



Dr. I Made Jiwa Astika, M.MT

ALFASELULOSA KAPUK RANDU

SEBAGAI BAHAN BAKU PROPELLANT AMUNISI

Propelan amunisi merupakan bagian penting dari sistem senjata yang berfungsi untuk meluncurkan timah panas atau bahan peledak ke sasaran sehingga sasaran menjadi hancur. Industri dalam negeri sampai saat ini belum mampu membuat atau memproduksi bahan propelan amunisi. Kebutuhan adanya bahan propelan amunisi masih dipenuhi dari impor padahal bahan propelan amunisi merupakan salah satu material yang strategis untuk kemandirian di bidang amunisi.

Bahan baku propelan amunisi sebagian besar tersusun dari senyawa kimia alfa selulosa. Senyawa kimia ini dapat diperoleh di berbagai tanaman dan hewan yang tersebar dari sabang sampai merauke, tetapi kuantitas kandungan alfaselulosa-berbeda-beda. Buah kapuk adalah salah satu sumber senyawa kimia alfa selulosa.

Buku ini disusun bertujuan untuk mengeksplorasi alfaselulosadari buah kapuk sehingga diperoleh alfaselulosadengan tingkat kemurnian di atas 90 % yang memenuhi kualifikasi sebagai bahan propelan amunisi. Alfaselulosa dalam sampel buah kapuk yang meliputi serat, hati, dan kulit dapat diperoleh melalui metode ekstraksi, digesting, dan pemurnian yang meliputi: khlordioksida, ekstraksi dan hi-poklorinasi.

Pada proses pemurnian dilaksanakan lima kali tahapan yaitu; DEHDD. Tingkat kemurnian alfaselulosadan rendamen yang diperoleh untuk sampel serat kapuk 91.23 % - 96.89 % rendamen 38.2 gr - 46.67 gr dari 100 gr sampel. Untuk sampel hati kapuk tingkat kemurnian alfaselulosadiperoleh 90.00 % - 93.90 % rendamen 26.19 gr 35.56 gr dari 100 gr sampel. Untuk sampel kulit kapuk tingkat kemurnian alfaselulosadiperoleh 91.42 % - 94.05 % rendamen 29.96 gr - 36.92 gr dari 100 gr sampel.

Dengan diperolehnya alfaselulosadiharapkan mampu mendukung industri pertahanan khususnya dalam memproduksi nitroselulosa sebagai bahan utama propelan amunisi dan untuk mewujudkan rencana strategis pemerintah ke depan untuk membangun pabrik bahan propelan amunisi.

Penerbit Brilian Internasional
Griya Candra Mas FA-10 Sedati, Sidoarjo
HP/WA: 0812 4927 5146, 0878 5254 7418
e-mail : aguswijaya.bi@gmail.com



Dr. I Made Jiwa Astika, M.MT

ALFASELULOSA KAPUK RANDU

Brilian Internasional



Dr. I Made Jiwa Astika, M.MT

ALFASELULOSA KAPUK RANDU

SEBAGAI BAHAN BAKU PROPELLANT AMUNISI

Brilian Internasional

Dr. I Made Jiwa Astika, M.MT

ALFASELULOSA KAPUK RANDU

SEBAGAI BAHAN BAKU PROPELLANT AMUNISI

Penerbit

Brilian Internasional

Dr. I Made Jiwa Astika, M.MT

ALFASELULOSA KAPUK RANDU

SEBAGAI BAHAN BAKU PROPELLANT AMUNISI

Surabaya, Brilian Internasional, 2020

xii + 80 hal: 15 x 21 cm

ISBN 978-623-6776-11-7



Desain sampul & *lay-out*:

Tim Brilian Internasional

Editor: Agus Wijaya

Cetakan ke-1, Desember 2020

Penerbit Brilian Internasional

Griya Candra Mas FA-10 Sedati, Sidoarjo

HP/WA: 0812 4927 5146, 0878 5254 7418

e-mail : aguswijaya.bi@gmail.com

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas rahmat-Nya yang telah tercurah, sehingga penulis bisa menyelesaikan buku berjudul *Alfaselulosa Kapuk Randu sebagai Bahan Baku Propellant Amunisi* ini. Adapun tujuan dari disusunnya buku ini adalah supaya para pembaca dapat mengetahui bagaimana cara eksplorasi alfaselulosa dari kapuk randu sehingga memenuhi kualifikasi sebagai bahan baku propellant amunisi.

Tersusunnya buku ini tentu bukan dari usaha penulis seorang. Dukungan moral dan material dari berbagai pihak sangatlah membantu tersusunnya buku ini. Untuk itu, penulis ucapkan terima kasih kepada keluarga, sahabat, rekan-rekan, dan pihak-pihak lainnya yang membantu secara moral dan material bagi tersusunnya buku ini.

Buku yang tersusun sekian lama ini tentu masih jauh dari kata sempurna. Untuk itu, kritik dan saran yang membangun sangat diperlukan agar buku ini bisa lebih baik nantinya.

