

PEMBUATAN SELULOSA ASETAT BERBAHAN DASAR NATA DE SOYA

Adityo Sawong Seto¹⁾, Alvika Meta Sari¹⁾

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik

Universitas Muhammadiyah Jakarta

phika_80@yahoo.com

ABSTRAK. Selulosa asetat umumnya dibuat dengan menggunakan sumber selulosa yang berasal dari kayu dan kapas, penggunaan kayu dan kapas tersebut pun akan semakin meningkat seiring bertambahnya kebutuhan akan selulosa asetat dari tahun ketahun yang kemudian akan dapat menimbulkan gangguan pada kelestarian alam, oleh karena itu diperlukan sumber selulosa lain untuk mengatasi masalah tersebut. Pada penelitian ini kami memanfaatkan limbah produksi tahu sebagai sumber alternatif selulosa dalam pembuatan selulosa asetat. Penelitian ini dilakukan bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan katalis terhadap rendemen dan kadar asetil dari selulosa asetat yang dihasilkan dan mengetahui volume katalis yang optimal untuk menghasilkan selulosa asetat.

Limbah tahu yang tidak dimanfaatkan dijadikan bahan dasar untuk membuat selulosa (nata de soya), nata de soya dibuat dari limbah tahu dengan bantuan bakteri *acetobacter xylinium* yang kemudian dikeringkan dan dihaluskan untuk menghasilkan serbuk selulosa. Serbuk selulosa kemudian direaksikan dengan pereaksi asetilisasi asam asetat anhidrat dengan bantuan katalis H_2SO_4 (p) dan dalam pemanasan $40^\circ C$ yang kemudian menjadi selulosa asetat. Pada penelitian ini dilakukan variasi terhadap volume katalis dengan variasi volume 0,25 ml, 0,5 ml, 0,75 ml, 1 ml, 1,25 ml, dan 1,5 ml untuk mendapatkan jumlah volume yang optimal dalam mendapatkan selulosa asetat.

Dari penelitian yang dilakukan didapat volume katalis yang paling optimal adalah 1ml dengan rendemen sebesar 67,93% dan kadar asetil sebesar 44,42%. Kadar asetil yang terkandung tersebut melebihi standar yang tercantum dalam SNI yaitu 39-40%.

Kata kunci : selulosa asetat, nata de soya, katalis

PENDAHULUAN

Latar Belakang

Tahu merupakan salah satu makanan yang umum dikonsumsi oleh penduduk Indonesia karena harganya yang relatif murah. Tahu dibuat dengan bahan dasar kedelai yang memiliki kandungan protein tinggi, yaitu sebesar 35% atau bahkan mencapai 40- 43% pada varietas unggul. (IPTEKnet 2002).

Setiap 100 kg kedelai akan menghasilkan 1500-2000 liter air limbah. Limbah cair yang dihasilkan mengandung padatan tersuspensi maupun terlarut, akan mengalami perubahan fisika, kimia, dan hayati yang akan menghasilkan zat beracun atau menciptakan media untuk tumbuhnya kuman sehingga air limbah akan berubah warnanya menjadi coklat kehitaman dan berbau busuk.

Pemanfaatan limbah cair produksi tahu diantaranya sebagai bahan pembuatan biogas dan bahan baku pembuatan nata de soya. Akan tetapi sampai saat ini limbah cair produksi tahu tersebut belum dimanfaatkan secara optimal. Oleh karena itu, diperlukan pemanfaatan limbah cair produksi tahu lebih lanjut untuk memperoleh produk yang lebih bernilai dan salah satunya adalah selulosa asetat.

Selulosa yang merupakan bahan baku utama dalam pembuatan selulosa asetat umumnya diperoleh dari kayu dan kapas. Semakin tinggi populasi manusia di bumi, semakin menyempit pula lahan untuk tumbuhan, akibatnya harus dicari alternatif sumber selulosa. Selain tumbuhan selulosa juga dapat dihasilkan oleh bakteri (acetobacter, agrobacterium, rhizobium, sarcina) yang dikenal sebagai selulosa bakterial (krystynowicz & bielecki 2001). Media yang umum digunakan adalah air kelapa, seiring dengan berkembangnya industri nata de coco harga air kelapa menjadi meningkat oleh

karena itu limbah produksi tahu dapat dijadikan alternatif penghasil selulosa bakterial. Produk yang dihasilkan tersebut dinamakan nata de soya.

Nata de soya merupakan suatu selulosa bakterial yang dapat dijadikan sebagai sumber untuk pembuatan selulosa asetat. Proses pembuatan selulosa asetat dari selulosa bakterial telah banyak dilakukan,

diantaranya oleh Safriani (2000), Yulianawati (2002), dan Arifin (2004).

Selulosa asetat banyak digunakan untuk berbagai macam hal, yaitu sebagai bahan untuk pembuatan benang tenun dalam industri tekstil, sebagai filter pada sigaret, bahan untuk lembaran-lembaran plastik, film dan juga cat. Oleh karena itu selulosa asetat merupakan bahan industri yang cukup penting perannya.

Penelitian ini dilakukan sebagai salah satu langkah untuk dapat mengantisipasi dan memberikan alternatif meningkatnya kebutuhan sumber selulosa yang selama ini berasal dari kayu dan kapas. Dengan memanfaatkan limbah tahu ini diharapkan dapat menjadi salah satu solusi bagi limbah-limbah produksi tahu yang belum dimanfaatkan serta dapat mengurangi ketergantungan terhadap kapas dan kayu dalam pembuatan selulosa yang akibatnya dapat mengancam kelestarian lingkungan.

