

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SELULOSA ASETAT (CA)

Synthesis and Characterization of Cellulose Acetate (CA)

Fensia Analda Souhoka*, Jolantje Latupeirissa

Department of Chemistry, Faculty of Matematic and Natural Sciences, Pattimura University,
Jl. Ir. Putuhena No. Poka, Ambon 97233 - Indonesia

*Corresponding author, e-mail: fensia@fmipa.unpatti.ac.id

Received: Nov. 2017 Published: Jan. 2018

ABSTRACT

Synthesis and characterization of cellulose acetate (CA) has been conducted. The cellulose used in this study is a commercial α -cellulose in 92% content. All the CA products were analyzed by FTIR spectrometers. Determination of cellulose content was done using standart method of TAPPI T-203, while the determination of the degree of substitution (DS) was based on SNI 0444:2009 method. Conventional acetylation of cellulose was performed using glacial acetic acid, anhydride acetic acid, and sulfuric acid. The acetylation at 25°C for 2.5 hours gave the DS of 1.482 and at 40 °C for 5 hours gave the higher DS 2.295.

Keywords: Acetylation, cellulose, cellulose acetate, degree of substitution

PENDAHULUAN

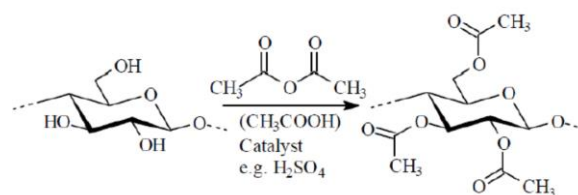
Selulosa merupakan biopolimer alami yang sangat berlimpah di alam. Selulosa merupakan polimer rantai lurus dari ratusan hingga puluhan ribu ikatan glikosida β -(1,4) unit D-glukosa, yang menyebabkan molekul-molekul selulosa membentuk rantai yang saling bersisian, kokoh, dan lurus (Fessenden dan Fessenden, 1999). Selulosa tidak larut dalam air dan pelarut-pelarut umum, karena memiliki ikatan hidrogen yang kuat, baik intramolekul maupun antarmolekul. Sebab itu, telah dilakukan modifikasi struktur selulosa supaya larut dalam air dan pelarut lainnya, sehingga turunannya banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang.

Proses modifikasi selulosa dapat dilakukan dengan cara esterifikasi dan eterifikasi terhadap gugus hidroksil dari selulosa (Kamel *et al.*, 2008). Esterifikasi selulosa dilakukan menggunakan asam asetat, asam nitrat, asam sulfat, dan asam fosfat. Selulosa trinitrat dapat digunakan sebagai *smokeless gunpowder*, sedangkan selulosa asetat umumnya dapat digunakan untuk beberapa jenis film dan bahan pelapis. Selulosa asetat juga dimanfaatkan dalam aplikasi kedokteran, farmakologi, perlakuan limbah, kromatografi, dan tekstil tiruan (Wang *et al.*, 2009).

Selulosa asetat adalah selulosa yang gugus hidroksilnya diganti oleh gugus asetil. Selulosa asetat berbentuk padatan putih, tak beracun, tak

berasa, dan tak berbau (SNI 0444: 2009). Selulosa asetat mempunyai nilai komersial yang tinggi karena memiliki karakteristik fisik dan optik yang baik, sehingga banyak digunakan sebagai serat untuk tekstil, filter rokok, plastik, film fotografi, lak, pelapis kertas, dan membran. Di samping itu, CA mempunyai daya tarik yang tinggi karena sifatnya yang *biodegradable* sehingga ramah lingkungan.

Gaol, dkk. (2013), membuat CA dari tandan kosong kelapa dengan variasi waktu asetilasi, diperoleh waktu maksimum 2,5 jam dengan DS 1,68. Dalam skala industri, CA diproduksi melalui dua cara, yaitu menggunakan asam asetat sebagai agen asetilasi sekaligus pelarut dan asam sulfat sebagai katalis, atau melalui proses metilen klorida yang menggunakan asam asetat anhidrida sebagai agen asetilasi, dan metilen klorida sebagai pelarut, serta asam sulfat sebagai katalis. Reaksi asetilasi selulosa ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1 Reaksi asetilasi selulosa

Pada penelitian ini dilakukan sintesis selulosa asetat melalui reaksi esterifikasi (asetilasi)

α -selulosa dan karakterisasi CA meliputi penentuan kadar air, kadar asetil dan DS, identifikasi gugus fungsi menggunakan spektrometer FTIR, serta sifat kelarutannya dalam pelarut air, alkohol, aseton, dan kloroform. Selulosa asetat hasil sintesis diharapkan dapat diaplikasikan sebagai bahan dasar pembuatan film atau membran pada penelitian selanjutnya.

