



CELLULOSE ACETATE MEMBRANE SYNTHESIS OF RESIDUAL SEAWEED *Eucheuma spinosum*

Mutiara Dzikro, Yuli Darni, Lia Lismeri dan M. Hanif

Teknik Kimia Universitas Lampung
Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro Steet No. 1 Bandar Lampung 35145
Surel: Mutiara_dzikro@yahoo.com

ABSTRACT

Seaweeds have long been used as food and in line with the development of science, seaweed widely used in pharmaceutical and industrial fields. The technology is being developed at this time is the membrane technology of seaweed *Eucheuma Spinosum* residue. Membrane technology used for the desalination process as a water supply. This study uses cellulose *Spinosum Eucheuma* seaweed in the manufacture of cellulose acetate membrane. The research covers the synthesis and analysis of the cellulose acetate membrane and the acetyl content of cellulose as a raw material for making membranes. From the results of this study further analyzes and acetyl cellulose content. On cellulose content analysis was conducted using Chesson where obtained results by 4,81 %. As for the acetyl content analysis performed by titration method ASTM D - 678-91 where the obtained results by 11,29 %. Based on the results of the analysis conducted found that cellulose acetate membranes obtained had higher levels of acetyl much lower than the industry standard of 40% of Indonesia.

Keywords : cellulose acetate, desalination, *Eucheuma Spinosum*, membrane cellulose acetate, seaweed

PENDAHULUAN

Rumput laut sejak dulu telah banyak dimanfaatkan sebagai bahan pangan dan seiring berkembangnya ilmu pengetahuan dan teknologi rumput laut telah banyak dimanfaatkan di bidang farmasi dan industri. Salah satunya yaitu rumput laut *Eucheuma spinosum*.

Kandungan kimia dari rumput laut *Eucheuma Spinosum* adalah Iota keraginan (65%), protein, lemak, karbohidrat, serat kasar, air, dan abu. Iota keraginan merupakan polisakarida tersulfatkan dimana kandungan ester sulfatnya adalah 28-35%. Kandungan selulosa yang tinggi pada rumput laut *Eucheuma spinosum* dapat dimanfaatkan sebagai sumber selulosa pengganti kayu yang saat ini semakin langka. Saat ini masih sedikit pemanfaatan selulosa rumput laut, padahal selulosa tersebut dapat dimanfaatkan dalam pembuatan *cellulose acetat*.

Cellulose acetat dipreparasi dari selulosa dengan *acetylation*, contohnya reaksi dengan *acetic anhydride*, *acetic acid* dan *sulfuric acid*. Penambahan kandungan asetil ini juga diharapkan untuk memperkecil ukuran pori, karena ukuran rata – rata pori akan semakin kecil sejalan dengan bertambahnya kandungan asetil (Wenten, 1999). Sebagai bahan dasar pembuatan membran, *cellulose acetat* memiliki standar tertentu salah satunya yaitu nilai kadar asetilnya lebih besar dari 40% (Standar Indutri Indonesia, 1984).

Teknologi yang sedang berkembang dalam pengolahan air payau desawa ini adalah teknologi desalinasi air payau menggunakan membran. Beberapa keunggulan teknologi ini terletak pada kebutuhan energi yang rendah, permasalahan resiko korosi peralatan yang minimum, dan lahan yang dibutuhkan pun tidak luas.

Pembuatan membran ultrafiltrasi *cellulose acetat* umumnya dilakukan dengan metode inversi fasa. Membran Ultrafiltrasi diduga mampu menurunkan parameter seperti zat organik dan kekeruhan, seperti yang dilakukan oleh Mahmud (2002) yang menggunakan membran ultrafiltrasi untuk menyisahkan konsentrasi senyawa organik dalam air gambut.

Air merupakan kebutuhan pokok bagi kehidupan manusia. Pertumbuhan penduduk yang sangat pesat menjadikan salah satu penyebab meningkatnya kebutuhan manusia terhadap air. Namun, ketersediaan air bersih pun kini mulai menurun. Sehingga air bersih pun menjadi barang yang langka untuk diperoleh. Air payau pada umumnya memiliki tingkat salinitas tinggi, yang berarti mengandung kadar *chlorida* yang tinggi pula sehingga tidak layak untuk dikonsumsi. Air payau mengandung kadar *chlorida* sebesar 500-5000 mg/lt. Baku mutu untuk air bersih, kadar klorida maksimum yang di perbolehkan adalah 600 mg/lt (Kusumahati, 1998).

