

SINTESIS SELULOSAASETAT DARI LIMBAH PENGOLAHAN AGAR

Cellulose Acetate Synthesis from Agar Processing Waste

Nurhayati^{1*} dan Rinta Kusumawati¹

¹ Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan, Jl. K.S. Tubun Petamburan VI, Jakarta Pusat, Indonesia

* Korespondensi Penulis: n_hay04@yahoo.com

Diterima: 19 Agustus 2014; Disetujui: 17 Oktober 2014

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis selulosa asetat dari limbah pengolahan agar. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan konsentrasi NaOH yang optimum untuk isolasi selulosa dari limbah pengolahan agar dan rasio selulosa terhadap asam asetat anhidrida yang tepat untuk sintesis selulosa asetat dari selulosa limbah pengolahan agar. Selulosa dari limbah diisolasi menggunakan NaOH dengan konsentrasi 3, 6, dan 9% pada 95 °C selama 35 menit. Proses asetilasi dilakukan dengan rasio selulosa : asam asetat anhidrida 1:10; 1:20; dan 1:30 (b/v) pada 50 °C selama 35 menit dilanjutkan pada suhu ruang selama 14 jam. Terhadap produk selulosa diukur rendemen selulosa, kadar holoselulosa, dan alfa selulosa; sedangkan pada produk selulosa asetat diamati derajat putih (*whiteness*), identifikasi gugus fungsi, kadar asetil, kelarutan, dan uji termal. Hasil penelitian menunjukkan bahwa larutan NaOH 6% menghasilkan kadar holoselulosa (63,3%) dan α -selulosa (53,33%) tertinggi dengan nilai rendemen selulosa sebesar 24,92%. Sintesis selulosa asetat dengan perlakuan rasio selulosa:asam asetat anhidrida 1:10 memberikan hasil terbaik, yaitu warna selulosa asetat lebih putih, dengan rendemen sebesar 26,19% dan kadar asetil \geq 43,5%. Identifikasi gugus fungsi menggunakan FTIR terhadap selulosa asetat menunjukkan adanya serapan gugus karbonil (C=O) dan gugus ester (C-O) masing-masing pada bilangan gelombang 1.755 cm^{-1} dan 1.235 cm^{-1} . Selulosa asetat dari semua perlakuan bersifat larut dalam diklorometan tapi tidak larut dalam aseton. Dengan demikian, selulosa asetat yang dihasilkan merupakan jenis selulosa triasetat. Hasil uji termal terhadap selulosa asetat perlakuan 1:10 menunjukkan bahwa selulosa triasetat yang diperoleh terdegradasi pada temperatur 350 °C.

KATA KUNCI: sintesis, selulosa asetat, limbah agar

ABSTRACT

Synthesis of cellulose acetate from waste of agar processing has been carried out. This study aimed to obtain optimum NaOH concentration for isolating the cellulose and to find the proper ratio of cellulose to acetic acid anhydride for synthesis of cellulose acetate. Cellulose was isolated from agar processing waste using NaOH with concentration of 3, 6, and 9% at 95 °C for 35 min., then acetylated by addition of acetic acid anhydride with the ratio of 1:10; 1:20 and 1:30 (w/v) at 50°C for 35 min. followed by keeping at room temperature for 14 hrs. Celluloses produced were measured by the yield and holocellulose as well as alpha cellulose content, and the functional group. While, the celluloses acetate were observed by the whiteness, functional groups, acetyl content, solubility, and thermal test. The results showed that 6% NaOH solution produced the highest holocellulose content (63.3%) and α -cellulose (53.33%). Synthesis of cellulose acetate with the ratio of cellulose to acetic acid anhydride 1:10 gave the best product with whitest color, yield of 26.12% and acetyl content of \geq 43.5%. Identification of functional groups on the cellulose acetate using FTIR showed the absorption of carbonyl group (C=O) and ester groups (CO) at wave number 1755 cm^{-1} and 1235 cm^{-1} , respectively. The cellulose acetate of all treatments were soluble in dichloromethane but insoluble in acetone. Thus, cellulose acetate produced was a cellulose triacetate. Analysis of Thermo-Gravimetric Analysis (TGA) in 1:10 treatment showed that the cellulose triacetate degraded at temperature of 350 °C.

KEYWORDS: synthesis, cellulose acetate, agar waste

PENDAHULUAN

Agar merupakan senyawa hidrokoloid yang terkandung dalam rumput laut merah, diantaranya jenis *Gracillaria* sp. Ekstraksi agar biasanya menghasilkan produk samping berupa limbah padat yang sampai saat ini belum banyak dimanfaatkan, sehingga berpotensi mengganggu lingkungan. Limbah padat yang terbuang tanpa penanganan akan mengalami fermentasi dan mengakibatkan terjadinya penurunan kualitas air, tanah, dan udara di sekitarnya. Pemanfaatan limbah pengolahan agar menjadi produk-produk ekonomis dapat menjadi solusi untuk mengurangi atau meniadakan permasalahan lingkungan yang ditimbulkannya.

Limbah pengolahan agar pada umumnya mengandung selulosa yang cukup tinggi. Dalam pengolahan bahan berserat, selulosa merupakan polimer utama yang merupakan senyawa dominan. Selulosa adalah senyawa polimer linear yang terdiri dari unit ulangan β -D-Glukopiranososa. Salah satu proses untuk memisahkan selulosa dari hemiselulosa dan lignin adalah melalui teknik *pulping*. Teknik ini dikenal dalam industri kertas, yaitu dengan cara perebusan dalam larutan alkali. Selulosa dapat dimanfaatkan di bidang industri dalam bentuk murninya maupun produk turunannya (derivat selulosa). Salah satu produk turunan selulosa yang banyak dibutuhkan oleh industri adalah selulosa asetat, yaitu serat untuk tekstil, filter rokok, plastik, film fotografi, pelapis kertas, membran, dan kemasan (Edgar *et al.*, 2001; Choi *et al.*, 2002; Morti *et al.*, 2003; Cetin *et al.*, 2004; Gill *et al.*, 2005; Kosaka *et al.*, 2005; Idris & Yet, 2006; Wibowo *et al.*, 2006; Guilminot *et al.*, 2007; Fischer *et al.*, 2008; Gemili *et al.*, 2010; Robertson *et al.*, 2012).