Surabaya, 1 Desember 2020

Penulis,

Dr. I Made Jiwa Astika, M.MT

TENTANG PENULIS



I Made Jiwa Astika lahir pada tanggal 02 Mei 1966 di Tabanan, Bali. Beliau telah berkeluarga dikarunai 3 anak.

Perjalanan karirnya setelah studi S1 di Universitas Udayana, Denpasar di Fakultas MIPA Prodi Kimia melanjutkan karier sebagai Perwira TNI AL tahun 1992. Pada tahun 2000 melanjutkan Studi S2 di Insitut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya mengambil Jurusan Manajemen Teknologi Industri, kemudian pada tahun 2007 melanjutkan Studi S3 di Universitas Brawijaya Malang konsentrasi Sumber Daya Alam dan Lingkungan. Beliau telah menempuh beberapa program pendidikan militer diikuti secara berjenjang di antaranya Sekolah Lanjutan Perwira 1, Sekolah Lanjutan Perwira 2, Sus Manajemen Strategi, Sus Senjata Rudal Harpoon, dan Sus Perwira Litbang.

Selama meniti karier di TNI AL, sebagai Perwira TNI AL, beberapa jabatan strategis diampu di antaranya: sebagai Kepala Urusan Peneliti tahun 1992, sebagai Kepala Sub Balistik tahun 1995, sebagai Kepala Seksi Senjata Umum tahun 1997, sebagai Kepala Seksi Senjata Bawah Air tahun 1999, sebagai Kepala Seksi Amunisi dan Bahan Peledak 2004, sebagai Kadep Opsdik STTAL tahun 2010, sebagai Direktur Diploma STTAL tahun 2014, sebagai Direktur Sarjana STTAL tahun 2019 sampai sekarang.

Hasil karya di beberapa Jurnal Nasional dan Internaional yang sudah diterbitkan antra lain:

- a. Pengaruh Waktu Nittrasi dan Penggunaan Gelombang Ultrasonik Terhadap Persentase Mol Nitrogen dalam Nitroselulosa Hasil Sintesis Berbahan Dasar Serat Kapas.
- b. Explorasi Alpha Selulosa Buah Kapuk Randu sebagai Bahan Baku Propellan Roket, Kajian Teknis Operasi *Underwater Explosive* Pada Bahan Peledak *Height Explosive* Berbentuk *Cone*.
- c. Rancang Bangun *Warhead* dengan Sistem *Firing Device* sebagai Senjata Tempur Dasar Laut.
- d. Kajian Teknik Penghancuran Jembatan Beton dengan Menggunakan Bahan Peledak TNT dan C4 yang Efektif dan Efisien Guna Mengoptimalkan Daya Hancur Bahan Peledak.
- e. Studi Kelayakan Pembangunan *Port Dacilities* Pengolahan Limbah di Koarmatim Pendekatan CBA-SWOT.
- f. Dampak Derajat Kesehatan Terhadap Ketahanan Nasional Masyarakat di Kabupaten Bangkalan Sebuah Mode Sitem Dinamik.
- g. Analisis Risiko dalam Proyek Perbaikan KRI di Fasharkan Pangkalan Utama TNI AL V Surabaya dengan Menggunakan Metode Fuzzy Fmea.
- h. Kajian Model Pembinaan Guru Militer di Lingkungan Tentara Nasional Angkatan Laut Berbasis Kompetensi.
- i. Rancang Bangun *Exercise Smart Mines* Berbasis Digital dengan Sistim *Firing Devace* Sensor Akustik, Magnetik, *Sonar Emission Detector* serta Gps sebagai Media Latihan Peperangan Ranjau Laut.
- j. Rancang Bangun Material Bom Komposite Smoke Powder Sebagai Senjata Pengelabuan Pertahanan Laut, Udara Dan Darat.

- k. Rancang Bangun *Point Detonating Fuze Cal.20* dan 40 Mm Guna Mendukung Industri Pertahanan dalam Pembuatan Amunisi Dalam Negeri.
- l. Pembuatan Propelan Amunisi Kaliber 9 mm, 5,56 mm, 12,7 mm dan 20 mm Guna Mendukung Kebutuhan Industri Pertahanan dalam Negeri.

Beberapa penghargaan yang diperoleh antara lain: Juara III Lomba Kreativitas Prajurit TNI Bidang Karya Cipta Teknologi 2000, Juara I Lomba Kreativitas Prajurit TNI Bidang Karya Cipta Teknologi 2021, Peran serta Mengikuti Kreativitas Prajurit TNI bidang Karya Tulis Ilmiah 2003, Juara III Lomba Bidang Karya Cipta Teknologi 2004, Seminar dengan Tema Pengembangan Pendidikan KIMIA Abad 21 tahun 2005, Juara II Lomba Karya Tulis Ilmiah tahun 2012, Kesetiaan Prajurit 24 Tahun, Kesetiaan Prajurit 26 Tahun, Juara I Lomba Karya Cipta Teknologi tingkat TNI tahun 2020.