Tinjauan Pustaka

Nata De Soya

Nata adalah sejenis bahan mirip agar-agar, tetapi kekerasannya mendekati kekerasan kolang-kaling. Nata de soya dapat digunakan sebagai makanan penyegar, yaitu dihidangkan dalam bentuk campuran dengan buah-buahan.

Sebenarnya nata adalah "Bacterial Cellulosa" atau selulosa sintesis, hasil sintesa dari gula oleh bakteri pembentuk nata, yaitu *Acetobacter Xylinum*, yang merupakan bakteri asam asetat, yang bersifat aerobik (butuh udara), gram positif berbentuk batang. Dalam medium cair *Acetobacter Xylinum* membentuk suatu lapisan/massa yang dapat mencapai ketebalan beberapa centimeter.

Dengan pertolongan bakteri tersebut (*Acetobacter xylinum*) maka komponen gula yang ditambahkan ke dalam substrat air limbah tahu dapat diubah menjadi suatu bahan yang menyerupai gel dan terbentuk di permukaan media. Menurut hasil penelitian *microbial cellulose* ini nata selain untuk makanan, sekarang (terutama di Jepang) telah dikembangkan untuk keperluan peralatan-peralatan yang berteknologi tinggi.

Menurut Alaban (1962), faktor yang berpengaruh pada pembuatan nata

meliputi sumber gula, suhu fermentasi, tingkat keasaman medium, lama fermentasi, dan aktivitas bakterinya.

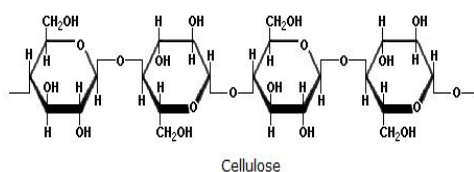
Air limbah tahu merupakan suatu medium yang baik untuk pertumbuhan bakteri, karena mengandung bahan-bahan seperti senyawa nitrogen, vitamin, dan mineral. Oleh karena itu penyiapan air limbah tahu untuk pembuatan nata harus ditangani secara cepat.

Bahan penunjang lainnya yaitu gula, asam asetat glacial, dan starter. Gula yang biasa digunakan adalah gula pasir dari olahan tebu, dengan kadar sukrosa lebih dari 95 %. Penggunaan gula pasir bermutu rendah yang berwarna agak gelap menyebabkan timbulnya warna kecoklatan yang tidak disukai pada nata yang dihasilkan (Collado, 1986). *Acetobacter Xylinum* akan memanfaatkan gula sebagai sumber tenaga. Gula ini disintesis menjadi selulosa atau nata de soya.

Dalam proses inkubasi, khususnya pembuatan nata de soya dilakukan dengan penambahan starter yang bertujuan untuk memperbanyak sel-sel bakteri sehingga reaksi biokimianya dapat berjalan dengan baik dan lancar. (Basrah Enie dan Supriatna, 1993, Lestari, 1994).

Kekhasan Selulosa Bacterial

Produk selulosa bacterial dari suatu galur *acetobacter mumi* secara kimiawi, yaitu bebas dari lignin dan hemiselulosa serta produk-produk biogenic lainnya (Masaoka *et al.* 1993, Geyer *et al.* 1994). Karena itu, selulosa bacterial dapat dimurnikan dari media dan dari sel-sel bakteri yang terperangkap didalamnya, dengan perlakuan lembut memakai basa encer, misalnya NaOH 0,1 N. Unit ulang dari rantai struktur selulosa adalah unit selulosa. Rumus Haworth selulosa terlihat pada gambar 3



Gambar 1. Rumus Haworth Selulosa (Fengel & Wegener 1984).

Jaringan selulosa bacterial yang terbentuk lembaran yang mengapung di permukaan medianya telah terbukti mempunyai daya regang, elastisitas, kekenyalan, daya tahan, ketahanan bentuk, dan kapasitas serap air yang tinggi (Schmitt *et al.* 1991). Kapasitas serap air BC mencapai 100-120 kali bobot keringnya, lebih banyak daripada yang mampu diserap oleh pulp kayu. Kedua sifat itu membuat selulosa bacterial banyak diaplikasikan dalam bidang medis. Selulosa bacterial bersifat mudah terdegradasi, dapat didaur ulang, biocompatible, karena memiliki kelembaman metabolik, nontoksik, dan nonalergenik.

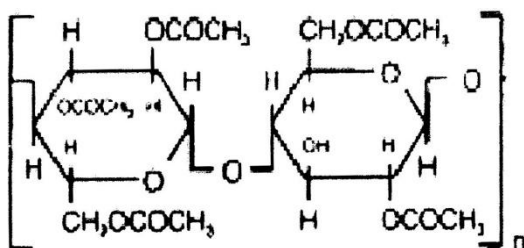
Selulosa Asetat

Pemanfaatan bahan baku selulosa asetat oleh industri -industri pemakainya meningkat tiap tahun. Hal ini dapat dilihat dari peningkatan irapor selulosa asetat yang terus mengalami peningkatan setiap tahunnya dimana berdasarkan data dari Badan Pusat Statistik tahun 2007 selulosa asetat pada tahun 2006 meningkat pada kisaran 15.897 ton/tahun, walaupun tingkat konsumsi selulosa asetat cukup meningkat, namun sampai saat ini pabrik - pabrik selulosa asetat yang ada belum mampu memenuhi kebutuhan para pemakainya. Untuk itulah dalam jangka panjang diharapkan akan berdiri pabrik selulosa asetat di Indonesia yang dapat menutupi ketergantungan akan impor selulosa asetat dari luar negeri.