Konversi selulosa menjadi selulosa asetat dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu aktivasi selulosa, asetilasi, dan hidrolisis. Tahap aktivasi selulosa adalah pengembangan selulosa untuk meningkatkan reaktifitas selulosa dalam bahan baku, pengembangan serat-serat, dan penurunan derajat polimerisasi. Tahap asetilasi adalah reaksi antara selulosa dengan asam asetat anhidrida dengan katalis asam sulfat. Tahap hidrolisis yaitu pelepasan proton secara bertahap hingga diperoleh selulosa asetat (Meireles *et al.*, 2010). Tahap asetilasi merupakan tahapan penting pada sintesis selulosa asetat. Pada tahap ini, asam asetat anhidrida digunakan sebagai media asetilasi. Meireles *et al.* (2010) menggunakan perbandingan antara selulosa terhadap asam asetat anhidrida sebesar 1:32 b/v, sementara Rodrigues *et al.* (2008) menggunakan perbandingan 1:20 b/v.

Beberapa penelitian menyebutkan bahwa selulosa asetat dapat diperoleh dari bahan baku koran bekas

(Rodrigues *et al.*, 2008), limbah kapas (Cheng *et al.*, 2010), jerami (Fan *et al.*, 2013), dan pulp kenaf (Widyaningsih & Radiman, 2007), sementara selulosa asetat dengan bahan baku limbah pengolahan agar dari rumput laut *Gracillaria* sp. belum dilaporkan. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan konsentrasi NaOH yang optimum untuk isolasi selulosa dari limbah pengolahan agar, dan rasio selulosa terhadap asam asetat anhidrida yang tepat untuk sintesis selulosa asetat dari selulosa limbah pengolahan agar. Penggunaan limbah ini dimaksudkan agar tidak bersaing dengan kebutuhan pangan. Selain itu pemanfaatan limbah ini yang ketersediaannya cukup banyak diharapkan dapat mengurangi atau mencegah pencemaran lingkungan. Produk industri berbahan baku selulosa asetat aman bagi lingkungan karena selulosa asetat bersifat *biodegradable*.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Limbah dari pengolahan agar skala kecil di daerah Brebes, Jawa Tengah, digunakan sebagai sumber selulosa. Produksi agar di pengolah tersebut tidak menggunakan *cellite* dalam proses penyaringannya, sehingga lebih mudah dalam penanganannya. Limbah pengolahan agar yang diperoleh dari pengolah berupa limbah kering dari hasil pengeringan dengan sinar matahari. Limbah tersebut dibawa ke Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan (BBP4BKP) dalam kemasan karung dan digunakan sebagai bahan baku sintesis selulosa asetat.

Preparasi Limbah Pengolahan Agar

Sebelum digunakan sebagai bahan baku, limbah pengolahan agar diekstraksi kembali untuk menghilangkan sisa agar dengan cara pemasakan dalam air mendidih selama 1 jam, kemudian dicuci dengan air panas hingga air cucian jernih, lalu dijemur dan digiling menjadi tepung limbah pengolahan agar.

Isolasi Selulosa

Isolasi selulosa dilakukan mengacu pada metode Bertoniere & King (1989) dalam Cheng *et al.* (2010). Sebanyak 15 g tepung limbah pengolahan agar direndam dalam 250 ml larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 3, 6, dan 9%. Campuran dipanaskan pada suhu 95 °C selama 35 menit, kemudian disaring, dan dicuci dengan air panas sampai air cucian jernih. Endapan yang diperoleh disuspensikan kembali dalam air dan diatur pHnya menggunakan HCl encer, hingga netral (pH 7). Suspensi yang dihasilkan

disaring dan dicuci dengan air, kemudian dikeringkan dalam oven suhu 70 °C selama 24 jam. Perlakuan NaOH yang menghasilkan kadar selulosa tertinggi dipilih untuk proses sintesis selulosa asetat.

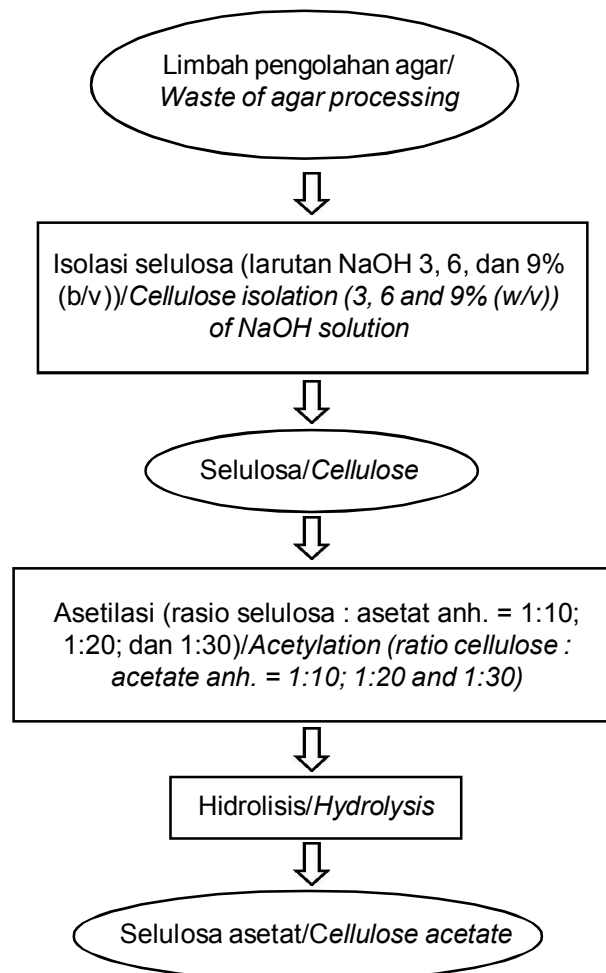
Sintesis Selulosa Asetat

Sintesis selulosa asetat mengacu pada metode Meireles *et al.* (2010) dengan modifikasi. Sebanyak 10 g selulosa ditambahkan 250 ml asam asetat glasial dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada suhu 50 °C. Selanjutnya, larutan ditambahkan 1,6 ml H₂SO₄ dan 97 ml asam asetat glasial lalu diaduk selama 25 menit. Asam asetat anhidrida ditambahkan pada campuran dengan perbandingan selulosa terhadap asetat anhidrida sebesar 1:10; 1:20; 1:30 (b/v), dibantu pengadukan selama 30 menit pada suhu 50 °C. Campuran didiamkan selama 14 jam pada suhu ruang, dilanjutkan dengan penyaringan. Ke dalam filtrat hasil

penyaringan, ditambahkan air setetes demi setetes sampai terbentuk endapan. Endapan yang diperoleh dipisahkan dari larutan, kemudian dicuci hingga netral lalu dikeringkan pada suhu 70 °C dalam oven inkubator selama 24 jam. Produk yang dihasilkan berupa serbuk putih selulosa asetat.