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----|
| KATA PENGANTAR | iii |
| TENTANG PENULIS | iv |
| BAB 1 PENDAHULUAN | 1 |
| | |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA..... | 5 |
| 2.1 Selulosa | 5 |
| 2.2 Pohon Kapuk..... | 23 |
| 2.3 Proses Isolasi Alfaselulosa | 34 |
| 2.4 Propelan | 44 |
| 2.5 Nitroselulosa..... | 45 |
| | |
| BAB 3 | |
| ANALISIS DAN PEMBAHASAN | 49 |
| 3.1 Hasil Analisis Mineral Sampel Buah Kapuk..... | 49 |
| 3.2 Hasil Analisis Ekstraksi Zat-zat Eksraktif..... | 53 |
| 3.3 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Pada Proses Pemasakan dengan Alat Digester..... | 55 |
| 3.4 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Proses Pemasakan Tanpa Melalui Ekstraksi dengan Pelarut Etanol Benzena..... | 58 |

| | | |
|--------------------------------------|---|----|
| 3.5 | Sampel Kapuk Jenis MH2 Muktiharjo..... | 60 |
| 3.6 | Kandungan Mineral..... | 61 |
| 3.7 | Zat Ekstraktif..... | 61 |
| 3.8 | Isolasi Alfaselulosa pada Proses Digesting..... | 63 |
| BAB 4 SIMPULAN DAN REKOMENDASI | | 69 |
| 4.1 | Simpulan | 69 |
| 4.2 | Rekomendasi | 72 |
| DAFTAR PUSTAKA..... | | 73 |
| GLOSARIUM..... | | 77 |

DAFTAR TABEL

| | | |
|-----------|--|----|
| Tabel 2.1 | Gambaran Skematis Pereaksi dan Produk-produk Turunan Selulosa | 23 |
| Tabel 2.2 | Karakteristik Pohon Kapuk Klon Muktiharjo 2 (MH2)..... | 24 |
| Table 2.3 | Areal dan Produksi Serat Kapuk Rakyat dan Perkebunan..... | 26 |
| Tabel 2.4 | Ekspor Serat Kapuk 2001-2005..... | 26 |
| Tabel 2.5 | Penggolongan Mutu Serat Kapuk..... | 27 |
| Tabel 2.6 | Komposisi Kimia Buah Kapuk..... | 31 |
| Tabel 3.1 | Kandungan Mineral pada Sampel Serat Kapuk Sebelum Proses Ekstraksi, Pemasakan, dan Pemurnian. | 49 |
| Tabel 3.2 | Hasil Analisis Mineral Sampel Hati Kapuk | 50 |
| Tabel 3.3 | Hasil Analisis Mineral Sampel Kulit Kapuk..... | 50 |
| Tabel 3.4 | Kandungan Mineral Pada Sampel Serat Kapuk Setelah Proses Ekstraksi, Pemasakan, dan Pemurnian | 51 |
| Tabel 3.5 | Kandungan Mineral Pada Sampel Hati Kapuk Setelah Proses Ekstraksi, Pemasakan dan Pemurnian | 52 |
| Tabel 3.6 | Kandungan Mineral Pada Sampel Kulit Kapuk Setelah Proses Ekstraksi, Pemasakan, dan Pemurnian | 52 |
| Tabel 3.7 | Zat-zat Ekstraktif pada Sampel Serat Kapuk | 53 |
| Tabel 3.8 | Zat-zat Ekstraktif pada Sampel Hati Kapuk..... | 54 |
| Tabel 3.9 | Zat-Zat Ekstraktif pada Sampel Kulit Kapuk..... | 54 |

| | |
|---|----|
| Tabel 3.10 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen | |
| Proses Pemasakan Sampel Serat Kapuk | 55 |
| Tabel 3.11 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen | |
| Proses Pemasakan Sampel Hati Kapuk..... | 56 |
| Tabel 3.12 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen | |
| Proses Pemasakan Sampel Kulit Kapuk | 57 |
| Tabel 3.13 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen | |
| Proses Pemasakan Sampel Kulit, Hati dan Serat | |
| Kapuk Tanpa Melalui Proses Ekstraksi | 59 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|------------|--|----|
| Gambar 2.1 | Ikatan Hidrogen dalam Selulosa (Two-dimensional Diagram of Intermolecular Bonds in Part of A Cellulose Crystal)..... | 7 |
| Gambar 2.2 | D-glukosa | 8 |
| Gambar 2.3 | β -D-glukosa, Bentuk Hemiacetal..... | 9 |
| Gambar 2.4 | β -D-glukosa Haworth atau Bentuk Pyranosa | 10 |
| Gambar 2.5 | Bentuk selulosa (a) Cellobiose, Haworth form (4-glucopyranosyl- β -D-glucopyranoside). (b) Cellulose, Haworth form (n= DP=degree of polymerization =1 000 -1500), (c) Cellulose, chair form | 11 |
| Gambar 2.6 | Unit sel Selulosa | 16 |
| Gambar 2.7 | Struktur Selulosa Fibril Dasar | 18 |
| Gambar 2.8 | NMR Spektra beberapa Selulosa a. Rammie, b. Cotton Linter, c. hydroselulosa From Cotton Linter, d. Low DP regenerated Selulosa I, e. Aceobacter Xylium Selulosa, f.Valonia Ventricosa | 19 |
| Gambar 2.9 | NMR Spectra Selulosa.a dan b, of Low-DP Selulos II. c, Coreresponding, respectively, to the Proposed Crystalline Froms of Selulosa I, namely I α and I β Spectra b dan c, were obtained by Taking Linear Combination of Low-DP Acetobacter Selulosa Spectra. Sumber: Mario Pinto B.1999.... | 21 |

