

EKSTRAKSI SELULOSA DARI LIMBAH PEMBUATAN KARAGINAN

Diini Fithriani, Rodiah Nurbayasari, Bakti Berlyanto Sedayu¹⁾

ABSTRAK

Penelitian pemanfaatan limbah padat karaginan sebagai bahan baku selulosa telah dilakukan untuk mencari bahan baku alternatif pembuatan selulosa. Percobaan dilakukan dengan alkalinasi limbah karaginan menggunakan larutan NaOH dan pemucatan menggunakan larutan H₂O₂. Alkalinasi dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan NaOH 20; 30; 40% dan pemucatan dengan larutan H₂O₂ 2; 4 dan 6%. Perbandingan antara limbah dan larutan NaOH adalah 1 : 12 (b/v) dan perbandingan antara limbah dan larutan H₂O₂ adalah 1 : 30 (b/v). Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa perlakuan terbaik adalah alkalinasi menggunakan NaOH 20% dan H₂O₂ 6% yang menghasilkan alfa selulosa 71,38%; kadar air 10,4% dan kadar abu 10,69% dengan nilai derajat putih 17,8% .

ABSTRACT: *Extraction of cellulose from carrageenan solid waste. By: Diini Fithriani, Rodiah Nurbayasari and Bakti Berlyanto Sedayu*

Studies on the utilization of solid waste obtained from carrageenan processing waste for cellulose production has been conducted. Cellulose production was carried out by alkalination of the solid waste using NaOH solution and bleaching using H₂O₂ solution. Alkalination was carried out by adding NaOH at concentrations of 20; 30; 40% while bleaching was done by adding H₂O₂ at concentrations of 2; 4 and 6%. The ratio between the waste and NaOH solution was 1:12 (w/v) and ratio between the waste and H₂O₂ solution was 1:30 (w/v). Results showed that the best treatment was alkalination using 20% NaOH and bleaching using 6% H₂O₂ producing 71.38% alpha cellulose with water content of 10.4%, ash content of 10.69% and degree of whiteness of 17.8% respectively.

KEYWORDS: *waste, carrageenan, alpha cellulose, cellulose*

PENDAHULUAN

Karaginan merupakan senyawa hidrokoloid yang diperoleh dari rumput laut *Eucheima* sp. Produk akhirnya berbentuk bubuk kering dengan warna putih kekuningan, tidak berbau, dan tidak berasa. Ekstraksi karaginan dari rumput laut pada prinsipnya adalah perebusan rumput laut dalam larutan alkali, penyaringan, penjendalan, pengepresan dan penjendalan kembali. Limbah hasil ekstraksi rumput laut terdiri dari dua bentuk yaitu padat dan cair. Proporsi limbah dalam proses pengolahan karaginan berkisar antara 65–70%. Mengingat limbah industri rumput laut masih mengandung serat relatif tinggi maka dilakukan penelitian ekstraksi selulosa dari limbah pembuatan karaginan sebagai penelitian pendahuluan. Selulosa yang dihasilkan diharapkan dapat dimanfaatkan sebagai karboksimetil selulosa pada penelitian selanjutnya.

Selulosa merupakan bahan alam yang dapat diperbaharui dan kegunaannya sangat luas. Hal ini dimungkinkan karena selulosa banyak digunakan untuk pembuatan kertas dan derivat selulosa dapat menghasilkan produk dengan sifat-sifat yang beragam. Penggunaan selulosa sangat luas mulai dari bidang

industri film transparan, film fotografi, sinar x, plastik *biodegradable* sampai untuk membran yang digunakan di berbagai bidang industri (Kentjana *et al.*, 2002).

Dalam produksi selulosa digunakan larutan NaOH pada proses pemurniannya. Fungsi dari NaOH adalah untuk melarutkan lignin dan senyawa organik lain yang terdapat pada limbah sehingga sewaktu pemasakan akan larut dan terpisah dari serat. Komponen-komponen penyusun tanaman selain selulosa adalah hemiselulosa, lignin, dan bahan-bahan ekstraktif. Hemiselulosa mengisi ruang dalam dinding sel dan lebih mudah larut dalam air. Karena itu hemiselulosa umumnya dapat dihilangkan selama proses pembuatan selulosa. Lignin membuat serat selulosa *rigid*, untuk itu diperlukan proses pelarutan yang sangat tepat agar tidak menimbulkan kerusakan serat secara signifikan (Hermawan, 1996).