Selulosa asetat merupakan ester organik yang berbentuk padatan tidak berbau, tidak beracun, tidak berasa dan berwarna putih yang dibuat dengan mereaksikan selulosa dengan asam asetat anhidrida dengan bantuan asam sulfat sebagai katalis (Kroswitch, 1990). Selulosa yang digunakan dalam pembuatan turunan selulosa harus memiliki kemurnian tinggi. Menurut Ulman's encyclopedia (1999), bahan baku selulosa dari kapas kemurniannya tinggi dengan nilai α -selulosa sampai 99%, sedangkan dari pulp kayu nilai selulosanya dalam kisaran 90-97%.

Selulosa asetat adalah suatu senyawa kimia buatan yang digunakan dalam film fotografi. Secara kimia, selulosa asetat adalah ester dari asam asetat dan selulosa. Senyawa ini pertama kali dibuat pada tahun 1865. Selain pada film fotografi, senyawa ini juga digunakan sebagai komponen dalam bahan perekat, serta sebagai serat sintetik.

Film fotografi yang terbuat dari asam asetat pertama kali diperkenalkan pada 1934, menggantikan selulosa nitrat yang sebelumnya menjadi standar. Kelemahan film selulosa nitrat adalah senyawa tersebut tidak stabil dan mudah sekali terbakar. Bila terjadi kontak dengan oksigen, film selulosa asetat menjadi rusak dan tidak dapat digunakan lagi, serta melepaskan asam asetat. Fenomena ini disebut "sindrom cuka", karena asam asetat merupakan bahan utama dalam cuka. Sejak dekade 1980-an, film dari poliester (sering juga disebut dengan nama dagang dari Kodak *Estar*) mulai menggantikan film dari selulosa asetat, terutama untuk tujuan pengarsipan. Sebelum munculnya poliester, film selulosa asetat juga dipakai pada pita magnetik. Sekarang selulosa asetat masih digunakan dalam beberapa hal, misalnya negatif dari gambar bergerak



Gambar 3. Struktur Selulosa Asetat

Sifat - sifat fisik selulosa asetat Titik lebur °C : 306 Spesifik gravity : 1,27-1,88 Panas spesifik : 1,46

Kadar asetil merupakan ukuran jumlah asam asetat yang diesterifikasi pada rantai selulosa yang akan menentukan nilai derajat substitusi (DS). Semakin tinggi kadar asetil semakin tinggi pula derajat substitusinya Hubungan antara derajat dengan kadar asetil dapat dilihat di tabel. Beberapa kelas komersial selulosa asetat

dibedakan berdasarkan derajat substitusi dan pelarutnya diuraikan pada tabel 3

Tabel 2. hubungan antara derajat substitusi selulosa asetat, kadar asetil dan aplikasinya (Fregel & Wegener 1984)

Derajat substitusi	Kadar asetil (%)	Aplikasi
0,6 - 0,9	13,0-18,6	-
1,2-1,8	22,2 - 32,2	Plastic
2,2-2,7	36,5 - 42,2	Benang, film
2,8-3,0	43,0 - 44,8	Kain, pembungkus

Tabel 3. kelas - kelas komersial selulosa asetat (Immergut 1975)

DS	Pelarut	Aplikasi
1,8-1,9	Air - propanol -kloroform	Tekstil komposit
2,2-2,3	Aseton	Pemis dan plastic
2,3-2,4	Aseton	Rayon asetat
2,5-2,6	Aseton	Film safety dan sinar X
2,8-2,9	Diklorometana - etanol	Lembaran penginsulasi
2,9-3,0	Diklorometana	Tekstil

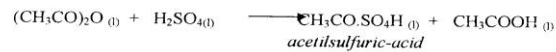
Katalis

Katalis adalah suatu zat yang mempercepat laju reaksi kimia pada suhu tertentu, tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri Suatu katalis berperan dalam reaksi tapi bukan sebagai pereaksi ataupun produk. Katalis mempunyai tiga fungsi katalitik, yaitu:

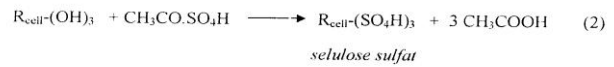
1. Aktifitas
Berkaitan dengan kemampuan mempercepat reaksi
2. Selektifitas
Berkaitan dengan kemampuannya mengarahkan suatu reaksi
3. Stabilitas
Berkaitan dengan kemampuannya menahan hal-hal yang dapat mengarahkan terjadinya deaktifitas katalis

Dalam penelitian ini katalis yang digunakan adalah asam sulfat, katalis yang digunakan ini termasuk katalis homogen karena

memiliki fasa yang sama dengan pereak: yang dikatalisnya.



Dalam reaksi asetilasi antara asam asetat anhidrid dan selulosa ini, asam sulfat akan menambah muatan positif pada asar sehingga akan mempercepat jalannya reaksi dan menurunkan energi aktifa: reaksi, dengan menurunnya energi aktifa: maka semakin mudah terjadi reaksi kimia sehingga lebih banyak gugus asetil yang dapat di substitusi oleh gugus hidroksil. Bila dibandingkan dengan katalis lain seperti *perchloric acid* yang juga bisa digunakan untuk proses ini. maka asam sulfat jauh lebih efektif untuk digunakan pada proses yang berlangsung dengan temperatur rendah dan waktu reaksi yang singkat, meskipun dalam jumlah katalis yang digunakan sedikit.