| | | |
|-------------|--|----|
| Gambar 2.10 | Reaksi Pembentukan Ion-ion Perhidroksida | 22 |
| Gambar 2.11 | Pohon Kapuk Jenis Muktiharjo | 25 |
| Gambar 2.12 | Skema Penyaluran Buah Kapuk dari Petani Sampai ke Pabrik Pengolah | 28 |
| Gambar 2.13 | Skema Proses Pemisahan Serat Kapuk..... | 28 |
| Gambar 2.14 | Skema Proses Pengolahan Kulit Kapuk Menjadi Soda Kue | 29 |
| Gambar 2.15 | Skema Proses Pengolahan Biji Kapuk..... | 30 |
| Gambar 2.16 | Rumus Bangun Hemiselulosa Setelah Larut dalam | 32 |
| Gambar 2.17 | Rumus Bangun Lignin..... | 33 |
| Gambar 2.18 | Hubungan antara Bahan Terlaut dengan Waktu Pemasakan dan Temperature..... | 38 |
| Gambar 2.19 | Rumus Bangun Nitroselulosa. | 47 |
| Gambar 3.1 | Chemical Structure of Some Common Terpenes and Terpenoids | 62 |
| Gambar 3.2 | Chemical Structures of Some Phenolic dan Tannin Extractives | 63 |
| Gambar 3.3 | Reaksi Pemutusan Rantai Lignin dengan Proses Soda | 64 |
| Gambar 3.4 | Grafik Surface Sampel Serat..... | 65 |
| Gambar 3.5 | Grafik Contour Sampel Serat..... | 66 |
| Gambar 3.6 | Proses Pembuatan Alfaselulosa..... | 67 |

BAB 1

PENDAHULUAN

Pertahanan dan kedaulatan negara merupakan sesuatu yang harus dimiliki oleh bangsa Indonesia. Pertahanan negara yang kuat mencerminkan keamanan dan ketentraman masyarakat. Untuk mewujudkan hal tersebut perlu adanya sarana prasarana yang cukup memadai. Senjata roket merupakan salah satu sarana yang sangat strategis untuk pertahanan negara. Penelitian-penelitian yang mendalam dalam bidang senjata roket sampai saat ini belum optimal dilaksanakan di dalam negeri, sehingga senjata roket masih sepenuhnya impor.

Kebutuhan senjata roket untuk pertahanan negara diperlukan dalam jumlah besar, karena negara Indonesia terletak di garis katulistiwa antara benua Asia dan Australia serta antara Samudra Pasifik dan Samudra Hindia. Terdiri atas 17.508 pulau merupakan negara kepulauan terbesar di dunia. Wilayah Indonesia terbentang sepanjang 3.977 mil di antara Samudra Hindia dan Samudra Pasifik. Luas daratan Indonesia 1.922.570 km² dan luas perairannya 3.257.483 km² (Wikipedia, 2008). Harga satu unit senjata roket Yakon jenis 802 senilai Rp. 1 900 000

000, (satu miliar sembilan ratus juta rupiah) (Sailorman, 2005). Apabila kemampuan teknologi roket ini dapat dimiliki dan diproduksi di dalam negeri maka akan berdampak luas baik dari segi finansial maupun dampak psikis terhadap Negara luar.

Propelan roket adalah bagian roket yang berfungsi sebagai bahan pendorong roket untuk menuju sasaran. Propelan roket tersusun dari beberapa senyawa kimia antara lain, nitroselulosa, nitroglicerine, etil sentralit (C₁₇ H₂₀ N₂O) dan kalium nitrat (KNO₃). Alfaselulosa adalah senyawa kimia yang digunakan untuk membuat Nitroselulosa. Selulosa dapat diperoleh dari berbagai tanaman diantaranya dari buah kapuk, dimana eksplorasi pemanfaatannya di Indonesia sebagai bahan baku propelan masih langka.

Produksi serat kapuk Indonesia tahun 2002 sebesar 84.700. ton, dikonsumsi dalam negeri 83.000 ton dan sisanya 1.700 ton di ekspor . Negara tujuan ekspor serat kapuk pada tahun 2003 adalah Singapura (US\$ 237.851), Jepang (US\$ 194.253), Belanda (US\$ 142.930), Cina (US\$ 141.964) dan Amerika Serikat (US\$119.615) (Sahid, 2003).