Selain itu dalam proses produksi selulosa diperlukan proses pemucatan yang diantaranya dapat menggunakan hidrogen peroksida. Bahan pemutih selain hidrogen peroksida yang dapat digunakan adalah klorin, ozon, klorin dioksida dan oksigen (Blum, 1996). Pada penelitian ini untuk memperbaiki

¹⁾ Peneliti pada Balai Besar Riset Pengolahan Produk dan Bioteknologi Kelautan dan Perikanan

warna produk digunakan hidrogen peroksida. Hidrogen peroksida merupakan agen pemutih yang bersifat oksidatif. Bahan kimia pengoksidasi dapat mendegradasi lignin atau menghilangkan warna dari bubur kayu yang menjadi lebih gelap selama proses alkalinasi. Proses pemucatan dapat menghilangkan lignin yang tertinggal dalam serat selulosa setelah proses alkalinasi. Hidrogen peroksida memiliki potensi oksidasi yang cukup rendah, hal ini menunjukkan hidrogen peroksida memiliki derajat selektifitas yang tinggi. Telah dibuktikan bahwa pada kondisi pemucatan yang normal, hanya sedikit degradasi selulosa yang terjadi. Karena alasan tersebut maka reagen ini (H_2O_2) banyak digunakan karena dapat memutihkan selulosa tanpa menurunkan rendemen yang dihasilkan (Hatch, 1979).

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan baku yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah limbah karaginan kering, NaOH, hidrogen peroksida, serta bahan-bahan kimia untuk analisis. Limbah karaginan kering diperoleh dari limbah padat hasil ekstraksi *E. cottonii* untuk pembuatan karaginan yang dikeringkan dengan cara dijemur di bawah sinar matahari hingga mencapai kadar air 10–15%.

Metode

Pada penelitian ini dilakukan pemisahan selulosa dari limbah kering karaginan dengan memvariasikan konsentrasi NaOH dan H_2O_2 yang digunakan. Variasi NaOH dan H_2O_2 dapat dilihat pada Tabel 1.

Metode yang digunakan dalam ekstraksi selulosa merupakan modifikasi dari proses *craft pulping* (Saunders, 1976) sedangkan penentuan konsentrasi

NaOH 20, 30, 40% dan H_2O_2 2, 4, 6% merupakan nilai yang diperoleh dari penelitian sebelumnya.

Tahapan proses pembuatan selulosa adalah penghilangan bahan pengotor dari limbah, alkalinasi, pencucian, penyaringan, pemucatan, penetralan dan pengeringan. Diagram alir proses ekstraksi selulosa dengan basis 20 g limbah karaginan kering sebagai bahan baku dapat dilihat pada Gambar 1.

Rancangan percobaan untuk penelitian ini adalah rancangan acak lengkap dengan 2 kali ulangan. Terhadap data yang diperoleh dilakukan analisis sidik ragam (anova) dan apabila berbeda nyata dilakukan uji lanjut *Duncan* pada $\alpha=0,05$ (Steel & Torrie, 1989) Selanjutnya dihitung total produk selulosa yang dilanjutkan dengan pengujian kadar air (AOAC, 1980), kadar abu (AOAC, 1980), derajat putih (menggunakan alat *multipurpose reflektometer*) dan kadar alfa selulosa (DSN, 1995).