Selulose merupakan polimer linier dari bangun an-hidroglukosa. Setiap bangun ini mengandung 3 komponen hidroksil, pada proses pembentukan selulose asetat, gugus - OH pada senyawa selulose mengalami substitusi. Langkah pertama pada mekanisme ini adalah asam sulfat akan bereaksi dengan asam asetat anhidrid membentuk *acetylsulfuric-acid*. Langkah kedua adalah substitusi senyawa *acetylsulfuric-acid* terhadap gugus hidroksil (-OH) pada selulose sehingga terbentuk selulose asetat.

Proses Pembuatan Selulosa Asetat

Untuk mendapatkan selulosa asetat diperlukan tiga tahap yaitu asetilasi, hidrolisis dan purifikasi. Aktivasi dilakukan agar reaksi esterifikasi berjalan sempurna. Selulosa dapat diaktivasi dengan penambahan aktivator dan katalis. Reaksi dengan kedua bahan tersebut dapat menyebabkan serat-serat selulosa mengembang sehingga didapatkan luas permukaan yang besar dan mengurangi ikatan intramolekuler hidrogen yang akan meningkatkan tingkat difusi reagen. Aktivator yang biasa digunakan adalah air atau asam asetat encer (Winding, 1947). Proses asetilasi dimaksudkan untuk mensubstitusi gugus hidroksil selulosa dengan gugus asetil, sehingga terbentuk selulosa asetat. Reaksi dilakukan dengan mencampurkan asam asetat glacial dengan selulosa sampai selulosa larut sempurna dalam campuran asetilasi dan derajat substitusi antara 2,5-2,40. Sedangkan proses hidrolisis dimaksudkan untuk menghilangkan sebagian gugus asetil dari selulosa trimester dan untuk menurunkan kombinasi ester sulfat (Kirk dan Othmer, 1993).

Reaksi asetilasi selulose berlangsung menurut mekanisme berikut:

rendah kalori adalah selulosa yang dihasilkan diberi perlakuan dengan NaOH 1% pada suhu kamar selama 24 jam dan dinetralkan dengan asam asetat 1 %. Produk selulosa kemudian dicuci dengan air dan dikeringkan

Selulosa memiliki tiga gugus Hidroksil per residu anhidroglukosa, sehingga dapat dilakukan reaksi-reaksi seperti esterifikasi, adisi, dan lain-lain. Selulosa diesterifikasi menjadi selulosa triasetat (mengandung 44,8% asetil) yang memiliki rumus empirik $C_6H_7O_5(CH_3CO)_3$ (Bydson, 1995).

Menurut Faith-Keyes (Industrial Chemical) dan George T. Austin (Shreve'Chemical Proses Industries) proses pembuatan selulosa asetat hanya terdapat satu macam proses yaitu reaksi esterifikasi antara selulosa dengan asetat anhidrida. Selulosa asetat adalah senyawa ester organik turunan selulosa. Dibuat dengan mereaksikan antara selulosa dengan asam asetat anhidrida, dengan katalis asam sulfat. Penambahan katalis asam sulfat dengan menggunakan asam asetat anhidrida mula-mula akan membentuk *acetyl sulfuric acid* sebuah produk antara, selanjutnya *acetyl sulfuric acid* akan bereaksi dengan selulosa membentuk selulosa asetat. Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Kombinasi asam sulfat dalam hasil reaksi selulosa asetat yang dipisahkan dengan hidrolisis asam melalui penambahan magnesium asetat kemudian dipisahkan melalui proses penyaringan. Dalam proses hidrolisis ini juga terjadi peruraian asam asetat anhidrida. Kondisi operasi pada proses hidrolisis berlangsung pada suhu antara 40 - 80 °C dan tekanan 1 atm.

Faktor-faktor yang mempengaruhi kadar asetil pada selulosa asetat

Berikut ini adalah beberapa faktor-faktor yang mungkin dapat mempengaruhi kadar asetil pada selulosa asetat:

1. Kadar air selulosa
2. Penambahan zat asetilasi
Darwis et al (2003) menyatakan kadar asetil selulosa asetat akan meningkat dengan meningkatnya rasio anhidrida asetat.
3. Penambahan katalis
Penambahan katalis asam sulfat pada reaksi asetilasi bertujuan untuk menurunkan energi aktivasi reaksi, dengan menurunnya energi aktivasi maka semakin mudah terjadi reaksi kimia sehingga lebih banyak gugus asetil yang dapat di substitusi oleh gugus hidroksil
4. Massa selulosa awal
Jumlah selulosa awal yang digunakan untuk proses asetilasi selulosa menjadi selulosa asetat memiliki pengaruh yang berhubungan langsung dengan jumlah katalis yang digunakan
5. Suhu
Proses asetilasi pada suhu tinggi dapat mempercepat terjadinya reaksi asetilasi. Pine et al (1998) Kuo et al (1997) menyatakan proses asetil selulosa sebaiknya dilakukan pada suhu berkisar 50-85°C.

Hipotesa

Penambahan sejumlah katalis yang digunakan diduga akan berpengaruh terhadap lamanya pembentukan selulosa asetat pada proses asetilasi yang kemudian juga dapat memberikan dampak pada rendemen dan kadar asetil yang dihasilkan, dengan penambahan sejumlah katalis yang sesuai diharapkan mampu memberikan hasil yang optimal pada selulosa asetat yang dihasilkan, hal itu

dapat terlihat dari parameter seperti rendemen selulosa asetat yang dihasilkan, lamanya waktu pembentukan selulosa asetat dan kadar asetil yang akan diperoleh.