Pengamatan Produk

Terhadap produk selulosa yang diisolasi dari limbah pengolahan agar dilakukan pengukuran rendemen, kadar holoselulosa (DSN, 1989), dan alfa selulosa (BSN, 2009). Sementara terhadap produk selulosa asetat dilakukan pengukuran rendemen, derajat putih (*whiteness meter*), dan kadar asetil (BSN, 1991), identifikasi gugus fungsi dengan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) menggunakan Perkin-Elmer *Spectrum One*, uji kelarutan, dan uji termal dengan *Thermo-Gravimetric Analysis* (TGA) Mettler Toledo 850. Diagram alir sintesis selulosa asetat dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram alir sintesis selulosa asetat.
Figure 1. Flowchart of cellulose acetate synthesis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakterisasi Limbah Pengolahan Agar

Penanganan terhadap limbah pengolahan agar dilakukan dengan cara pemasakan kembali lalu dikeringkan, menghasilkan produk limbah pengolahan agar kering sebesar 46% dari limbah pengolahan agar sebelum penanganan. Nilai rendemen yang rendah disebabkan bahan baku limbah sebelum digunakan tidak disortir terlebih dahulu, sehingga masih banyak mengandung pengotor atau benda asing, seperti kekerangan, serpihan kayu dan lain-lain. Selain itu, proses ekstraksi agar yang dilakukan oleh pengolah juga belum maksimal. Hal tersebut terbukti dari masih menjendalnya air rebusan hasil pemasakan kembali limbah pengolahan agar tersebut, yang menunjukkan masih banyaknya kandungan agar pada limbah tersebut. Karakteristik limbah agar sebelum dan sesudah penanganan dapat dilihat pada Tabel 1.

Berdasarkan Tabel 1 diketahui bahwa kadar selulosa limbah agar setelah preparasi mengalami sedikit penurunan. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh adanya pengotor pada limbah agar sebelum preparasi berupa tumbuhan jenis lain atau serpihan-serpihan kayu yang mengandung selulosa. Saat preparasi, selain pemasakan kembali juga dilakukan sortasi sehingga limbah yang dihasilkan lebih bersih. Limbah pengolahan agar memiliki kadar total selulosa yang tinggi, sehingga berpotensi untuk dimanfaatkan menjadi selulosa asetat maupun derivat selulosa lainnya.

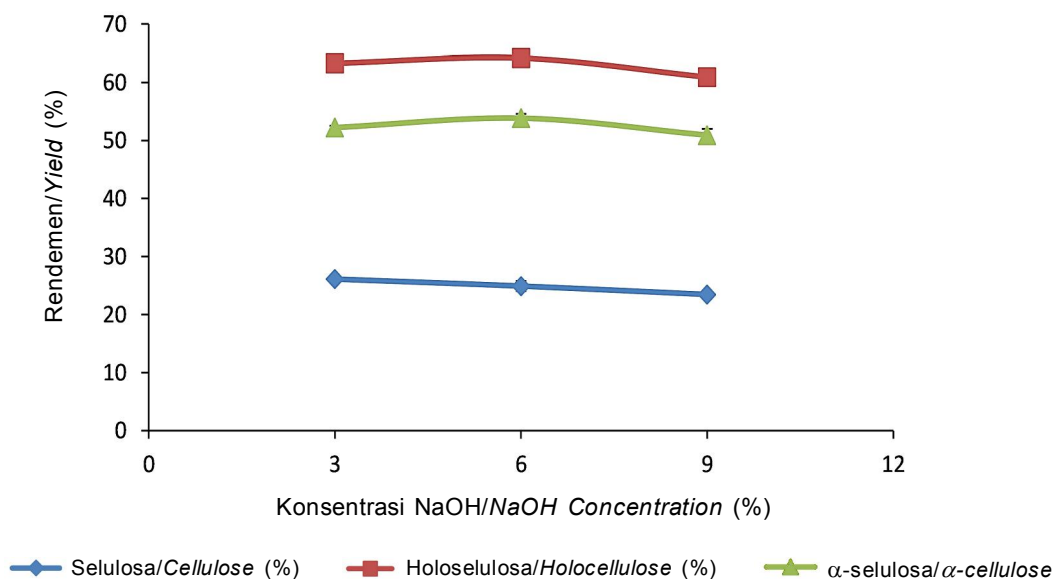
Karakterisasi Selulosa

Rendemen selulosa, kadar holoselulosa, dan α -selulosa

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rendemen selulosa tertinggi diperoleh dari perlakuan *pulping* dengan larutan NaOH 3% yaitu sebesar 26,12%,

Tabel 1. Karakteristik limbah pengolahan agar sebelum dan sesudah preparasi
 Table 1. The characteristics of agar waste before and after preparation

Parameter/ Parameter	Sebelum Preparasi/ Before Preparation	Setelah Preparasi/ After Preparation
Kadar air/Moisture content (%)	12.61	12.15
Kadar abu/Ash content (%)	8.76	7.07
Total Selulosa/Total cellulose (%)	77.34	72.02



Gambar 2. Rendemen selulosa, kadar holoselulosa, dan α -selulosa dari limbah pengolahan agar pada perlakuan NaOH.

Figure 2. Yield of cellulose, holocellulose and α -cellulose content from agar processing waste in NaOH treatment.

sedangkan rendemen terendah sebesar 23,47% diperoleh pada perlakuan *pulping* dengan larutan NaOH 9% (Gambar 2).

Pengamatan terhadap selulosa meliputi kadar holoselulosa dan α -selulosa. Holoselulosa merupakan fraksi total dari polisakarida penyusun dinding sel tumbuhan yang terdiri atas selulosa dan hemiselulosa. Kadar holoselulosa dan α -selulosa tertinggi diperoleh pada perlakuan *pulping* dengan larutan NaOH 6% dengan nilai berturut-turut sebesar 63,3 dan 53,33%, dan terendah pada perlakuan *pulping* dengan larutan NaOH 9% dengan nilai berturut-turut sebesar 60,92 dan 50,93%. Dengan demikian, selulosa dengan perlakuan NaOH 6% ini yang selanjutnya digunakan sebagai bahan untuk sintesis selulosa asetat.