Berdasarkan permasalahan tersebut, maka akan dilakukan penelitian sintesis *cellulose acetat* dari residu rumput laut *Eucheuma Spinosum* yang akan digunakan untuk proses penghilangan kandungan garam (desalinasi) pada air payau dengan menggunakan teknologi membran *cellulose acetat*.

METODE

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium Operasi Teknik Kimia Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Lampung dan laboratorium Instrumen Kimia Analitik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penelitian ini dilakukan pada bulan Desember 2012 – April 2013. Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah rumput laut *Eucheuma Spinosum* yang berasal dari Madura, Jawa Timur, Sodium hidroksida (NaOH) 40%, Hidrogen peroksida (H₂O₂) 6%, *Aquades* (air suling), Aseton 99,99 % (ml/ml). alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *Water Batch*, digital balance, gelas piala, kain saring, pipet, *stirer*.



Gambar 1. Water batch



Gambar 2. Stirer



Gambar 3. Gelas beker



Gambar 4. Gelas Piala



Gambar 5. Sintesis Selulosa



Gambar 6. Rumput Laut *Eucheuma Spinosum*



Gambar 7. Proses Penghalusan



Gambar 8. Residu Rumput Laut *Eucheuma Spinosum*



Gambar 9. Membran Selulosa Asetat

Mula-mula rumput laut *Euचेuma Spinosum* ditimbang hingga 250 g. Kemudian dicampur dengan NaOH dengan konsentrasi 40%. Proses ekstraksi dilakukan pada temperatur 100⁰C selama 3 jam. Setelah itu, dilakukan penyaringan dan residu yang didapat dicuci dengan air hingga diperoleh pH 11.

Residu yang telah didapat dari proses sebelumnya, ditambahkan dengan hidrogen peroksida dengan konsentrasi 6% selama 3 jam pada suhu kamar sambil diaduk sesekali. Setelah 3 jam, dilakukan penyaringan lalu diambil residunya. Residu yang diperoleh kemudian dicuci dengan air hingga diperoleh pH 7.

Residu yang telah diperoleh dari proses *bleaching* kemudian dijemur di bawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar air dalam residu lalu di oven dengan temperatur 105⁰C hingga berat konstan. Setelah diperoleh residu yang telah dikeringkan kemudian dilakukan proses penggilingan.

Selulosa yang telah dikeringkan ditimbang sebanyak 3 gram kemudian dimasukkan kedalam gelas beker lalu ditambahkan asam asetat glasial sebanyak 150 ml lalu diaduk selama 20 menit pada suhu 40⁰C untuk mengaktivasi serat pulp. Kemudian campuran larutan 0,15 ml asam sulfat pekat dan 20 ml asam asetat glacial dimasukkan ke dalam campuran pertama tetes demi tetes menggunakan pipet tetes dan diaduk kontinyu selama 2 jam pada suhu 50⁰C, lalu didinginkan sampai suhu kamar. Campuran kemudian diasetilasi dengan asetat anhidrid sebanyak 20 ml diaduk selama 6 jam lagi pada suhu 50⁰C dan dilanjutkan dengan pengadukkan selama 12 jam pada suhu kamar. Hasil reaksi kemudian disaring, residu yang tidak larut dicuci berulang kali dengan aquades.

Pembuatan larutan cetak membran *cellulose acetat* residu rumput laut *Euचेuma spinosum* terdiri dari beberapa tahap berikut :

- a. Timbang sejumlah massa *cellulose acetat* residu rumput laut yang dibutuhkan.
- b. Membuat *dope cellulose acetat* dengan mencampur *cellulose acetat* residu rumput laut dan aseton di dalam *Water Batch* dengan kecepatan berskala 5 pada temperatur 100⁰C selama 24 jam. Penambahan *cellulose acetat* dilakukan secara sedikit demi sedikit.
- c. *Dope* yang telah dibuat diaduk selama 24 jam kemudian dimasukkan ke dalam lemari pendingin dan didiamkan selama satu hari

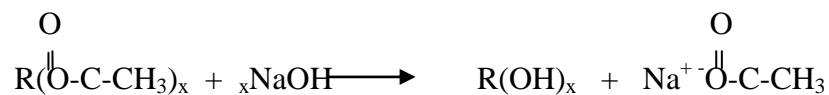
Proses pencetakan membran sebagai berikut :

- Dope* dituang ke dalam pelat kaca yang telah diberi selotip pada ujungnya dengan ketebalan yang seragam.
- Selanjutnya dilakukan *casting* di atas pelat kaca sehingga diperoleh lapisan tipis.
- Lapisan tipis yang terbentuk didiamkan pada suhu ruang selama 30 menit untuk menguapkan pelarut sehingga diperoleh membran *cellulose acetat*.
- Membran yang dihasilkan disimpan dalam desikator selama 1 hari sebelum membran dikarakterisasi.