HASIL DAN BAHASAN

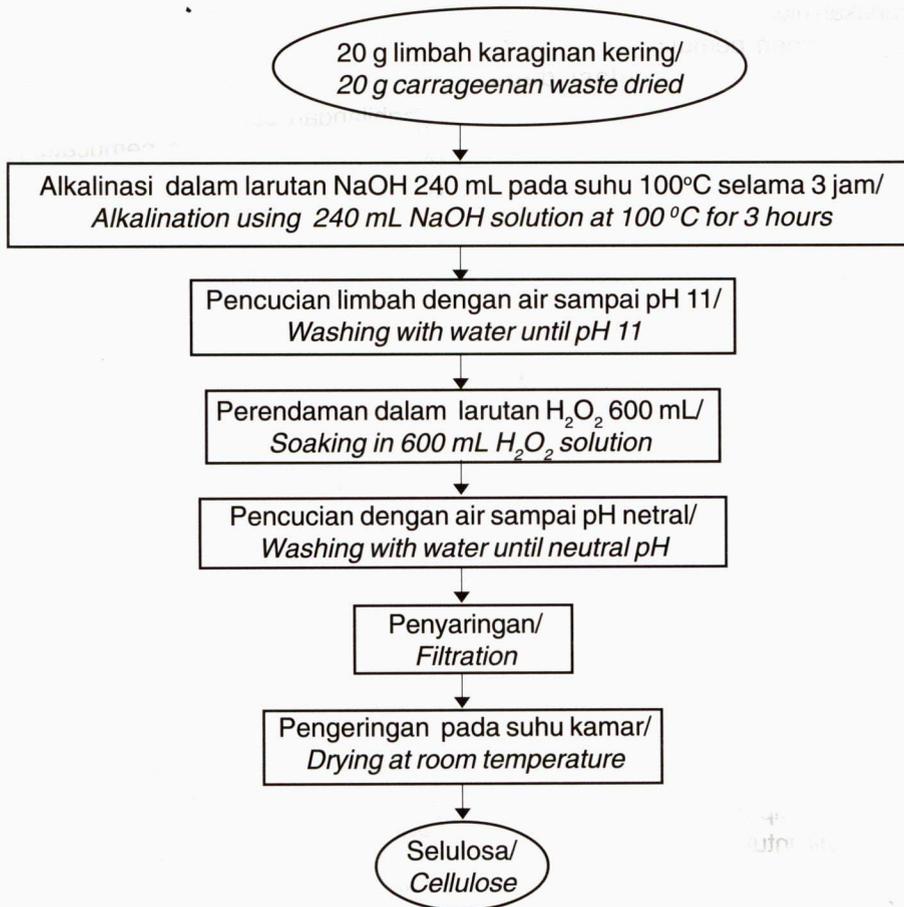
Kadar Air

Dari percobaan yang dilakukan diperoleh hasil bahwa kadar air selulosa berkisar antara 10,34–19,8% (Gambar 2). Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa perlakuan 2, 3, 5 dan 6 tidak berbeda nyata dengan perlakuan 1, 4, 7 dan 9 namun berbeda nyata dengan perlakuan 8, sedangkan perlakuan 1, 4, 7 dan 9 tidak berbeda nyata dengan perlakuan 8.

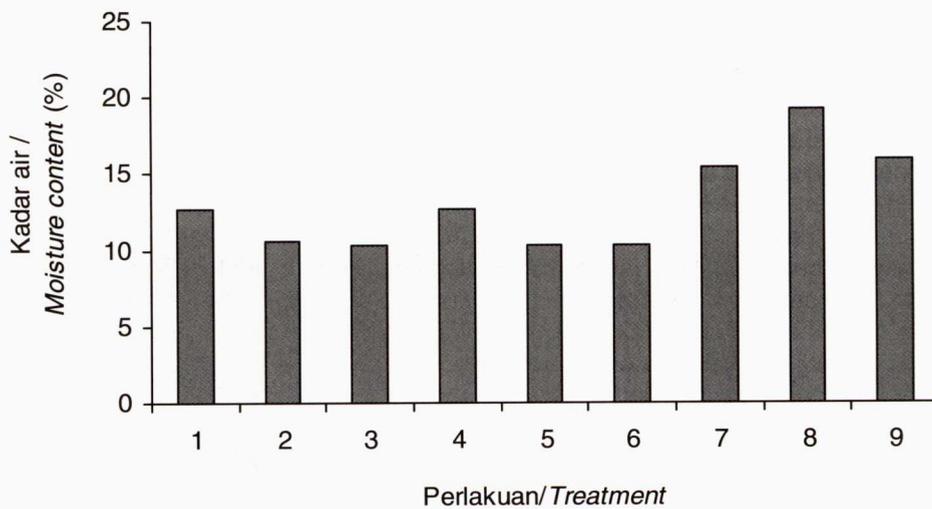
Kadar air selulosa adalah jumlah air yang masih tertinggal di dalam rongga intraseluler antar partikel setelah proses pengeringan. Grup hidroksil bebas dari selulosa dapat menyerap kelembaban dari udara hingga mencapai titik equilibrium yang meningkat seiring dengan meningkatnya kelembaban. Kadar air selulosa juga dipengaruhi oleh kelembaban udara sekelilingnya. Semua struktur selulosa dapat

Tabel 1. Konsentrasi NaOH dan H_2O_2 pada ekstraksi selulosa dari limbah karaginan
 Table 1. NaOH and H_2O_2 concentrations used for cellulose extraction from carageenan waste

Perlakuan / Treatments	NaOH (%)	H_2O_2 (%)
1	20	2
2	20	4
3	20	6
4	30	2
5	30	4
6	30	6
7	40	2
8	40	4
9	40	6



Gambar 1. Diagram alir ekstraksi selulosa.
Figure 1. Flow chart of cellulose extraction process.