Rendemen selulosa ditentukan juga oleh jenis tumbuhan sebagai sumber selulosa yang digunakan. Tumbuhan berserat tinggi mengandung selulosa relatif lebih tinggi dibandingkan tumbuhan dengan serat yang lebih rendah. Israel *et al.* (2008) melaporkan bahwa kadar selulosa limbah batang jagung mencapai 60%, sedangkan pada limbah batang pisang hanya sekitar 37,5%. Selama perlakuan alkali, kation Na^+ dapat memasuki pori terkecil selulosa dan berpindah ke dalam struktur selulosa, sehingga mempengaruhi kristalinitas selulosa dan mempermudah terjadinya reaksi. Penggunaan alkali kuat dapat mengubah monosakarida maupun gugus-gugus ujung dalam polisakarida menjadi berbagai asam karboksilat. Pada

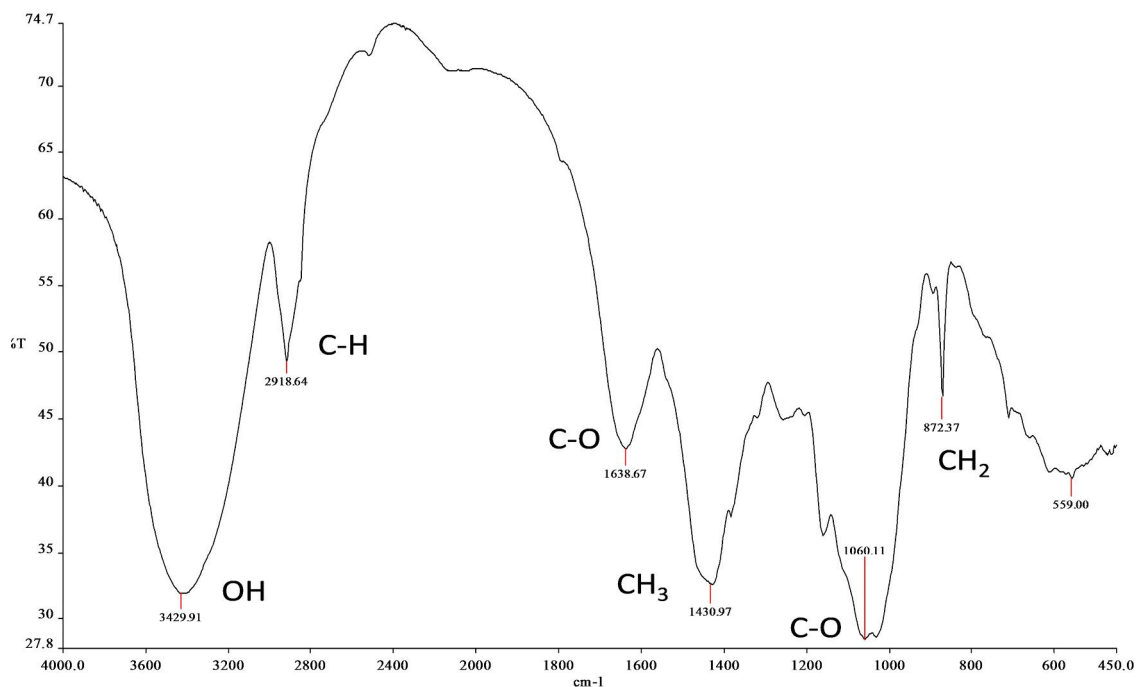
tahapan tersebut, polisakarida dengan ikatan 1,4 glikosida dan hemiselulosa akan terdegradasi dengan mekanisme pemutusan ikatan dari ujung ke ujung. Bagian rantai selulosa yang tersisa dari proses ini adalah senyawa yang disebut α -selulosa (Clayden *et al.*, 2012).

Bahmid *et al.* (2013) menyatakan bahwa selulosa dengan tingkat kemurnian yang tinggi dapat menghasilkan selulosa asetat dengan kualitas yang baik. Tingkat kemurnian selulosa ditunjukkan dengan tingginya nilai α -selulosa dan adanya puncak khas pada spektrum IR selulosa. Gugus fungsi utama pada selulosa murni adalah gugus hidroksi (OH), karena selulosa merupakan rantai panjang dari β glukosa. Serapan gugus OH pada spektrum selulosa muncul pada daerah serapan antara $3500\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$. Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa spektrum selulosa sebelum proses asetilasi memiliki gugus fungsi OH ulur yang muncul pada sekitar $3429,91\text{ cm}^{-1}$ (Gambar 3).

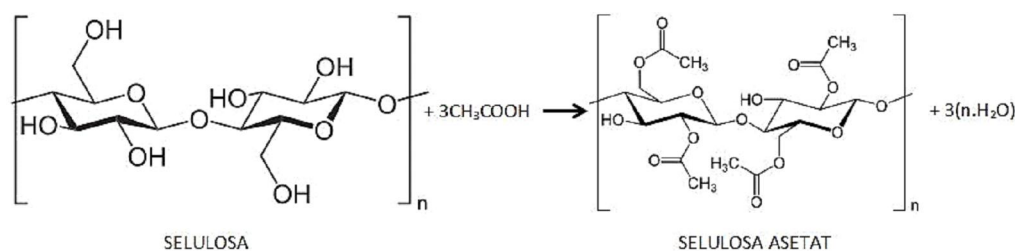
Karakterisasi Selulosa Asetat

Rendemen selulosa asetat

Asetilasi merupakan tahapan penting dalam proses pembuatan selulosa asetat yang melibatkan penggunaan larutan asam asetat anhidrida dan katalis berupa asam sulfat. Asam asetat anhidrida akan terprotonasi dengan adanya asam sulfat menghasilkan



Gambar 3. Spekretrum FTIR selulosa dari limbah pengolahan agar.
Figure 3. FTIR spectrum of cellulose from agar processing waste.



Gambar 4. Reaksi sintesis selulosa asetat dari selulosa.
 Gambar 4. Reaction of cellulose acetate synthesis from cellulose.

ion karbonium. Ion karbonium yang terbentuk akan bereaksi dengan selulosa membentuk selulosa asetat (Gambar 4).

