPULAN

Pengaruh variasi temperatur operasi terhadap derajat substitusi produk selulosa asetat pada proses hidrolisis ialah semakin besar temperatur maka akan semakin turun derajat substitusi selulosa asetat. Sedangkan. Pengaruh variasi waktu reaksi terhadap derajat substitusi produk selulosa asetat pada proses hidrolisis adalah semakin lama waktu hidrolisis maka derajat substitusi selulosa asetat semakin menurun.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Kemenko Kemaritiman, 2018. Indonesia Marine Debris Hotspot.
- [2] Badan Pusat Statistik, 2018. Statistik Lingkungan Hidup Indonesia 2018: Pengelolaan Sampah di Indonesia. BPS, Jakarta.
- [3] Arfah, M., 2017. Pemanfaatan Limbah Kertas Menjadi Kertas Daur Ulang Bernilai Tambah. *Buletin Utama Teknik*. 13(1): 28–31.
- [4] Sholikhah S.M., Nanik W., dan Supartono, Suhartono, 2018. Produksi Bioetanol dari Kertas HVS Bekas melalui Hidrolisis Enzim Selulase Jamur Tiram. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 7(1): 11–16.
- [5] Kindriari Nurma Wahyusi, Siswanto, Lucky Indrati Utami, “Kajian Proses Asetilasi Terhadap Kadar Asetil Selulosa Asetat Dari Ampas”, *Jurnal Teknik Kimia*, Vol 12, No 1, 2017.
- [6] Rahmatullah, Rizka W. Putri, Adhe M. Rainadi, Ayu Permata Sari, Muhammad Y. Pratama, “Pemanfaatan Limbah Kertas Bekas sebagai Bahan Baku Pembuatan Selulosa Asetat, Universitas Sriwijaya.Promila, Madan VK., “A Review on the Phytochemistry and Pharmacology of *Cymbopogon citratus* Stapf. (Lemongrass)”, *The Pharma Innovation Journal*. 7(3) : 300- 304, 2018.
- [7] Gaol, M.R.L.L., Sitorus, R., Yanthi, S., Surya, I, dan Manurung, R., “Pembuatan Selulosa Asetat dari Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit”, *Jurnal Teknik Kimia USU*, 2(3): 33–39, 2013.
- [8] Ni Kadek Ariani Dewi, Amna Hartiati*, Bambang Admadi H, “Pengaruh Suhu dan Jenis Asam Pada Hidrolisis Pati Ubi Talas (*Colocasia esculenta* L. Schott) Terhadap Karakteristik Glukosa”, *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri*, Vol. 6, No.4, 307-315, Desember 2018.