METODOLOGI

Bahan

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah α -selulosa komersil (Sigma, CAS Number 9004-34-6). Bahan-bahan lain yang digunakan dengan kualitas pro analisis dari Merck, yaitu natrium hidroksida (NaOH), asam asetat (CH_3COOH), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), asam asetat glasial (CH_3COOH), natrium asetat (CH_3COONa), metanol (CH_3OH), asam asetat anhidrida ($(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$), asam sulfat (H_2SO_4), indikator pp, asam klorida (HCl), akuades, aseton ($(\text{CH}_3)_2\text{CO}$), kloroform (CHCl_3), aluminium foil, pH universal, dan kertas saring.

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian antara lain peralatan gelas laboratorium (*pyrex*), *hot plate* (Cimarec 1), pengaduk magnet, cawan porselin, oven (Memert), timbangan analitik (Ohaus), satu set alat titrasi, dan desikator. Instrumentasi kimia yang digunakan adalah spektrometer infra merah (FTIR, Shimadzu Prestige-21).

Prosedur Kerja

Preparasi Sampel

Sebelum sintesis CA dilakukan karakterisasi meliputi penentuan kadar α -selulosa, penentuan kadar air, dan identifikasi gugus fungsi dengan spektrometer FTIR sebagai data awal.

Penentuan kadar α -selulosa

Sebanyak 1,5 g sampel, 50 mL NaOH 7,5% (b/v), dan 300 mL akuades dimasukkan ke dalam beker gelas 500 mL yang telah dilengkapi pengaduk magnet, kemudian diaduk dan didiamkan. Endapan yang terbentuk disaring, ditambahkan 40 mL CH_3COOH 10% (v/v), didiamkan selama 5 menit, dicuci menggunakan 25 mL etanol 96% (v/v), diletakkan dalam cawan porselin dan dikeringkan dalam oven pada

temperatur 105 °C hingga massa konstan. Serbuk selulosa kering ditimbang dan dilakukan perhitungan kadar selulosa menggunakan rumus:

$$\text{Kadar selulosa} = \frac{\text{massa serbuk selulosa kering}}{\text{massa sampel kering}} \times 100\%$$

Penentuan kadar air

Cawan petri kosong dikeringkan selama 1 jam di dalam oven pada suhu 103 °C, kemudian didinginkan dalam desikator, lalu ditimbang beratnya (W1). Setelah itu, ditambahkan 1 g sampel (W2), dikeringkan di dalam oven pada suhu 103 °C selama 2 jam, kemudian didinginkan dalam desikator, setelah itu ditimbang beratnya (W3).

$$\text{Kadar air} = \frac{W2-W3}{W1} \times 100\%$$

Identifikasi gugus fungsi dengan spektrometer FTIR

Sampel yang akan dianalisis dipreparasi dalam bentuk *pellet* KBr dengan perbandingan 1:100 (b/b).

Sintesis CA (Gaol dkk., 2013)

Sebanyak masing-masing 2 g α -selulosa dimasukkan ke dalam labu alas bulat lalu ditambahkan 100 mL asam asetat glasial, kemudian diaduk selama 3 jam. Selanjutnya ditambahkan masing-masing 30 mL asam asetat anhidrit dan 6 tetes asam sulfat pekat, kemudian campuran diaduk (dengan variasi suhu 25 °C; 2,5 jam dan 40 °C; 5 jam). Setelah itu, ditambahkan 4,5 mL akuades dan 10 mL asam asetat glasial sambil diaduk selama 30 menit. Lalu ditambahkan 2 g natrium asetat sambil diaduk selama 5 menit. Campuran dicuci dengan akuades hingga netral, lalu direndam dalam metanol selama 10 menit. Hasil yang diperoleh disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C, kemudian digerus menjadi serbuk. Selanjutnya dilakukan analisis kadar air, kadar asetil dan DS, identifikasi gugus fungsi dengan spektrometer FTIR, serta penentuan kelarutan CA.