Perlakuan asam asetat anhidrida 1:10 dan 1:20 menghasilkan rendemen selulosa asetat yang hampir sama yaitu berturut-turut 26,19 dan 26,49% (Gambar 5), dan menurun pada perlakuan 1:30 yaitu 24,70%. Oleh karena itu berdasarkan nilai rendemen dan efektifitas reaksi, maka rasio 1:10 dapat dipilih sebagai rasio yang optimum. Saat semua gugus OH pada selulosa tergantikan oleh gugus asetil dari asetat anhidrida, maka kelebihan anhidrida asetat akan menghambat reaksi sehingga berpengaruh terhadap menurunnya rendemen selulosa asetat (Keenan, 1984). Selulosa asetat yang dihasilkan dari beberapa limbah pertanian dilaporkan oleh Israel *et al.* (2008). Rendemen selulosa triasetat yang dihasilkan dari selulosa asal limbah batang jagung dan batang pisang masing-masing yaitu sebesar 40,6 dan 38,7%. Beberapa faktor berpengaruh terhadap rendemen selulosa asetat, diantaranya jenis dan kadar air bahan

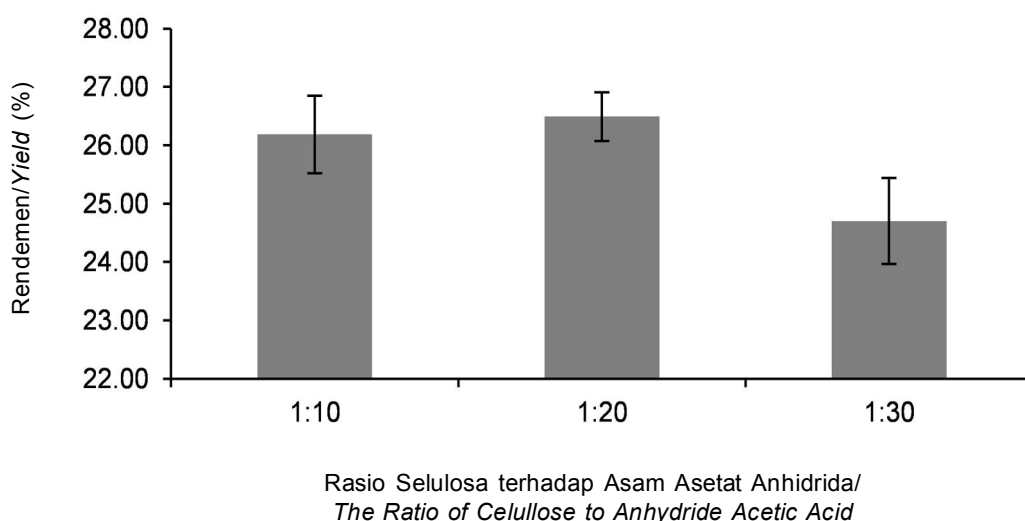
baku yang digunakan, rasio aselulosa:asam asetat, suhu dan waktu proses asetilasi dan lain-lain (Bahmid *et al.*, 2013).

Derajat putih selulosa asetat

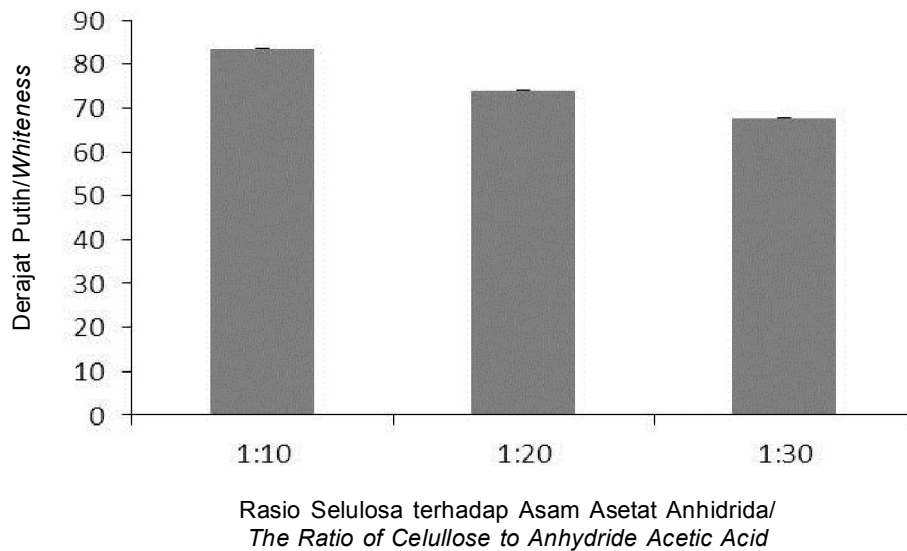
Hasil pengukuran derajat putih terhadap produk selulosa asetat dapat dilihat pada Gambar 6. Perlakuan rasio selulosa terhadap anhidrida asetat sebesar 1:10 menghasilkan warna selulosa asetat yang lebih putih dibanding perlakuan lainnya, yaitu sebesar 83,46%. Warna yang lebih gelap diduga karena kelebihan asam asetat anhidrida dapat mendegradasi lebih lanjut selulosa asetat menghasilkan produk samping yang lebih gelap. Hal ini berkaitan dengan hasil rendemen yang lebih rendah pada perlakuan rasio selulosa:asam asetat anhidrid 1:30.

Gugus fungsi selulosa asetat

Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR menunjukkan adanya puncak serapan gugus karbonil,



Gambar 5. Rendemen selulosa asetat dari limbah pengolahan agar.
 Figure 5. Yield of cellulose acetate from agar processing waste.

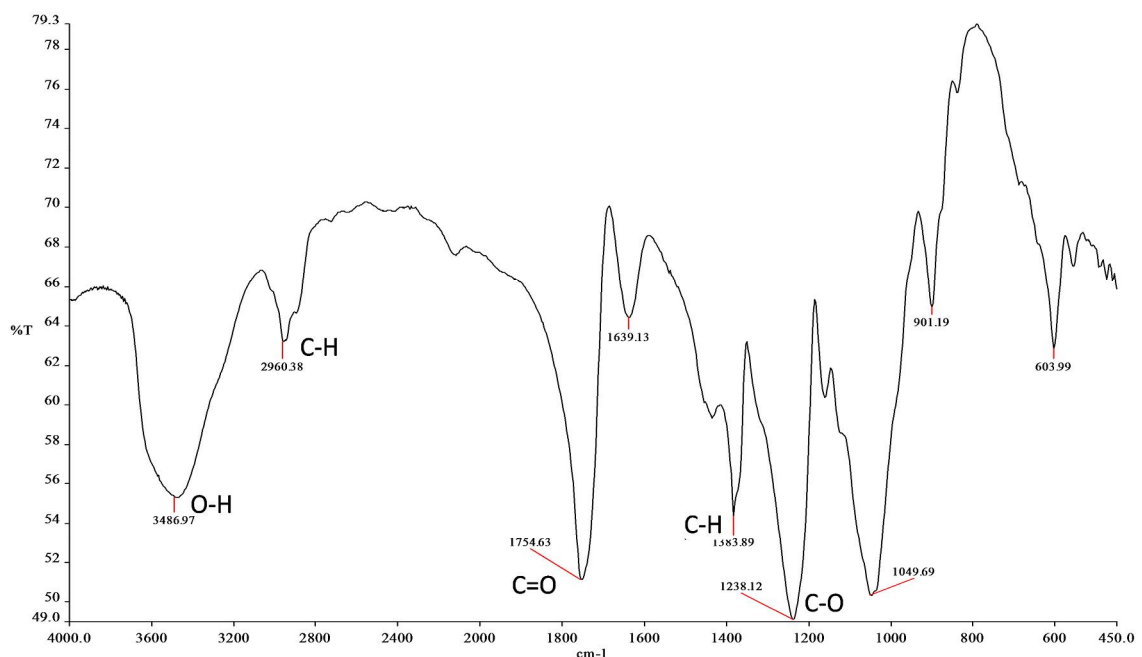


Gambar 6. Derajat putih selulosa asetat dari limbah pengolahan agar.
 Figure 6. The whiteness of cellulose acetate from agar processing waste.