Pemanfaatan buah kapuk untuk kepentingan sendiri melalui pengambilan alfaselulosa sebagai bahan baku bahan peledak adalah sangat strategis dan memiliki nilai guna yang lebih dibandingkan mengekspor berupa bahan mentah. Alfaselulosa sebagai bahan baku propelan memerlukan spesifikasi khusus sehingga suatu penelitian, potensi kapuk sebagai bahan baku alfaselulosa perlu dilakukan.

Penelitian buah kapuk telah dilaksanakan oleh Sahid (2003) tentang diversifikasi produk kapuk untuk meningkatkan pendapatan masyarakat dan daerah. Penelitian ini hanya terfokus pada pemanfaatan bagian-bagian buah kapuk meliputi, kulit, hati, serat dan biji kapuk. Hasil penelitian didapatkan komposisi buah kapuk yang meliputi, kulit sebesar 48 %, dapat dimanfaatkan sebagai soda kue. Serat sebesar 21

% dimanfaatkan sebagai isian kasur, bantal serta jaket pelampung, hati 6 % dimanfaatkan sebagai media jamur. Biji kapuk sebesar 25 % dimanfaatkan sebagai minyak goreng.

Ustadi dan Sulistyowati (2003), melaksanakan penelitian peranan pertanaman kapuk dalam produksi madu. Resmi (2004), melaksanakan penelitian tentang eksplorasi serat kapuk sebagai bahan baku tekstil. Karakter kapuk yang licin, berminyak, serat pendek, serta bersifat menolak air, menyebabkan kapuk tidak cocok untuk diolah menjadi benang produksi. Meryhati dan Hakiki (2005), melaksanakan penelitian penambahan serat kapuk pada campuran SMA (Split Marstic Asphalt) untuk meningkatkan titik leleh dan menurunkan angka penetrasi sehingga menunjukkan adanya pengaruh kekuatan.

Eksplorasi alfaselulosa buah kapuk melalui proses isolasi, purifikasi dan identifikasi diperoleh alaselulosa yang memiliki kemampuan potensial sebagai bahan baku propelan. Dalam proses ini parameter penting dalam proses isolasi alfaselulosa dari kulit, hati dan serat kapuk yang memenuhi spesifikasi bahan baku propelan perlu menjadi perhatian.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Selulosa

Selulosa $(C_6H_{10}O_5)_n$ adalah polimer berantai panjang polisakarida karbohidrat, dari beta-glukosa. Selulosa digunakan sebagai bahan dasar dari banyak produk teknologi kertas, film dan tekstil. Terdiri atas unit-unit anhidroglukopiranososa yang bersambung membentuk rantai molekul. Unit-unit terikat dengan ikatan glikosidik $-\beta-$ (1-4). Dua unit glukosa yang berdekatan bersatu dengan mengeliminasi satu molekul air diantara gugus hidroksil pada karbon 1 dan karbon 4. Kedudukan $-\beta$ dari gugus $-\text{OH}$ pada C1 membutuhkan pemutaran unit ulang dari rantai glukosa berikutnya melalui sumbu C1- C4 cincin piranososa. Rumus empirisnya adalah $(C_6H_{10}O_5)_n$. Berat molekul selulosa 162 000 sampai 2 430 000, dengan Derajat Polimerisasi 1 000 sampai 15 000¹ (Casey P, 1980).

1 Casey P. 1980. Pulp and Paper Chemistry and Chemical Tecnology Volume I. John Wiley & Sons. New York Chichester Brisbane Toronto.p. 377-745.

Berdasarkan pada derajat polimerisasinya selulosa dapat digolongkan menjadi alfaselulosa, betaselulosa dan gamaselulosa. Selulosa dapat diperoleh melalui proses isolasi dari berbagai jenis tanaman. Senyawa-senyawa seperti lemak, lignin, protein dan pektin dapat dihilangkan dengan cara ekstraksi dengan pelarut organik atau alkali encer.

Alfaselulosa adalah selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan DP (derajat polimerisasi) 600 - 1500². Alfaselulosa dipakai sebagai penduga dan penentu tingkat kemurnian selulosa. Selulosa dengan derajat kemurnian $\alpha > 90\%$ memenuhi syarat untuk digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan propelan atau bahan peledak. Sedangkan selulosa kualitas dibawahnya digunakan sebagai bahan baku pada industri kertas dan industri kain (serat rayon). Semakin tinggi kadar alfaselulosa, maka semakin baik mutu bahannya.

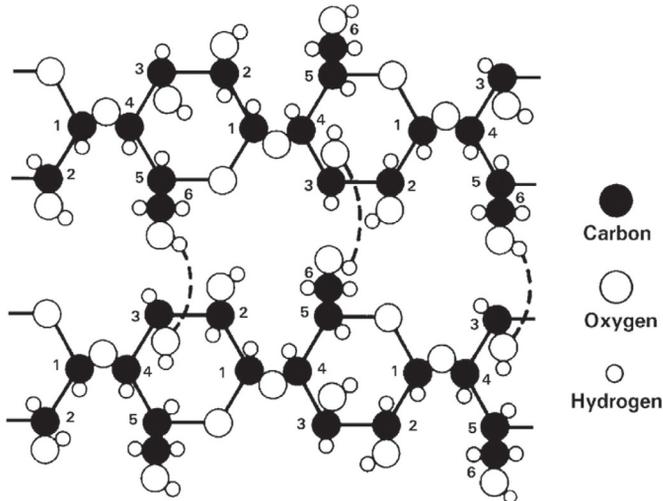
Betaselulosa adalah selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP (derajat polimerisasi) 15 - 90, dapat mengendap bila dinetralkan.