METODOLOGI PENELITIAN

Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilakukan selama kurang lebih 4 bulan, dan dilakukan di laboratorium Kimia Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta.

Bahan dan Alat

Bahan

1. Air limbah industri tahu
2. Gulapasir pekat
3. Bibit *Acetobacter Xylinum*
4. Urea / DAP
5. NaOH
6. Asam Asetat Anhidrida
7. Asam Asetat Glisial
8. H₂SO₄
9. Aquadest
10. NaHCO₃

Alat

1. Bak perendaman
2. Hydraulis pressure
3. Hammer mill
4. Neraca analitik
5. Stirrer bar
6. Water bath
7. Pompa saring vacuum
8. Botol 100 ml
9. Kaca arloji
10. Oven
11. Desikator
12. Erlenmeyer

Pembuatan Nata de Soya

1. Air rebusan tahu (whey tofu) 1 liter yang baru diambil dan masih segar disaring, dan ditampung dalam panci email (bukan panci aluminium), kemudian ditambahkan gula pasir 75 gr dan DAP 5 gr, diaduk-aduk sampai rata kemudian didihkan selama kira-kira 15 menit.
2. Di angkat dan ditunggu lalu ditambahkan asam cuka 2% , diaduk sampai homogen.
3. Dimasukan dalam wadah plastik/kaca dengan ketinggian

- larutan kira-kira 3-4 cm, kemudian ditutup lalu didinginkan.
4. Ditambahkan starter/bibit nata cair 100 ml. Wadah ditutup dan disimpan ditempat yang aman dan bersih selama 12 hari (selama penyimpanan, wadah tidak boleh digoyang).
 5. Setelah 12 hari atau ketebalan nata mencapai ketinggian 1.5-2 cm, lapisan nata de soya sudah boleh di panen. Diagram alir pembuatan nata de soya dapat dilihat di Gambar 6.

Pembuatan Selulosa bakterial

1. Selulosa bakterial (nata de soya) yang berbentuk lembaran dipotong-potong menjadi empat bagian.
2. Dimumikan dengan merendamnya di dalam larutan NaOH 1% selama \pm 12 jam pada suhu kamar.
3. Dicuci kembali dengan air berulang-ulang sampai pH netral.
4. Dipres dengan pompa hidrolis untuk mengeluarkan air dalam bahan.
5. Dikeringkan di dalam oven dengan suhu antara 30-35 °C. Pengeringan pada suhu yang lebih tinggi dari 35 °C akan membuat selulosa kurang reaktif.
6. Diperkecil ukurannya dan digiling dengan hammer mill.
7. Serbuk selulosa bakterial diukur kadar air dan kadar abunya.

Pembuatan Selulosa Asetat

Pembuatan selulosa asetat pada penelitian ini merupakan modifikasi prosedur pembuatan selulosa asetat yang dilakukan oleh Arifin (2004) :

1. Di timbang serbuk selulosa bakterial sebanyak X gram.
2. Dicampurkan dengan 100 ml asam asetat di dalam botol bertutup ganda, lalu dikocok dengan kecepatan 200 rpm selama 20 menit.
3. Selulosa bakterial disaring vakum dan diperas sekuat mungkin, perlakuan ini dilakukan duplo. Hasil perasan yang kedua dikembalikan ke dalam botol bertutup ganda.

4. Direndam dalam 50 ml asam asetat glasial selama 3 jam pada suhu kamar. Botol dikocok dengan kecepatan 200 rpm.
5. Selulosa bakterial disaring vakum dan diperas sekuat mungkin.
6. Selulosa bakterial dimasukkan kembali ke dalam botol bertutup ganda yang baru, lalu ditambahkan asam asetat glasial 100 ml dan H₂SO₄ sebagai katalis.
7. Campuran diaduk kuat selama 1 menit.
8. Ditambahkan Anhidrida asam asetat dengan nisbah 1:5 tetes demi tetes, kemudian diaduk hingga larutan berwarna kemerahan.
9. Larutan dibiarkan dalam penangas bersuhu 40°C. Waktu dihitung sejak ditambahkannya anhidrida asam asetat sampai terbentuk larutan berwarna merah.
10. Larutan hasil proses asetilasi dihidrolisis dengan menggunakan campuran air dan asam asetat glasial (2:1) sebanyak 2.4 ml dan dilakukan pengadukan pada beberapa menit pertama.
11. Larutan dibiarkan pada suhu 40°C selama 30 menit dihitung sejak ditambahkannya campuran asam asetat dan air.
12. Larutan hasil hidrolisis disentrifuge selama 15 menit dengan kecepatan 4000 rpm untuk memisahkan kotoran sisa asetilasi.
13. Supernatan dituang perlahan ke dalam 500 ml air destilasi yang diaduk kuat dengan pengaduk magnetik hingga muncul serpihan (endapan) selulosa asetat yang berwarna putih. Serpihan yang terbentuk disaring vakum.
14. Serpihan selulosa asetat ini dinetralkan pH-nya dengan NaHCO₃ 1 N hingga busa yang muncul hilang kembali.