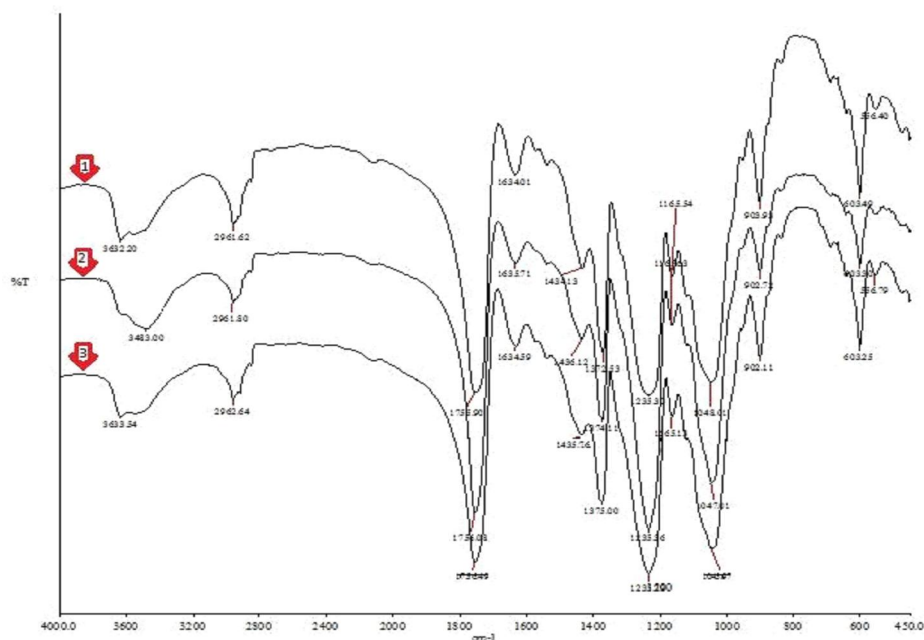
C=O ($1870\text{--}1540\text{ cm}^{-1}$) dan gugus ester C-O dari gugus asetil ($1320\text{--}1210\text{ cm}^{-1}$) masing-masing pada bilangan gelombang 1755 cm^{-1} dan 1235 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan terbentuknya senyawa selulosa asetat dengan adanya puncak yang tajam pada bilangan gelombang 1755 cm^{-1} dan terjadi penurunan intensitas gugus OH akibat tersubstitusi oleh gugus asetil.

Pada Gambar 7 dan 8 dapat dilihat bahwa spektrum FTIR selulosa asetat komersial dan hasil sintesis

terlihat serupa, hanya saja gugus OH pada bilangan gelombang $3486,97\text{ cm}^{-1}$ dari selulosa asetat komersial memiliki serapan yang lebih tinggi dibandingkan selulosa asetat hasil sintesis. Spektrum FTIR selulosa pada Gambar 4 jika dibandingkan dengan selulosa asetat pada Gambar 8 maka akan terlihat bahwa gugus OH pada bilangan gelombang $3486,97\text{ cm}^{-1}$ dari selulosa digantikan dengan gugus asetil, sehingga intensitas puncak serapan gugus



Gambar 7. Spektrum FTIR selulosa asetat komersial.
 Figure 7. FTIR Spectrum of commercial cellulose acetate.



Keterangan/Note: 1 = rasio selulosa : asam asetat anhidrida = 1:10
 2 = rasio selulosa : asam asetat anhidrida = 1:20
 3 = rasio selulosa : asam asetat anhidrida = 1:30

Gambar 8. Spektrum IR selulosa asetat dari limbah pengolahan agar.
 Figure 8. IR Spectrum of cellulose acetate from agar processing waste.

Tabel 3. Spektrum FTIR selulosa asetat dari limbah pengolahan agar
 Table 3. FTIR Spectrum of cellulose acetate from agar processing waste

Bilangan Gelombang/Wave Number of (cm ⁻¹)				
Selulosa Asetat Komersial/Commercial Cellulose Acetate	Selulosa Asetat Hasil Sintesis/ Cellulose Acetate Synthetic Product			Gugus Fungsi/ Functional Group
	1:10	1:20	1:30	
3486.97	3632.20	3483.00	3633.54	O–H ulur/stretch
2960.38	2961.62	2961.80	2962.64	C–H ulur/stretch
1754.63	1755.90	1756.08	1756.49	C=O ulur/stretch
1383.89	1372.53	1374.11	1375.00	C–H tekuk/bend
1238.12	1235.30	1235.36	1235.29	C–O asetil/acetyl
1049.69	1048.01	1047.01	1046.97	C–O ulur/stretch

hidroksil menurun sementara intensitas puncak serapan gugus asetil meningkat. Puncak serapan khas dari selulosa asetat komersial maupun hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 3.