Penentuan kadar asetil dan DS

Sebanyak 1 g serbuk CA hasil sintesis dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan ditambahkan dengan 40 mL etanol 75% kemudian dipanaskan dalam penangas air pada

suhu 55 °C selama 30 menit. Selanjutnya Erlenmeyer dikeluarkan dari penangas, kemudian ditambahkan 40 mL NaOH 0,5 N lalu dipanaskan kembali pada suhu 55 °C selama 30 menit. Erlenmeyer ditutup dengan *aluminium foil* dan didiamkan selama 72 jam. Kemudian ditambahkan 2 tetes indikator pp dan dititrasi dengan HCl 0,5 N (dicatat banyaknya HCl yang terpakai). Erlenmeyer ditutup kembali dengan *aluminium foil* dan didiamkan selama 24 jam. Kemudian dititrasi dengan NaOH 0,5 N (dicatat banyaknya NaOH yang terpakai). Perlakuan yang sama untuk blanko namun tanpa penambahan serbuk CA. Kadar asetil dihitung dengan rumus:

$$X = [(D-C)Na + (A-B)Nb] \times (F/W)$$

Sedangkan DS dihitung menggunakan rumus:

$$DS = \frac{162 \times \left(\frac{\% \text{asetil}}{43}\right)}{100 - \left(\frac{42}{43} \times \% \text{asetil}\right)} \times 100\%$$

di mana:

- X = kadar asetil (%)
- A = volume NaOH yang terpakai untuk titrasi sampel (mL)
- B = volume NaOH yang terpakai untuk titrasi blanko (mL)
- C = volume HCl yang terpakai untuk titrasi sampel (mL)
- D = volume HCl yang terpakai untuk titrasi blanko (mL)
- Na = Normalitas HCl
- Nb = Normalitas NaOH
- F = 4,305
- W = Berat sampel

Penentuan kelarutan CA

Sampel CA hasil sintesis dilarutkan dalam beberapa pelarut, yaitu air, alkohol, kloroform, dan aseton kemudian dicatat hasilnya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan kadar α -selulosa dan kadar air

Berdasarkan hasil perhitungan, diperoleh serbuk α -selulosa kering sebanyak 1,38 g dengan kadar selulosa 92%. Kadar air dalam α -selulosa komersil adalah 0,358%. Serbuk α -selulosa ini digunakan untuk sintesis CA dan karakterisasi pada tahapan selanjutnya.

Identifikasi gugus fungsi dengan spektrometer FTIR

Analisis FTIR dilakukan terhadap sampel α -selulosa dan CA hasil sintesis. Spektra yang dihasilkan dianalisis secara kualitatif untuk menginterperasikan gugus fungsi yang terkandung dalam masing-masing sampel.

Analisis dilakukan dengan cara membandingkan spektra yang diperoleh dengan hasil penelitian sebelumnya, seperti disajikan pada Tabel 1. Souhoka (2013), telah melakukan analisis FTIR α -selulosa hasil isolasi dari limbah sagu.

Tabel 1. Perbandingan hasil analisis spektra FTIR α -selulosa dengan yang dilaporkan oleh Souhoka (2013)

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Keterangan
Eksperimen	Souhoka (2013)	
3394-3332	3448	-OH
2887	2931	C _{sp} ³ -H
1658	1635	H-O-H (air terserap)
1433	1427	-CH ₂ -
1336	1373	>CH-
1242	1242	C-O eter
1153	1157	C-O-C eter
1045	1026	C-O alkohol
898	856	Ikatan β -glikosida

Sintesis CA

Serbuk α -selulosa direaksikan dengan asam asetat glasial selama 3 jam. Proses *pretreatment* ini bertujuan untuk melemahkan gaya intramolekul dan intramolekul berupa ikatan hidrogen yang cukup kuat pada rantai lignoselulosa. Pelemahan ikatan hidrogen oleh pelarut asam didasarkan oleh adanya sifat protik hidrofilik dari pelarut yang digunakan. Ion H⁺ bertindak sebagai proton yang akan menyerang ikatan pada struktur selulosa, sehingga melemahkan ikatan hidrogen (Lismeri, 2016).