Metode Analisa Penetapan Kadar Air

1. Cawan timbang kosong dikeringkan dalam oven bersuhu 105°C selama 1 jam

2. didinginkan di dalam desikator, kemudian ditimbang bobotnya.
3. Contoh uji ditimbang sebanyak 0.2-1.0 g di dalam Cawan timbang tersebut lalu dikeringkan kembali pada suhu yang sama.
4. Bobot contoh dan cawan timbang ditimbang setiap interval 1-3 hari. Setelah bobotnya konstan dapat diperoleh kadar air dengan persamaan berikut:

$$\text{Kadar air (\%)} = 1 - \left[\frac{W_3 - W_1}{W_2} \right] \times 100\%$$

Keterangan :

W3 : Bobot sampel + Cawan timbang setelah dikeringkan konstan. W2 : Bobot sampel yang ditimbang W1 : Bobot kosong cawan kosong.

Penetapan Kadar α -Selulosa Mencuci kaca masir:

Kaca masir kosong dengan 20 ml larutan pencuci sulfat-kromat dan dibiarkan 1-2 hari. Larutan pencuci ini dibuat dengan melarutkan 5 gram $K_2Cr_2O_7$ teknis ke dalam 100 ml H_2SO_4 teknis (aq) 1:1. Setelah pencucian ini, kaca masir menjadi berwarna merah kecoklatan, lalu dibilas dengan etanol teknis, sehingga sisa kromat tereduksi menjadi berwarna hijau, yang lolos dari kaca masir. Jika kaca masir masih agak kehijauan, dibilas lagi dengan air suling seperlunya. Setelah putih bersih, kaca masir dikeringkan selama 1 jam pada suhu $(105 \pm 3)^\circ C$ dalam oven bersirkulasi udara, lalu ditimbang bobotnya dengan teliti (W1), setelah didinginkan di dalam desikator.

Penetapan Kadar

1. Sebanyak 1 gram contoh uji ditimbang teliti (W2) dalam gelas piala 250 ml
2. Ke dalam gelas piala itu, ditambahkan 20 ml NaOH teknis 17.5% (b/v), lalu diaduk selama 5 menit.
3. Setelah 15 menit, ditambahkan 25 ml air suling, dan diaduk kembali selama 1 menit. Setelah 5 menit,
4. contoh uji disaring-vakum dengan kaca masir tadi, lalu dicuci 12 kali,

dengan 25 ml air suling tiap pencucian.

5. Residu dalam kaca masir lalu diberi 40 ml CH_3COOH 10%, dan dibiarkan selama 5 menit, sebelum disaring-vakum kembali.
6. Residu dalam kaca masir dikeringkan pada suhu $(105 \pm 3)^\circ C$ dalam oven bersirkulasi-udara, sampai tercapai bobot konstan (W3).
7. Bobot (residu+kaca masir) itu ditetapkan setiap interval 1-3 hari, setelah didinginkan di dalam desikator. Karena sifat sangat-higroskopis dari selulosa penetapan kadar α -selulosa harus disertai penetapan kadar air. Penimbangan contoh uji untuk kedua penetapan ini harus dilakukan bersamaan. Jika kadar air contoh uji dilambangkan (M), kadar α -selulosa dapat dihitung dari persamaan berikut ini:

$$\text{Kadar } \alpha - \text{selulosa (\%)} = \frac{W_3 - W_1}{(1 - M) W_2} \times 100 \%$$

Petapan Kadar Asetil Selulosa Asetat

Penetapan kadar asetil dilakukan dengan modifikasi prosedur ASTM (1991), dan volume larutan-larutan yang dituliskan berikut adalah untuk ± 1 gram selulosa asetat

1. Ditambahkan 40 ml etanol 75% (v/v) dengan pipet ke dalam labu.
2. Dipanaskan di penangas air bersuhu $55^\circ C$ selama 30 menit.
3. Labu dikeluarkan dari penangas, kemudian dimasukkan 40 ml NaOH 0.5 N ke ndalamnya, dengan buret.
4. Labu dipanaskan kembali selama 15 menit pada suhu yang sama. Selanjutnya, labu ditutup rapat dengan lembaran aluminium dan dibiarkan selama 72 jam pada suhu ruang.
5. Sisa NaOH dititrasi dengan HC1 0.5 N standar menggunakan indikator fenolftalein (pp) sampai lenyapnya warna merah muda.
6. Sebanyak 1 ml titran dilebihkan dari titik akhir itu, lalu labu ditutup rapat kembali, dan dibiarkan selama 24 jam pada suhu kamar untuk menarik NaOH yang berdifusi ke dalam selulosa teregenerasi.

7. Sisa HC1 dititrasi dengan NaOH 0.5 N standar sampai muncul warna merah muda permanen pertama kali, titrasi dilakukan dengan hati-hati karena titrat tidak tanpa warna, tetapi berwarna kuning muda sampai coklat, bergantung pada warna selulosa asetat setelah penetapan kadar air.
8. Blangko, yaitu perlakuan serupa dengan penetapan kadar asetil contoh, tetapi tanpa menggunakan contoh, dibuat bersamaan dengan contoh.
9. Kadar asetil selulosa asetat dapat dihitung dari persamaan sebagai berikut:

$$\text{Kadar asetil (\%)} = \frac{4,305 [(D - C)Na + (A - B)Nb]}{(1 - M)W}$$

Keterangan :

- A : Volume NaOH untuk titrasi contoh (ml)
- B : Volume NaOH untuk titrasi blanko (ml).
- Nb : Normalitas NaOH.
- C : Volume HC1 untuk titrasi contoh (ml).
- D : Volume HC1 untuk titrasi blanko (ml).
- Na : Normalitas HC1.
- M : Kadar air selulosa asetat (%)
- W : Bobot selulosa asetat (gram)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Data pengamatan nata de soya (selulosa bakterial)