Gamasselulosa adalah selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP (Derajat Polimerisasi) kurang dari 15 (Balitbang Dephan, 2000).

Selulosa mengandung gugus OH di sepanjang rantainya yang menyebabkan secara keseluruhan selulosa bermuatan negatif dan gugus OH dapat mengikat air (H-OH) atau gugus O lain pada rantai selulosa. Kemampuan membentuk ikatan ini disebut ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen yang terdapat dalam serat sangat teratur yang disebut dengan daerah kristalin. Bentuk selulosa berupa molekul besar yang

2 Cowd. M. A. 1991.KIMIA POLIMER.ITB Bandung. p. 51-89.

mempunyai daerah kristalin dan amorf, maka reaksi-reaksi selulosa merupakan reaksi heterogen yang banyak tergantung pada gugus-gugus yang berada pada permukaan atau daerah-daerah yang dapat ditembus oleh larutan kimia. Ikatan dan gugus-gugus selulosa yang dapat bereaksi adalah ikatan glikosidik, ikatan hemiasetal, gugus hidroksil dan gugus aldehida. Gambar struktur kimia selulosa dengan ikatan hidrogen terdapat pada Gambar 2.1.



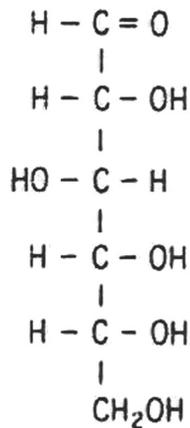
Gambar 2.1. Ikatan Hidrogen dalam Selulosa (*Two-dimensional Diagram of Intermolecular Bonds in Part of A Cellulose Crystal*)

Sumber: Neimo Leo, 1999.

2.1.1 Struktur Kimia Selulosa

Studi tentang ilmu kimia selulosa yang dimulai tahun 1838 oleh Payen, menunjukkan, melalui analisis elemental, bahwa jaringan tumbuhan berisi komponen utama yang mencakup 44.4% karbon, 6.2% hydrogen, dan 49.3% oksigen. Ini sama dengan formula empiris $C_6H_{10}O_5$ dan berat formula sebesar 162. Analisis berat molekul dari

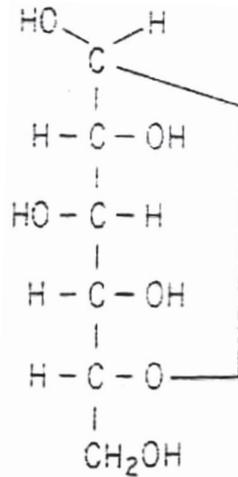
selulosa mengindikasikan berat formula yang jauh lebih besar dari 162, selulosa merupakan, polymer tinggi (molekul yang terdiri atas banyak unit pengulangan yang relatif sederhana yang dihubungkan oleh ikatan kimia atau agregat molekul sederhana yang disatukan oleh kekuatan sekunder dari asosiasi. Bukti yang dikumpulkan setelah 1930 menunjukkan bahwa selulosa adalah polymer yang terdiri atas banyak unit pengulangan. Unit ini berasal dari kondensasi D-glukosa, gula sederhana (hexose monosachharide, $C_6H_{12}O_6$). D-glukosa digambarkan dalam bentuk paling sederhana seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2-2.



Gambar 2.2 D-glukosa

Tanda D mengacu pada posisi sisi kanan dari kelompok OH pada atom C asimetrik yang terjauh dari kelompok aldehyde, misal karbon 5. Karbon asimetrik mempunyai atom yang berbeda atau kelompok di setiap empat valensi. Gula mempunyai kelompok OH pada atom asimetrik terakhir ke kiri yang dispesifikasikan dengan L gula.

Enam atom karbon dalam rantai diberi angka menurut konvensi, mulai dengan aldehyde carbon (1). Dalam larutan cair, glukosa ada dalam berbagai bentuk cincin tertutup. Bentuk cincin yang paling menarik adalah bentuk β -D- hemiacetal seperti pada Gambar 2.3.

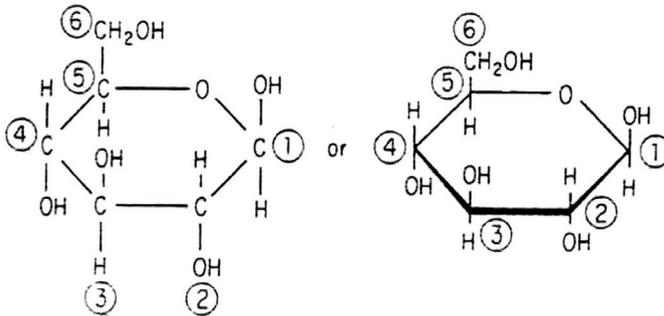


Gambar 2.3 β -D-glukosa, Bentuk Hemiacetal

Di sini dibuktikan bahwa aldehyde dan bentuk hemiacetal dari glukosa mengandung jumlah yang sama dan jenis atom yang sama, tapi disana ada perubahan pengaturannya antara karbon 1 dan 5.