Analisis selulosa dilakukan dengan metode *Chesson* (Datta, 1981). Satu g (a) sampel kering ditambahkan 150 mL H₂O. Direfluk pada suhu 100oC dengan water bath selama 1 jam. Hasilnya disaring, residu dicuci dengan air panas (300 mL). Residu kemudian dikeringkan dengan oven sampai konstan kemudian ditimbang (b). Residu ditambahkan 150 mL H₂SO₄ 1 N kemudian direfluk dengan water bath selama 1 jam suhu 100oC. Hasilnya disaring sampai netral (300 mL) dan dikeringkan (c). Residu kering ditambahkan 10 mL H₂SO₄ 72% dan direndam pada suhu kamar selama 4 jam. Ditambahkan 150 mL H₂SO₄ 1 N dan direfluk pada water bath selama 1 jam pada pendingin balik. Residu disaring dan dicuci dengan H₂O sampai netral (400 mL) kemudian dipanaskan dengan oven dengan suhu 105oC dan hasilnya ditimbang (d). Perhitungan kadar selulosa dan kadar lignin sebagai berikut:

$$\text{kadar selulosa} = \frac{c - d}{a} \times 100\%$$

Kandungan asetil ditentukan dengan cara melihat banyaknya NaOH yang dibutuhkan untuk menyabunkan.



Contoh kering sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer kemudian ditambahkan 40ml etanol 75% (v/v) dan dipanaskan pada penangas air selama 30 menit pada suhu 60°C. Ke dalam contoh ditambahkan 40ml NaOH 0,5 N dan dipanaskan selama 30 menit pada suhu yang sama. Contoh didiamkan selama 72 jam dan kelebihan NaOH dititrasi dengan HCL 0,5 N menggunakan indikator fenolftalein sampai warna merah muda lenyap. Contoh didiamkan selama 24 jam untuk memberi kesempatan bagi NaOH berdifusi. Selanjutnya contoh dititrasi dengan NaOH 0,5 N sampai terbentuk warna

merah muda. Pengukuran blanko dilakukan sama dengan contoh. Kadar asetil (KA) dihitung dengan rumus :

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

Dengan

- A = Volume NaOH yang dibutuhkan untuk titrasi contoh
- B = Volume NaOH yang dibutuhkan untuk titrasi blanko
- C = Volume HCl yang dibutuhkan untuk titrasi contoh
- D = Volume HCl yang dibutuhkan untuk titrasi blanko
- Na = Normalitas HCl
- Nb = Normalitas NaOH
- F = 4,305 untuk kadar asetil
- W = bobot contoh

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknik Kimia, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Lampung. Sedangkan untuk analisis yaitu uji kadar asetil di Laboratorium Analitik dan Instrumen, FMIPA, Universitas Lampung.

Dari penelitian ini, telah dilakukan uji kadar selulosa pada residu rumput laut *Echeuma Spinosum* dan kadar asetil dari selulosa yang berasal dari residu rumput laut *Echeuma Spinosum* yang telah di asetilisasi. Data hasil penelitian disajikan pada table di bawah ini.

Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh selulosa dari residu rumput laut *Eucheuma Spinosum* yang kemudian akan diasetilisasikan dengan menggunakan asam asetat anhidrat. Dimana hasil yang didapat berupa selulosa asetat yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan membran selulosa asetat. Dari selulosa dapat dilakukan uji kadar selulosa dengan metode Chesson.

Pada Tabel 4.1, dapat dilihat bahwa hasil kadar selulosa yang didapat dari analisis yang telah dilakukan yakni sebesar 4,18%. Hasil yang didapat sangat kecil dari kadar selulosa yang telah dilakukan oleh Sisca Suzanti (2007) yang sebesar 42%.

Kecilnya kadar selulosa yang didapat, dikarenakan kondisi pada saat penelitian digunakan bahan baku selulosa dari residu rumput laut yang tidak dimurnikan. Oleh karena itu, harus dilakukan pengkondisian yang sesuai, yakni dengan memurnikan bahan baku terlebih dahulu. Dengan pengkondisian isolasi pada saat penelitian dilakukan juga akan dapat menghasilkan kadar selulosa yang tinggi.