Tabel 4. Kadar Air Selulosa Bakterial

Ulangan	W1 (g)	W2 (g)	W3 (g)	Kadar Air (%)	Rata - Rata
1	2,2375	0,9547	3,1445	5,0%	
2	2,4731	09547	3,3157	6,6%	6 %
3	2,4735	0,9547	3,3170	6,4%	

Tabel 5. Kadar α-selulosa selulosa bacterial

Ulangan	W1(g)	W2 (g)	W3 (g)	Kadar a-selulosa (%)	Rata - Rata
1	30,0411	1,0054	30,9423	85%	
2	29,7054	1,0012	30,7276	93%	90,67%
3	29,7160	1,0008	30,7080	94%	

Data pengamatan sintesa selulosa asetat

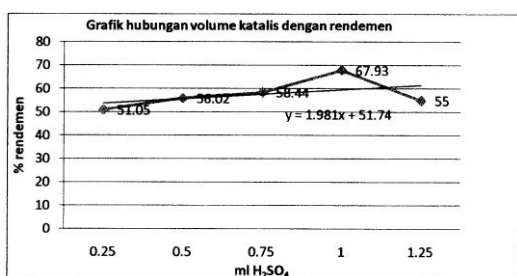
Tabel 6. Hasil pengamatan pada variabel volume katalis (H2SO4)

Bobot sampel (Gram)	(ml) H ₂ SO ₄	(°C) Pemanasan	Waktu pembentukan (menit)	Kadar air (%)	Rendemen (%)	Kadar asetil (%)	keterangan
,3g	0,25 ml	40°C	130 menit	4,67 %	51,05 %	44,23 %	
3g	0,50 ml	40°C	108 menit	4,30 %	56,02 %	43,67 %	
3g	0,75 ml	40°C	90 menit	4,83 %	58,44 %	43,35%	
3g	1,00	40°C	65 menit	4,67	67,93 %	44,42	

	ml			%		%	
3g	1,25 ml	40°C	45 menit	4,77 %	55,00 %	43,48 %	
3g	1,50 ml	40°C					Sampel terdestruksi, sulit untuk disaring (hitam)

Pembahasan

A. Rendemen



Gambar 9. Grafik hubungan volume katalis dengan rendemen hasil

Berdasarkan tampilan data pada grafik diatas (gambar 9) diperoleh bahwa volume katalis yang paling optimum dalam menghasilkan selulosa asetat adalah katalis dengan volume sebesar 1ml, hal ini terlihat pada presentase rendemen yang dihasilkan yang mana data rendemen tersebut menunjukkan presentase banyaknya selulosa asetat yang dihasilkan pada setiap proses sintesa. Hal ini juga menunjukkan bahwa variasi volume katalis yang ditambahkan memberikan pengaruh terhadap selulosa asetat yang dihasilkan. Berikut ini akan coba dibahas apa saja yang dapat mempengaruhi besar kecilnya rendemen yang diperoleh pada tiap proses sintesa selulosa asetat:

1. Pada sampel dengan penambahan katalis H₂SO₄ <1ml diperoleh hasil rendemen yang lebih rendah dari sampel dengan penambahan katalis sebesar 1ml, hal ini mungkin disebabkan oleh karena tidak seimbang antara volume

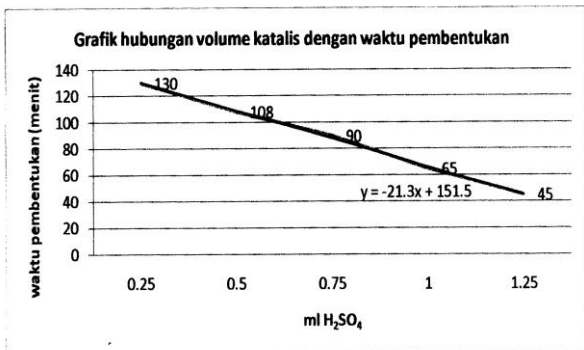
katalis yang digunakan dengan massa selulosa awal yang dipakai yang kemudian

membuat proses pembentukan semakin lama dan suhu reaksi pun semakin tinggi karena lamanya waktu pembentukan tersebut, akibatnya selulosa yang digunakan mengalami degradasi molekul dan juga membuat katalis H₂SO₄ yang ditambahkan semakin bersifat destruktif yang dapat memecah bentuk serbuk selulosa yang digunakan menjadi partikel dengan ukuran lebih kecil dan halus yang kemudian membuat selulosa asetat yang akan di saring nanti lolos dalam dari alat penyaring dalam hal ini kertas saring yang digunakan.

2. Dilihat dari grafik pada gambar 9 sampel dengan penambahan katalis > 1ml memiliki hasil rendemen yang lebih rendah daripada sampel dengan volume katalis sebesar 1 ml, hal ini dapat disebabkan oleh tidak seimbangnya antara penambahan katalis dengan sampel selulosa awal yang digunakan yang mungkin dalam hal ini katalis yang digunakan lebih banyak dibandingkan kebutuhan selulosa awal untuk mempercepat proses asetilasi. Hal tersebut mengakibatkan waktu reaksi pembentukan semakin cepat namun karena antara katalis dan selulosa awal yang digunakan tidak berimbang maka dapat merusak produk yang dihasilkan yaitu selulosa asetat yang dihasilkan menjadi rapuh sehingga mudah hancur dalam proses penyaringannya dan lolos pada kertas saring, asam sulfat merupakan jenis asam kuat yang penambahan dalam jumlah relatif banyak dan dalam suhu tinggi

dapat menyebabkan putusya rantai selulosa.