Keterangan/Note: 1= NaOH 20% H₂O₂ 2% ; 2= NaOH 20% H₂O₂ 4% ; 3= NaOH 20% H₂O₂ 6%
4= NaOH 30% H₂O₂ 2% ; 5= NaOH 30% H₂O₂ 4% ; 6= NaOH 30% H₂O₂ 6%
7= NaOH 40% H₂O₂ 2% ; 8= NaOH 40% H₂O₂ 4% ; 9= NaOH 40% H₂O₂ 6%

Gambar 2. Kadar air selulosa yang dihasilkan dari berbagai perlakuan.
Figure 2. Moisture content of cellulose produced by various treatments.

menyerap banyak air (sangat higroskopis), tanpa mengubah struktur kristalnya (McKetta, 1986). Molekul air dalam struktur selulosa membuat struktur selulosa mengembang. Meskipun selulosa ini mengembang karena menyerap air, selulosa tidak dapat larut dalam air (Kentjana, 2001).

Kadar air yang diperoleh pada penelitian ini dipengaruhi oleh proses pengeringan yang dilakukan dengan membiarkan pada suhu kamar selama 2–5 hari. Proses pengeringan ini dipilih untuk menghindari reaksi pencoklatan yang umumnya timbul jika selulosa dikeringkan dengan cara dijemur atau dioven. Pengeringan pada suhu kamar ini memiliki kelemahan diantaranya sangat tergantung pada suhu, kelembaban udara dan kecepatan udara yang tidak dapat diatur sehingga proses pengeringan bervariasi. Hal ini tercermin dari standar deviasi yang cukup tinggi terutama pada perlakuan 1 yang mencapai $\pm 4,3\%$.

Dari hasil pengamatan di laboratorium, selulosa yang dialkalinaskan dengan larutan NaOH 40% memiliki struktur yang paling keras dibandingkan dengan perlakuan yang lain terutama perlakuan NaOH 40% H₂O₂ 4%, ini mengakibatkan proses pengeringan memerlukan waktu yang lebih lama dan air yang terperangkap sulit untuk dihilangkan sehingga kadar air pada perlakuan NaOH 40% H₂O₂ 4% cukup tinggi yaitu 19,8% .

Kadar Abu

Dari percobaan yang dilakukan diperoleh hasil bahwa kadar abu selulosa berkisar antara 9,2– 14,83% (Gambar 3).

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang nyata ($p < 0,05$) pada kadar abu produk yang dihasilkan. Hasil analisis statistik lanjutan yaitu uji *Duncan* pada $\alpha = 0,05$ menunjukkan bahwa perlakuan 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 tidak berbeda nyata namun berbeda nyata terhadap perlakuan 7, 8 dan 9.

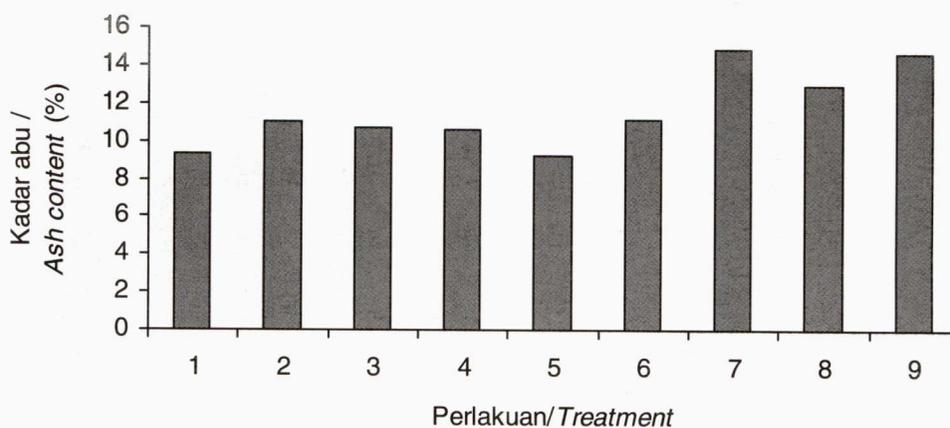
Perlakuan 7, 8 dan 9 tidak berbeda nyata dan memiliki nilai kadar abu yang lebih tinggi dari perlakuan lain. Kadar abu yang tinggi diduga disebabkan karena konsentrasi NaOH yang cukup pekat. Hal ini menyebabkan banyaknya unsur Na⁺ yang berinteraksi dengan selulosa dan membentuk senyawa anorganik yang tidak hilang selama proses pengabuan. Reaksi yang terjadi antara selulosa dan NaOH adalah sebagai berikut :