Kadar asetil selulosa asetat

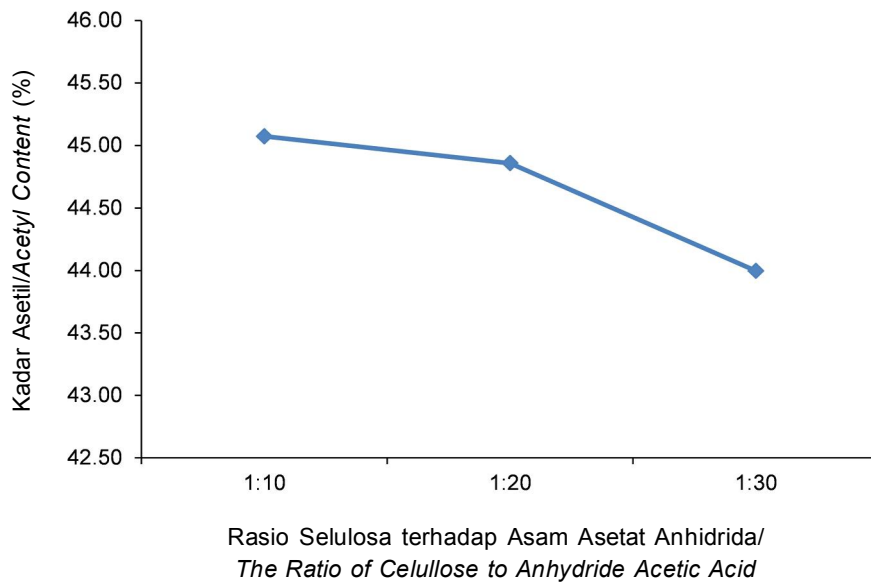
Penentuan kadar asetil bertujuan untuk mengetahui jenis selulosa asetat yang terbentuk, apakah termasuk mono, di, atau triasetat (Cao *et al.*,

2010). Penentuan kadar asetil ini didasarkan pada reaksi saponifikasi, yaitu reaksi antara basa dengan ester asetat membentuk sabun dan asam asetat. Penentuan kandungan asam asetat bebas melalui titrasi dengan NaOH. Pada reaksi saponifikasi digunakan etanol sebagai *swelling agent* untuk membantu proses saponifikasi (Fessenden & Fessenden, 1995). Menurut Fengel dan Wegener (1984), jika kadar asetil lebih kecil dari 35% digolongkan sebagai selulosa monoasetat, jika antara

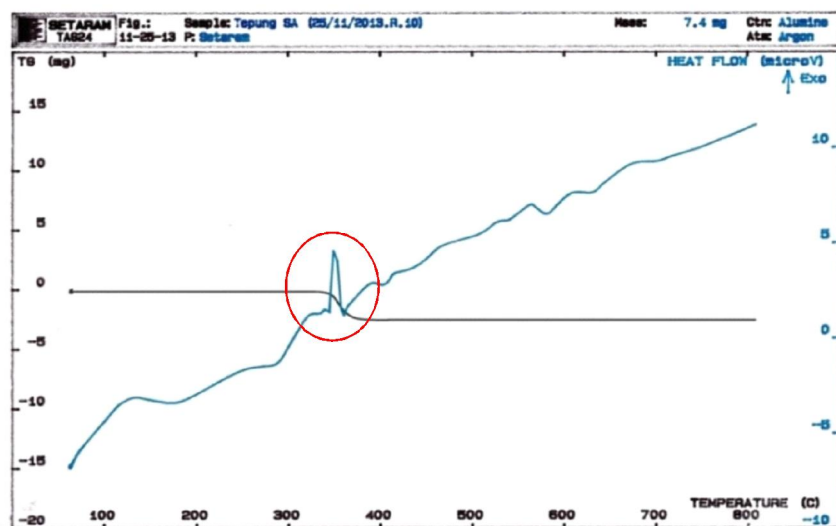
35–43,5% digolongkan sebagai selulosa diasetat, dan jika diatas 43,5% digolongkan sebagai selulosa triasetat. Hasil penelitian menunjukkan bahwa selulosa asetat pada semua perlakuan memiliki kadar asetil $\geq 43,5\%$. Dengan demikian selulosa asetat yang dihasilkan merupakan selulosa triasetat. Kadar asetil tertinggi diperoleh pada perlakuan rasio selulosa : anhidrida asetat 1:10, yaitu sebesar 45,07%. Pada Gambar 9 dapat dilihat bahwa kadar asetil semakin menurun seiring bertambahnya volume asam asetat anhidrida.

Kelarutan selulosa asetat

Kelarutan selulosa asetat berhubungan dengan kadar asetilnya. Berdasarkan hasil pengujian, selulosa asetat dari semua perlakuan, dengan kadar asetil 44,00–45,07% memberikan kelarutan yang sempurna dalam diklorometan. Sementara itu dalam pelarut aseton, selulosa asetat sukar larut walaupun sudah dilakukan pengadukan terus menerus. Hal ini sesuai dengan pernyataan Smurlin (1954) bahwa selulosa asetat dengan kandungan asetil antara 36,5–42,2%



Gambar 9. Kadar asetil selulosa asetat dari limbah pengolahan agar.
Figure 9. Acetyl content of cellulose acetate from agar processing waste.



Gambar 10. Termogram TGA selulosa asetat dari limbah pengolahan agar.
Figure 10. TGA Termogram of cellulose acetate from agar processing waste.

bersifat mudah larut dalam aseton, sedangkan selulosa asetat dengan kandungan asetil 43% ke atas bersifat mudah larut dalam diklorometan ataupun kloroform.

Analisis termal selulosa asetat

Analisis termal menggunakan *Thermo-Gravimetric Analysis* (TGA) merupakan suatu teknik mengukur laju perubahan massa sampel sebagai fungsi temperatur. Pengukuran ini bertujuan untuk memprediksi kestabilan thermal hingga mencapai suhu 1000 °C berdasarkan komposisi sampel yang diteliti (Coats & Redfern, 1963). Hasil analisis termal selulosa asetat pada perlakuan rasio selulosa : asam anhidrida asetat=1:10 disajikan pada Gambar 10. Pemilihan selulosa asetat dengan perlakuan tersebut didasari oleh tingginya nilai derajat putih dan nilai rendemen yang hampir serupa dengan perlakuan rasio:asam anhidrida asetat=1:20. Hasil analisis TGA memperlihatkan temperatur degradasi untuk selulosa asetat yang diperoleh yaitu sekitar 350 °C. Temperatur tersebut menunjukkan bahwa selulosa asetat memiliki kestabilan termal hingga suhu 350 °C dan mengalami degradasi pada suhu yang lebih tinggi.

KESIMPULAN

Konsentrasi NaOH terbaik untuk isolasi selulosa dari limbah pengolahan agar adalah 6%. Perlakuan ini menghasilkan kadar α -selulosa 53,33%.

Perlakuan terbaik sintesis selulosa asetat diperoleh pada rasio selulosa dengan asam asetat anhidrida 1:10 (b/v). Selulosa asetat yang dihasilkan memiliki nilai derajat putih 83,46%, lebih putih dari perlakuan lainnya dan memiliki kadar asetil \geq 43,5%, sehingga termasuk selulosa triasetat. Terbentuknya selulosa asetat ditunjukkan dengan hasil identifikasi FTIR berupa adanya serapan gugus karbonil (C=O) dan gugus (C-O) ester masing-masing pada bilangan gelombang 1755 cm^{-1} dan 1235 cm^{-1} . Selulosa asetat yang terbentuk bersifat larut dalam diklorometan, tidak larut dalam aseton, dan akan terdegradasi pada temperatur di atas 350 °C.