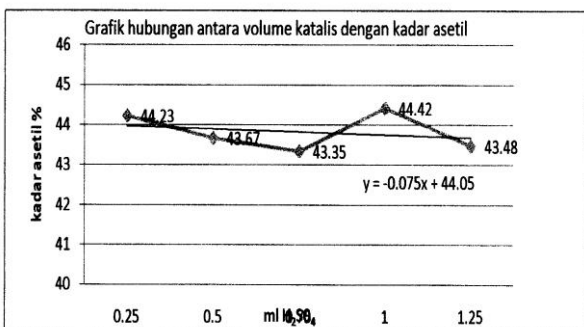
B. Waktu Pembentukan



Gam bar 10. Grafik hubungan volume katalis dengan waktu pembentukan

Berdasarkan data yang ditampilkan pada gambar 10 menunjukkan bahwa semakin banyak volume katalis yang ditambahkan pada proses asetilasi maka waktu pembentukan yang diperlukan pun semakin cepat karena pada dasarnya penambahan katalis bertujuan untuk lebih mempercepat waktu pembentukan serta memudahkan terjadinya reaksi kimia. Selain itu proses pemanasan serta sifat katalis yang eksoterm juga memiliki peran dalam menambah kecepatan dalam pembentukan selulosa asetat tersebut. Hasil ini sesuai dengan Nevel dan Zeronian (1996) bahwa proses asetilasi pada suhu tinggi dapat mempercepat terjadinya reaksi asetilasi tetapi juga dapat menyebabkan kerusakan pada selulosa. Kuo et al (1997) menyatakan sebaiknya proses asetilasi selulosa dilakukan pada suhu berkisar 40-60°C.

C. Kadar asetil



paling optimal pada analisa kadar asetil adalah sampel dengan jumlah volume katalis sebesar 1ml ini menunjukkan bahwa sampel selulosa dengan massa awal ± 3gram akan menghasilkan kadar selulosa

yang optimal dengan penambahan katalis sebesar 1ml.

Penambahan katalis asam sulfat pada proses asetilasi bertujuan untuk menurunkan energi aktivasi, dengan menurunnya energi aktivasi maka semakin mudah terjadi reaksi kimia sehingga lebih banyak gugus asetil yang dapat di substitusi oleh gugus hidroksil. Pada penelitian ini jumlah volume asam sulfat yang ditambahkan relatif kecil (<2ml) karena penambahan katalis dalam jumlah yang banyak dapat menyebabkan putusya rantai selulosa sehingga derajat at polimerisasi produk yang dihasilkan rendah, hal ini tidak dikehendaki karena dapat mengakibatkan produk yang terbuat dari selulosa asetat ini nantinya memiliki kekuatan mekanik yang rapuh. Selain itu efek dari berlebihnya penambahan katalis dapat membuat serbuk selulosa terdestruksi karena sifat asam sulfat yang eksoterm mampu membuat serbuk selulosa asetat rusak dan berubah ke ukuran partikel yang lebih kecil sehingga akan mengganggu pada saat proses penyaringan nanti dan menurunkan kadar asetil dari selulosa asetat, oleh karena penting tentunya untuk dapat menyesuaikan antara bobot selulosa awal yang digunakan dengan jumlah katalis yang akan digunakan untuk mendapat selulosa asetat yang optimal.

Banyaknya gugus asetil yang terdapat di dalam selulosa asetat yang dihasilkan pada penelitian ini dapat diukur berdasarkan kadar asetil yang dianalisa Kadar asetil selulosa asetat dipengaruhi oleh jumlah gugus asetil yang terdapat pada molekul- molekul selulosa asetat tersebut karena kadar asetil berbanding lurus dengan jumlah gugus asetil yang terkandung didalamnya.

KESIMPULAN

Berdasarkan dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh hasil sebagai berikut:

1. Didapatkan sampel dengan volume katalis 1ml adalah sampel yang menghasilkan rendemen paling besar yaitu 67,93% dengan kadar asetil sebesar 44,42% dan waktu pembentukan selama 65 menit

2. Didapatkan sampel dengan volume katalis 1,25 ml adalah sampel dengan waktu pembentukan paling cepat yaitu selama 45 menit dengan kadar asetil sebesar 43,48% dan rendemen sebesar 55,5%
3. Dilihat dari kadar asetil yang diperoleh dari semua sampel, didapatkan kadar asetil yang berkisar 43,35 - 44,42%, ini berarti kadar asetil yang dihasilkan melebihi range kadar asetil yang tertera pada SNI yaitu 39 - 40%.

DAFTAR PUSTAKA

- Arifin B. 2004. Optimasi kondisi asetilasi selulosa bakteri dari nata de coco [Skripsi]. Bogor: Departemen Kimia Institut Pertanian Bogor.
- Krystynowicz A, Bielecki S. 2001. Biosynthesis of Bacterial Cellulose and Its Potential Application In the Different Industries. Polish Biotechnology News.[<http://www.Biotechnology-pl.com/science/krystynowicz.html>], [1 Juli 2005].
- Yulianawati N. 2002. Kajian pengaruh nisbah selulosa dengan pereaksi asetilasi dan lama asetilasi terhadap produksi selulosa dari nata de coco [Skripsi]. Bogor: Departemen Teknik Industri Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Warintek. 2005. Nata de soya. <http://warintek/natadesoya/pagan/merintisbisnis/progressio.html> [8 Mei 2005],