Formula untuk glukosa pada Gambar 2-3 bukan representasi yang baik untuk hubungan spasial aktual dari atom dengan molekul glukosa. Bentuk Haworth yang lebih realistis ditunjukkan di pada Gambar 2-4. Bentuk Haworth dapat dilihat dari bentuk rantai karbon yang lurus (Gambar 2-4) dengan membengkokkan rantai karbon dan merotasi ikatan antara atom karbon 4 dan 5. Formula di kanan disederhanakan,

dan bayangan digunakan sebagai alat bantu melihat cincin yang tegak lurus ke bidang datar dari halaman dengan ikatan yang berat di depan. Gula mempunyai 6 struktur anggota seperti yang ada di Gambar 2-4, dan ini diilustrasikan sebagai pyranoses, dan yang mempunyai 5 struktur anggota, dinyatakan sebagai furanoses.



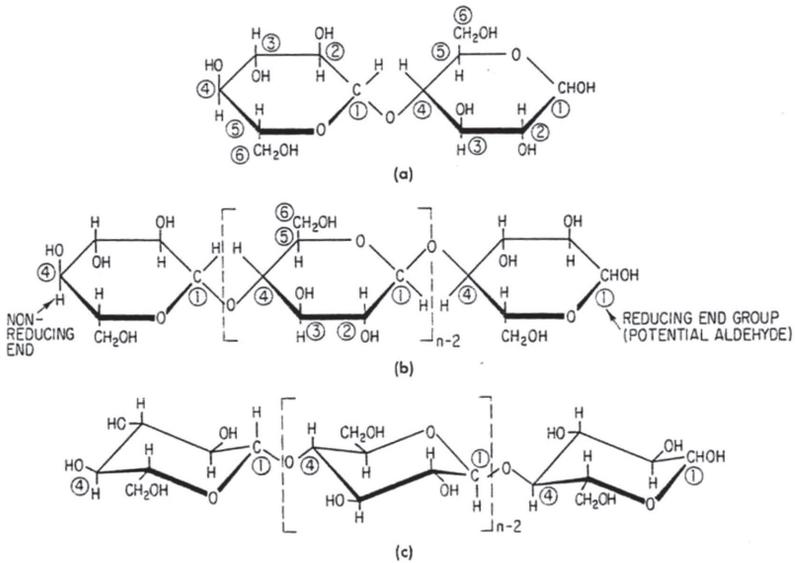
Gambar 2.4 β-D-glukosa Haworth atau Bentuk Pyranosa

Sumber: Franklin, 1979

Sejak tahun 1950, kesesuaian cincin pyranose ditebuk sehingga hubungan valensi karbon dapat memiliki sudut normal 109.5° dan bukan 120° seperti pada gambar Haworth yang heksagonal.

D-glukosa adalah unit bangunan dasar dari selulosa yang dibuktikan oleh berikut ini: Selulosa ditunjukkan sebagai polymer dengan menggunakan teknik-teknik seperti osmometry, penyebaran cahaya, kinetik, analisis kelompok akhir, dan difraksi x-ray. Polymer “murni” selulosa dapat dihidrolisasi menjadi D-glukosa. Jadi selulosa dapat dianggap sebagai anhydroglucose polymer. Prefix anhydro berarti air hilang dari glukosa selama kondensasinya menjadi selulosa, reaksi mengacu pada jumlah unit pengulangan anhydro-glucose dalam molekul selulosa tertentu dan ini dilihat sebagai tingkat polymerisasi, DP. Berat

molekul dari selulosa adalah sama, untuk semua tujuan praktek, yaitu 162 x DP. Nilai yang diterima saat ini untuk DP selulosa adalah 1.000 sampai 15.000 (berat molekul = 162.000 sampai 2.430.000), tergantung pada sumber dan ekstensi degradasi specimen dan juga pada metode yang digunakan untuk menentukan DP³. Seperti terdapat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Bentuk selulosa (a) *Cellobiose, Haworth form (4-glucopyranosyl- β -D-glucopyranoside)*. (b) *Cellulose, Haworth form ($n = DP = \text{degree of polymerization} = 1\ 000 - 1500$)*, (c) *Cellulose, chair form* (Sumber: Franklin, 1979)

Hubungan membedakan selulosa dari fraksi linear zat tepung (amylose), yang merupakan 1,4- -polymer dari D-anhydroglucose. Hubungan menghasilkan rotasi 180° pada unit glukosa pengganti.