DAFTAR PUSTAKA

Coats, A.W. & Redfern, J.P. (1963). Thermogravimetric Analysis: A Review. *Analyst*. 88: 906–924.
 [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (1991). *Selulosa Asetat. SNI 06-2115-1991*. Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.
 [BSN] Badan Standardisasi Nasional. (2009). *Cara Uji Kadar Selulosa Alfa, Beta, Gamma. SNI 0444:2009*. Badan Standardisasi Nasional. Jakarta.

Bahmid, N.A., Syamsu, K., & Maddu, A. (2013). Production of cellulose acetate from oil palm empty fruit bunches cellulose. *Chemical and Process Engineering Research*. 17: 12–20.
 Cao, Y., Zhang, J., He, J., Li, H., & Zhang, Y. (2010). Homogeneous acetylation of cellulose at relatively high concentrations in an ionic liquid. *Chinese Journal of Chemical Engineering*. 18(3): 515–522.
 Cetin, E.O., Buduneli, N., Atlihan, E., & Kirilmaz, L. (2004). In vitro studies on controlled-release cellulose acetate films for local delivery of chlorhexidine, indomethacin, and meloxicam. *Journal of Clinical Periodontology*. 31(12): 1117–1121.
 Cheng, H.N., Dowd, M.K., Selling, G.W., & Biswas, A. (2010). Synthesis of cellulose acetate from cotton byproducts. *Carbohydrate Polymers*. 80(2): 449–452.
 Choi, J., Yamamoto, K., Fukushi, K., & Dockko, S. (2002). A novel application of a submerged nanofiltration membrane bioreactor (NF MBR) for wastewater treatment. *Desalination*. 146: 413–420.
 Clayden, J., Greeves, N., & Warren, S. (2012). *Organic Chemistry*. Oxford University Press. pp. 1–15
 Coats, A.W. & Redfern, J.P. (1963). Thermogravimetric analysis. A review. *Analyst*. 88: 906–924. DOI: 10.1039/AN9638800906
 DSN. (1989). SNI 01-1303-1989. *Cara Uji Kadar Holoselulosa dalam Kayu*. Dewan Standardisasi Nasional. Jakarta.
 Edgar, K.J., Buchanan, C.M., Debenham, J.S., Rundquist, P.A., Seiler, B.D., Shelton, M.C., & Tindall, D. (2001). Advances in cellulose ester performance and application. *Progress in Polymer Science*. 26(9): 1605–1688.
 Fan, G., Wang, M., Liao, C., Fang, T., Li, J., & Zhou, R. (2013). Isolation of cellulose from rice straw and its conversion into cellulose acetate catalyzed by phosphotungstic acid. *Carbohydrate Polymers*. 94(1): 71–76.
 Fengel, D. and Wegener, G. (1984). *Wood—Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. Berlin and New York. 613 pp.
 Fessenden, R.J. dan Fessenden, J.S. (1995). Kimia Organik. In Pudjaatmaka, A.H. (ed.). edisi 3, jilid 2, Penerbit Erlangga, Jakarta.
 Fischer, S., Thummler, K., Volkert, B., Hettrich, K., Schmidt, I., & Fischer, K. (2008). *Properties and Applications of Cellulose Acetate. Macromolecular Symposia*. 262(1): 89–96.
 Gemili, S., Yemeniciog, A. & Altinkaya, S.A. (2010). Development of antioxidant food packaging materials with controlled release properties. *J. of Food Engineering*. 96: 325–332. doi:10.1016/j.jfoodeng.2009.08.020
 Gill, A., Lillie, G., Farace, G., & Vadgama, P. (2005). Biocompatible interfaces for biosensors. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*. 85: 699–725.
 Guilminot, E., Fischer, F., Chatenet, M., & Rigacci, A. (2007). Use of cellulose-based carbon aerogels as catalyst support for PEM fuel cell electrodes:

- Electrochemical characterization. *Journal of Power Sources*. 166: 104–111.
- Idris, A., & Yet, L.K. (2006). The effect of different molecular weight PEG additives on cellulose acetate symmetric dialysis membrane performance. *Journal of Membrane Science*. 280: 920–927.
- Israel, A.U., Obot, I.B., & Asuquo, J.E. (2008). Production of cellulosic polymers from agricultural wastes 85 35.70, 52.00 and 38.70% respectively. *E-Journal of Chemistry*. 5(1): 81–85.
- Keenan, C.W. (1984). *Kimia untuk Universitas*. Erlangga, Jakarta.
- Kosaka, P.M., Kawano, Y., Salvadori, M.C., & Petri, D.F.S. (2005). Characterization of ultrathin films of cellulose esters. *Cellulose*. 12: 351–359.
- Meireles, S., Rodrigues, G., Fernandes, M.Jr.F., Alves, D., Maria, R., & Zeni, M. (2010). Characterization of asymmetric membranes of cellulose acetate from biomass: Newspaper and mango seed. *Carbohydrate Polymers*. 80(3): 954–961.
- Morti, S., Shao, J., & Zydny, A.L. (2003). Importance of asymmetric structure in determining mass transport characteristics of hollow fiber hemodialyzers. *Journal of Membrane Science*. 224: 39–49.
- Robertson, R.M., Thomas, W.C., Suthar, J.N., & Brown, D.M. (2012). Accelerated degradation of cellulose acetate cigarette filters using controlled-release acid catalysis. *Green Chemistry*. 14(8): 2266–2272.
- Rodrigues, G., Santos, D., Meireles, S., Maria, R., & Assunc, N.De. (2008). Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper. *Carbohydrate Polymers*. 73: 74–82.
- Smurlin, O. 1954. *Cellulose and Cellulose Derivatives*. 2nded., Interscience Publisher, Inc. New York.
- Wibowo, C.A., Misra, M., Park, H.-M., Drzal, L.T., Schalek, R., & Mohanty, A.K. (2006). Biodegradable nanocomposites from cellulose acetate: Mechanical, morphological, and thermal properties. *Composites Part A – Applied Science and Manufacturing*. 37(9): 1428–1433.
- Widyaningsih, S. & Radiman, C.L. (2007). Pembuatan selulosa asetat dari pulp kenaf (*Hibiscus cannabinus*). *Jurnal Molekul*. 2(1): 13–16.