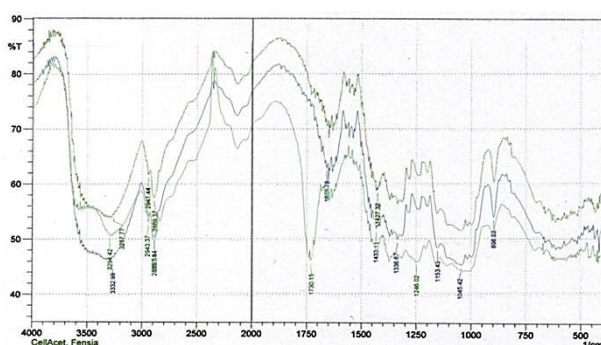
Selanjutnya proses asetilasi dilakukan dengan menggunakan asam asetat anhidrit dan asam sulfat pekat. Pada penelitian ini dilakukan variasi suhu dan waktu reaksi, di mana eksperimen 1 (Suhu 25 °C; 2,5 jam) dan eksperimen 2 (40 °C; 5 jam). Setelah itu, dihidrolisis menggunakan akuades dan asam asetat glasial Campuran dicuci dengan akuades hingga netral, lalu direndam dalam metanol. Hasil yang diperoleh disaring dan dikeringkan, kemudian digerus menjadi serbuk. Diperoleh serbuk putih CA seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. CA hasil sintesis

Salah satu cara analisis kualitatif untuk mengetahui keberhasilan dari reaksi asetilasi adalah dengan mengidentifikasi perubahan gugus fungsi setelah penambahan gugus asetil.

Identifikasi gugus fungsi dengan spektrometer FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektra FTIR selulosa dan CA

Secara garis besar, spektra FTIR CA hasil eksperimen 1 menunjukkan serapan yang sama dengan spektra IR α -selulosa. Hal ini mengindikasikan bahwa reaksi esterifikasi pada proses sintesis belum berjalan dengan baik pada suhu 25 °C selama 2,5 jam. Serapan melebar pada bilangan gelombang 3257-3375 cm^{-1} merupakan karakteristik gugus hidroksi (-OH) dari selulosa yang belum tersubstitusi oleh gugus asetil. Oleh karena itu, dilakukan sintesis CA pada suhu 40 °C selama 5 jam.

Tabel 2 Perbandingan hasil analisis spektra FTIR selulosa hasil isolasi dengan yang dilaporkan oleh Gaol, dkk. (2013)

Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Keterangan
Eksperimen 1	Eksperimen 2	Gaol, dkk. (2013)	
			-OH
3257	3294	3400	C_{sp^3} -
2941	2943	2950	Hasimetrik
2889	2885	2860	C_{sp^3} -H
-	1730	1750	simetrik
1242	1246	1235	C=O ester
			-C-O asetil

Berdasarkan hasil analisis, terlihat perbedaan yang signifikan pada spektra FTIR CA hasil eksperimen 2. Intensitas serapan gugus hidroksi (-OH) menurun sedangkan serapan gugus asetil meningkat. Adanya serapan pada bilangan gelombang 1730 cm^{-1} yang merupakan karakteristik dari gugus karbonil (-C=O) ester. Hal ini menunjukkan bahwa secara kualitatif selulosa telah mengalami reaksi esterifikasi, sehingga produk CA telah terbentuk. Perbandingan hasil analisis spektra FTIR CA hasil sintesis dengan yang dilaporkan oleh Gaol,

dkk. (2013) disajikan pada Tabel 2. Untuk membuktikan telah terjadi reaksi esterifikasi terhadap selulosa secara kuantitatif, dilakukan penentuan kadar asetil dan DS terhadap CA hasil eksperimen 1 dan 2.