Derajat Putih

Tabel 2 menunjukkan pengaruh perlakuan terhadap derajat putih produk. Derajat putih tertinggi diperoleh selulosa dengan perlakuan NaOH 40% H₂O₂ 6% dengan nilai derajat putih 19,7% dan derajat putih terendah diperoleh dari perlakuan NaOH 20% H₂O₂ 2% dengan nilai derajat putih 16,5%.

Dari hasil penelitian tampak bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan pada penggunaan H₂O₂ 2, 4 dan 6% pada ketiga perlakuan NaOH. Selulosa yang dihasilkan setelah proses pemucatan secara umum berwarna putih kecoklatan, sebelumnya (setelah ekstraksi oleh NaOH) selulosa berwarna coklat pekat. Pada selulosa yang diekstrak dengan perlakuan NaOH



Keterangan/Note: 1= NaOH 20% H₂O₂ 2%; 2= NaOH 20% H₂O₂ 4%; 3= NaOH 20% H₂O₂ 6%; 4= NaOH 30% H₂O₂ 2%; 5= NaOH 30% H₂O₂ 4%; 6= NaOH 30% H₂O₂ 6%; 7= NaOH 40% H₂O₂ 2%; 8= NaOH 40% H₂O₂ 4%; 9= NaOH 40% H₂O₂ 6%

Gambar 3. Kadar abu selulosa yang dihasilkan dari berbagai perlakuan.
Figure 3. Ash content of cellulose produced by various treatments.

Tabel 2. Derajat putih selulosa yang dihasilkan dari berbagai perlakuan
 Table 2. Degree of whiteness of cellulose produced by various treatments

NaOH	H ₂ O ₂	Derajat Putih/ Degree of whiteness (%)
20	2	16.5
20	4	18.4
20	6	17.8
30	2	14.6
30	4	16.8
30	6	14.4
40	2	17.6
40	4	18.2
40	6	19.7

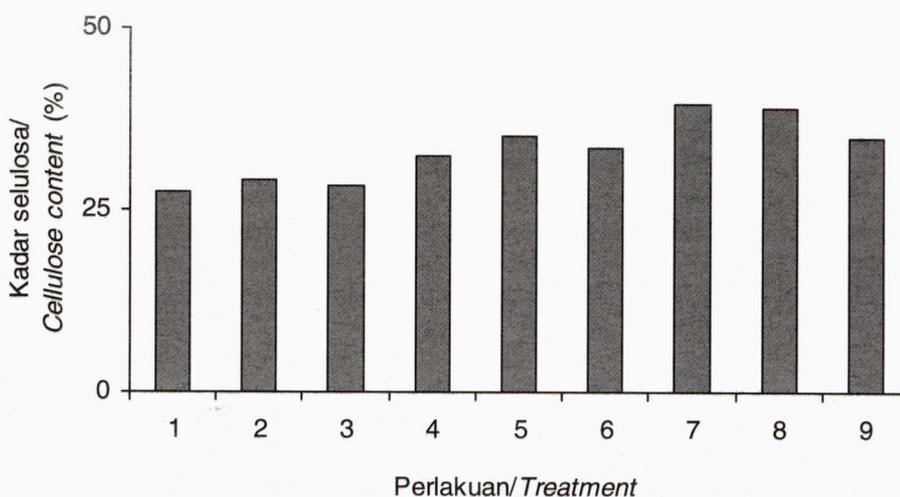
40% H₂O₂ 2% warna yang dihasilkan tidak seragam, masih terdapat warna gelap (coklat tua) seperti warna sebelum pemucatan. Dari hasil pengamatan selama penelitian tampak bahwa pada proses pemasakan dengan NaOH 40%, selulosa yang dihasilkan memiliki struktur yang lebih keras dan lebih tebal dibanding perlakuan lain. Hal ini menyebabkan pada konsentrasi H₂O₂ 2% proses pemucatan hanya menyentuh bagian permukaan saja.