Tabel 4.1. Data Hasil Analisis Kadar Selulosa Penelitian Membran Selulosa

Kode Sampel	Kadar Selulosa (%)
Residu Rumput Laut <i>Eucheuma Spinosum</i>	4,18

Sumber : laboratorium Analitik dan Instrumen FMIPA UNILA

Tabel 4.2. Data Hasil Analisis Kadar Asetil Penelitian Membran Selulosa Asetat

Kode Sampel	Kadar Asetil (%)
Selulosa asetat dari residu rumput laut <i>Eucheuma Spinosum</i> (Mintak Kering)	11,29

Sumber : Laboratorium Analitik dan Instrumen FMIPA UNILA

Selanjutnya dilakukan juga uji kadar asetilnya dengan metode titrasi ASTM D-678-91. Pada Tabel 4.2, dapat dilihat bahwa hasil kadar asetil yang didapat dari uji yang telah dilakukan yakni sebesar 11,29%. Hasil yang didapat lebih kecil dari standar kadar asetil yang diperbolehkan untuk bahan baku pembuatan membran selulosa asetat yang sebesar 37 - 42%.

Besar kecilnya kadar asetil dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor. Adapun faktor-faktor tersebut adalah suhu, waktu asetil, kecepatan pengadukan, jumlah asetat, dan jumlah pelarut.

➤ Suhu

Suhu tinggi dapat menyebabkan selulosa dan selulosa asetat terdegradasi sehingga mengakibatkan yield produk turun.

➤ Waktu asetilasi

Waktu asetil yang panjang dapat menyebabkan selulosa dan selulosa asetat terdegradasi sehingga mengakibatkan yield produk turun.

➤ Kecepatan pengadukan

Kecepatan pengadukan yang tinggi akan memperbesar perpindahan massa sehingga semakin memperbesar kecepatan reaksi sehingga yield yang dihasilkan akan meningkat.

➤ Jumlah asam asetat

Jumlah reaktan yang besar akan memperbesar kemungkinan tumbukan antar reaktan sehingga mempengaruhi kecepatan reaksi asetilasi

➤ Jumlah pelarut

Jumlah pelarut akan mempengaruhi homogenitas dari larutan tetapi jika jumlahnya yang terlalu besar akan mengurangi kemungkinan tumbukan antar reaktan (memperkecil konsentrasi reaktan) sehingga akan memperkecil yield dari produk.

Selain itu, kecilnya kadar selulosa asetat yang didapat juga bisa dikarenakan kadar selulosa yang didapat sangat kecil. Sehingga proses sintesis selulosa dari residu rumput laut *Eucheuma Spinosum* harus lebih dioptimalkan kebalik.

Pemilihan pelarut untuk pencetakan membran berdasarkan kadar selulosa asetat yang dimiliki. Pemilihan pelarut berdasarkan kadar selulosa asetat dapat dilihat pada Table 2.3 bahwa pelarut aseton baik digunakan untuk kadar asetil 36,-42,2%. Sedangkan dalam penelitian yang telah dilakukan, kadar asetil yang didapat sebesar 11,29%. Dimana pelarut yang sesuai untuk digunakan dengan kadar asetil 11,29% belum diketahui. Pemilihan pelarut yang sesuai dengan kadar asetil akan mempengaruhi pembentukan struktur membran yang dihasilkan.

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dan pembahasan, dapat diambil kesimpulan bahwa kadar selulosa asetat yang di dapat masih belum memenuhi syarat dalam pembuatan membran selulosa asetat, dimana kadar selulosa asetat yang di dapat sebesar 11,29%. Pelarut aseton tidak sesuai untuk penelitian ini, ditinjau dari kadar asetil yang rendah karena pelarut aseton baik digunakan untuk kadar asetil 36-42,2%. Pemilihan pelarut dapat mempengaruhi struktur membran dan pembentukan pori pada membran.

DAFTAR PUSTAKA

- Fengel, D. and Wegener, G. 1995. *Kayu: Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-Reaksi*. Gajah Mada Press. Yogyakarta.
- Mallevalle, Joel. 1996. *Water Treatment Membrane Processes*. Mc Graw Hill. New York.
- Mudyantini, Widya. 2008. Pertumbuhan, Kandungan Selulosa, dan Lignin pada Rami (*Boehmeria nivea L. Gaudich*) dengan Pemberian Asam Giberelat (GA₃). Universitas Sebelas Maret. Surakarta.



Standar Industri Indonesia. 1984, *SELULOSA ASETAT*. Departemen Perindustrian
Republik Indonesia. SII. 0975 – 84.

Wenten, I. G. 1996. *Membrane Technology for Industry and Environmental Protection*,
UNESCO, Center for Membrane Science and Technology, Institut Teknologi
Bandung. Bandung.