Penentuan kadar asetil dan DS

Analisis kadar asetil bertujuan untuk mengetahui jenis selulosa asetat yang dihasilkan termasuk monoasetat, diasetat, atau triasetat. Penentuan kadar asetil didasarkan pada reaksi saponifikasi, yaitu reaksi antara basa dan ester asetat membentuk sabun dan asam asetat (Fessenden dan Fessenden, 1999). Pengaruh kondisi reaksi asetilasi terhadap kadar asetil dan DS CA hasil sintesis disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3 Kadar asetil dan DS selulosa asetat hasil sintesis

No	Suhu ($^{\circ}\text{C}$)	Waktu (jam)	CA (g)	Kadar air (%)	Kadar asetil (%)	DS
1	25	2,5	2,34	93,22	28,413	1,482
2	40	5	1,64	91,11	38,207	2,295

Data di atas menunjukkan bahwa DS CA meningkat dengan bertambahnya waktu dan suhu reaksi, namun jumlah CA yang dihasilkan berkurang. Hal ini disebabkan karena pada suhu yang tinggi mulai terbentuk gel. Kadar asetil berbanding lurus dengan DS. Meningkatnya DS selulosa asetat akan meningkatkan titik lelehnya. Titik leleh dari selulosa asetat adalah 170-240 $^{\circ}\text{C}$.

Selulosa asetat dengan DS 0-2,0 dan kandungan asetil 13-18,6% tergolong dalam selulosa monoasetat, selulosa diasetat memiliki DS 2,0-2,8 dengan kandungan asetil 35-43,5%, sedangkan selulosa triasetat memiliki DS 2,8-3,5 dan kandungan asetil 43,5-44,8%. Berdasarkan nilai DS, maka jenis selulosa yang dihasilkan yaitu monoasetat dan diasetat. Selulosa mono asetat digunakan dalam pembuatan plastik dan cat leker, sedangkan selulosa diasetat dimanfaatkan dalam pembuatan benang dan film fotografi (Fengel dan Wegener, 1995).

Penentuan kelarutan CA

Selulosa asetat hasil sintesis tidak larut dalam air dan kloroform, tapi sedikit larut dalam etanol dan aseton.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Selulosa asetat (CA) dapat disintesis melalui reaksi esterifikasi α -selulosa menggunakan asam asetat glasial, asam asetat anhidrida dan asam sulfat pekat. Diperoleh DS CA 1,482 (suhu 25 °C, waktu 2,5 jam) dan 2,295 (suhu 40 °C, waktu 5 jam).
2. Karakterisasi CA hasil sintesis yaitu kadar air (0,322 dan 0,3111%), kadar asetil (28,413 dan 38,207%), indentifikasi gugus fungsi dengan FTIR diperoleh serapan pada bilangan gelombang 3257-3375 cm^{-1} (-OH), 1730 cm^{-1} C=O (ester), 1242-1246 cm^{-1} (C-O asetil). Selulosa asetat hasil sintesis tidak larut dalam air dan kloroform, tapi sedikit larut dalam etanol dan aseton.

DAFTAR PUSTAKA

- Fessenden, R. J., dan Fessenden, J. S., 1999, *Kimia Organik*, diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, A. H., Jilid 2, edisi ketiga, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Fengel, D. dan Wegener, G., 1995, *Kayu: Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-reaksi*, edisi Indonesia, diterjemahkan oleh Hardjono Sastrohamidjojo, Univeritas Gadjah Mada Press, Yogyakarta.
- Gaol, M. R. L. L., Sitorus, R., Yanthi, S., Surya, I., dan Manurung, R., 2013, Pembuatan Selulosa Asetat dari α -Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit, *Jurnal Teknik Kimia*, USU, 2 (3), 33-39.
- Kamel, S., Ali, N., Jahangir K., Shah, S. M., El-Gendy A. A., 2008, Pharmaceutical significance of cellulose: A review. *Express Polymer Letters*, 2(11), 758-778.
- Lismeri, L., Zari, P. M., Novarani, T., dan Darni, Y., 2016, Sintesis Selulosa Asetat dari Limbah Batang Ubi Kayu. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, 11(2), 82-91.
- Souhoka, F. A., 2013, Metilasi *Green* Selulosa Menggunakan Dimetil Karbonat (DMC) dengan Teknik Sonokimia dan Gelombang Mikro, *Tesis*, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.