Pada selulosa yang diekstrak dengan perlakuan NaOH 40% dan H₂O₂ 4 dan 6% setelah proses pemucatan dan pengeringan, selain warna putih kecoklatan juga tampak sebagian berwarna

kekuningan. Warna kuning sangat mungkin timbul dalam proses *bleaching* karena NaOH berfungsi untuk mengaktifkan hidrogen peroksida, namun jika kadarnya berlebih akan menghambat reaksi sehingga muncul warna kuning setelah proses *bleaching* selesai (Goplin, 2004).

Kadar Selulosa

Dari percobaan yang dilakukan diperoleh hasil bahwa kadar selulosa berkisar antara 27,38–39,45% (Gambar 4). Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan yang nyata ($p > 0.05$) pada rendemen selulosa yang dihasilkan.



Keterangan/Note: 1= NaOH 20% H₂O₂ 2%; 2= NaOH 20% H₂O₂ 4%; 3= NaOH 20% H₂O₂ 6%
 4= NaOH 30% H₂O₂ 2%; 5= NaOH 30% H₂O₂ 4%; 6= NaOH 30% H₂O₂ 6%
 7= NaOH 40% H₂O₂ 2%; 8= NaOH 40% H₂O₂ 4%; 9= NaOH 40% H₂O₂ 6%

Gambar 4. Kadar selulosa yang dihasilkan dari berbagai perlakuan.
 Figure 4. Cellulose content produced by various treatments.

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi NaOH dari 20% menjadi 30% dan 40% tidak berpengaruh terhadap larutnya lignin dan senyawa pengotor lain. Hal ini dapat disebabkan karena pada konsentrasi NaOH 20% lignin dan senyawa pengotor lainnya sudah dapat dilarutkan, sehingga peningkatan konsentrasi tidak berpengaruh terhadap kadar selulosa yang dihasilkan.

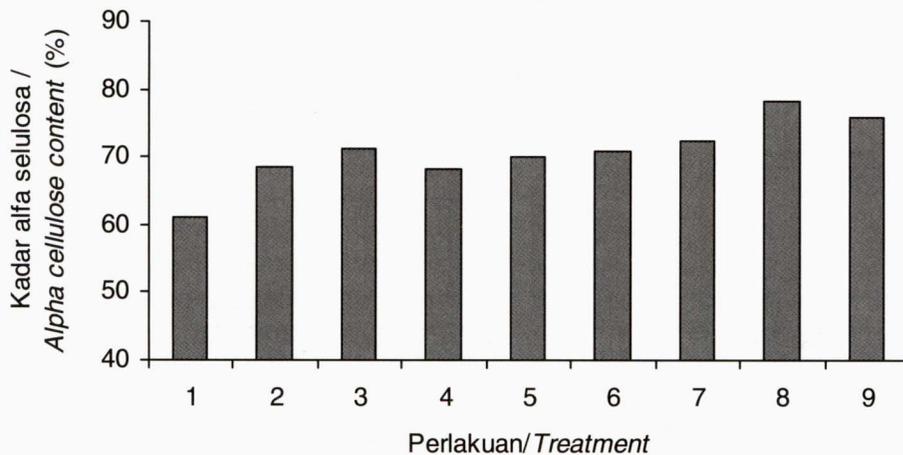
Kadar Alfa Selulosa

Alfa selulosa adalah bagian dari material selulosa yang larut dalam larutan NaOH 17,5% pada suhu 20°C pada kondisi yang spesifik (Anon., 2004). Alfa selulosa adalah selulosa berkualitas tinggi yang tidak mengandung tambahan lain atau pengotor. Dari hasil percobaan diperoleh hasil bahwa kadar alfa selulosa berkisar antara 61,24–78,3%, (Gambar 5).

nya rendah (20 %). Untuk itu perlakuan yang dianggap terbaik adalah NaOH 20% dan H₂O₂ 6% yang menghasilkan alfa selulosa 71,38%; kadar air 10,4%; kadar abu 10,69% dengan nilai derajat putih 17,8%.

KESIMPULAN

Dari limbah karaginan dapat dihasilkan selulosa dengan kadar alfa selulosa yang tinggi yaitu di atas 50%. Dari hasil penelitian ini diketahui bahwa perlakuan terbaik adalah alkalinasi dengan NaOH 20% dan pemucatan dengan H₂O₂ 6% yang menghasilkan alfa selulosa 71,38%; kadar air 10,4% dan kadar abu 10,69% dengan nilai derajat putih 17,8%. Untuk meningkatkan kualitas selulosa yang dihasilkan sebaiknya dilakukan penelitian lebih lanjut agar kadar air yang diperoleh lebih seragam dan proses pemucatan berlangsung sempurna.



Keterangan/Note: 1= NaOH 20% H₂O₂ 2%; 2= NaOH 20% H₂O₂ 4%; 3= NaOH 20% H₂O₂ 6%
4= NaOH 30% H₂O₂ 2%; 5= NaOH 30% H₂O₂ 4%; 6= NaOH 30% H₂O₂ 6%
7= NaOH 40% H₂O₂ 2%; 8= NaOH 40% H₂O₂ 4%; 9= NaOH 40% H₂O₂ 6%

Gambar 5. Kadar alfa selulosa yang dihasilkan dari berbagai perlakuan.
Figure 5. Alpha cellulose content produced by various treatments.

Pada Gambar 5 tampak bahwa dari kesembilan perlakuan, kadar alfa selulosa yang diperoleh relatif tinggi yaitu di atas 50%. Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa terdapat perbedaan yang nyata ($p < 0,05$) pada kadar alfa selulosa produk yang dihasilkan. Hasil analisis statistik lanjutan yaitu uji *Duncan* pada $\alpha = 0,05$ menunjukkan bahwa antar perlakuan 1, 2, dan 4 tidak berbeda nyata namun berbeda nyata dengan perlakuan 3, 5, 6, 7, 8 dan 9. Perlakuan 3, 5, 6, 7, 8 dan 9 memiliki nilai yang lebih tinggi dari perlakuan 1, 2, dan 4. Terlihat bahwa kadar H₂O₂ yang tinggi (4–6%) dapat menghasilkan alfa selulosa yang lebih besar, meskipun kadar NaOH-

DAFTAR PUSTAKA

- AOAC.1980. *Official Methods of Analysis*. 13th ed. Assn Official Analytical Chemist. Washington, DC. 1018 pp.
- Anonim. 2004. Alfa selulosa. <http://palimpset.stanford.edu/don/dt/dt007.html>. Diakses 3 Desember 2004.
- Blum.1996. The production of bleached kraf pulp. <http://www.edf.org/pubs/report/ptf/index.htmls/Cellulose> Diakses 16 Desember 2004.
- Dewan Standarisasi Nasional. 1995. Standar Nasional Indonesia. *Cara Analisis Alfa Selulosa*. 0443-81. Jakarta. p. 1–3

- Goplin, J.P. 2004. Bleaching of high refined cellulose. <http://www.misa.umh.edu/other/bleaching.html>. Diakses 16 Desember 2004.
- Hatch, R.S. 1979. Bleaching and purification of wood cellulose. In: *High Polymer volume V*. New York: Interscience Publisher, INC. 602, 615 pp.
- Hermawan, W. 1996. Proses pembuatan pulp dan kertas di PT. Kertas Basuki Rachmat Banyuwangi. *Laporan Praktek Kerja*. Akademi Teknologi Pulp dan Kertas. Bandung. 51 pp.
- Kentjana, Y.P. 2001. Pemanfaatan rejeik viskosa industri rayon untuk sponge selulosa. *Berita Selulosa Vol XXXVI*. Balai Besar Penelitian dan Industri Selulosa. Bandung. 59 pp.
- Kentjana, Y.P., Setiawan, Y., Endang, R.C.C. dan Casmara. 2002. Penentuan kondisi optimum pembuatan selulosa asetat untuk bahan membran. *Prosiding Seminar Teknologi Selulosa 24 Oktober 2002. Berita Selulosa Vol XXXVII*. Balai Besar Penelitian dan Industri Selulosa. Bandung. p. 66-74.
- McKetta, J.J. 1986. *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*. New York : Marcel Dekker, Inc. p. 42-43.
- Steel R.G.D. and Torrie, J.H. 1989. *Prinsip dan Prosedur Statistika, 2nd ed.* PT. Gramedia, Jakarta. 748 pp.
- Saunders, K.J. 1976. *Organic Polymer Chemistry*. Chapman and Hall, London. 247 pp.