3 Franklin John. 1979. *The Pulping of Wood*. McGraw-Hill Book Company, New York, p.35-384.

Alternasi ini menghasilkan rantai molekul yang seimbang yang memungkinkan molekul rantai linear dapat terorientasi pada kristal dan struktur serat dengan kekuatan regang yang tinggi. Sebaliknya, hubungan dari amylose (fraksi linear dari zat tepung) tidak mendukung penyeimbangan struktur molekul melalui rotasi unit glukosa, sehingga molekul amylose mengasumsikan bentuk spiral atau kumparan dan tidak membentuk fiber dibawah kondisi normal.

2.1.2 Berat Molekul Selulosa

Berat molekul dari selulosa dalam keadaan asli adalah tidak mungkin ditentukan secara langsung, karena isolasi selulosa selalu melibatkan degradasi dan kontaminasi. Karena beberapa metode yang digunakan untuk mengisolasi selulosa dan metode untuk menentukan berat molekul, ada perbedaan yang besar antara nilai-nilai yang dipublikasikan dari berat molekul selulosa.

Selulosa, seperti beberapa polymer, terdiri atas gabungan molekul yang sangat berbeda ukurannya. Jadi, nilai yang ditunjukkan untuk berat molekul dari sampel yang ada harus merupakan nilai “rata-rata”. Dengan tergantung pada teknik pengukuran, kita dapat mengetahui rata-rata jumlah, rata-rata berat, rata-rata kekentalan (viskositas), dan berat molekul rata-rata. Rata-rata jumlah diukur melalui tekanan osmotic atau analisis kelompok akhir; rata-rata berat melalui penyebaran cahaya; rata-rata viskositas melalui viskositas solusi; dan rata-rata zeta melalui ultracentrifuge. Rasio rata-rata berat dan rata-rata jumlah dari berat molekul adalah pengukuran luas distribusi ukuran molekul; misal, semakin besar rasio, semakin luas tingkatan berat molekul dalam sampel.

Berat molekul rata-rata jumlah dapat dilihat melalui penambahan jumlah molekul dari setiap berat molekul yang dikalikan dengan berat molekul tersebut dan dibagi dengan jumlah total molekul. Berat molekul

rata-rata berat didapatkan dengan menambahkan berat material dari setiap berat molekul kali berat molekul dan dibagi dengan total berat sampel,

Tingkat polimerisasi adalah jumlah unit pengulangan yang ada dalam sampel. Karena setiap unit pengulangan mempunyai berat formula yang sama, pengalihan DP menurut berat formula yang sama, atau mendekati berat molekul.

Persiapan selulosa yang kurang didegradasi dari kayu akan diisolasi melalui nitrasi langsung atau sulphite pulping ringan, dan mereka menghasilkan nilai-nilai DP penyebaran cahaya sebesar 7.000 sampai 10.000 untuk kayu keras dan kayu halus. Nilai-nilai dari satu setengah magnitude ini dilaporkan, tapi mereka mungkin melibatkan degradasi yang lebih besar dan konstanta yang salah dalam korelasi viskositas. Selulosa yang didegradasi dibawah DP 200 telah diamati. Studi tentang distribusi berat molekul dalam sampel selulosa membutuhkan lebih banyak penelitian, karena beberapa studi diperumit oleh degradasi dan kontaminasi dengan hemiselulosa.

Metode viskositas untuk pengontrolan produksi dalam pabrik pulp atau pabrik bleach digunakan di beberapa pabrik, khususnya yang membuat dissolving pulps (alpha tinggi). Metode ini juga dapat digunakan untuk menentukan ekstensi selulosa atau definisi pulp selama penelitian. Selulosa dilarutkan dalam agent swelling (pengembang) yang kuat (cupriethylenediamine, cuprammonium hydroxide, sodium iron tartrate) atau dinitrasi dan kemudian dilarutkan dalam pelarut organik. Untuk tujuan pengontrolan, viskositas larutan yang dihasilkan diukur pada konsentrasi tunggal dengan menggunakan capillary tube viscometer atau prosedur falling-ball (menjauhkan bola). Viskositas dapat ditunjukkan dalam detik atau dengan menggunakan konstanta kalibrasi, seperti centipoises.

Untuk menghubungkan nilai-nilai viskositas ke berat molekul aktual, metode viskositas harus dikalibrasi pada prosedur basic seperti penyebaran cahaya atau ultracentrifuging. Dengan mengukur viskositas centipose dari specimen selulosa tunggal pada serangkaian konsentrasi dan melalui ekstrapolasi data dalam bentuk yang tepat menuju konsentrasi nol, viskositas intrinsik $[\eta]$ didapatkan. Dengan menggunakan serangkaian sampel selulosa dari berat molekul yang berbeda, viskositas intrinsik mereka dibandingkan dengan berat molekul respektif MW dari setiap sampel seperti yang ditentukan melalui penyebaran cahaya atau ultracentrifuging. Saat log dari $[\eta]$ digambarkan menurut log MW, garis lurus didapatkan. Kemiringan dan intercept (lintasan) line ini membantu evaluasi konstanta a dan K dalam persamaan sederhana

$$[\eta] = K \cdot MW^a$$

Jadi, saat konstanta ini dikenal untuk sistem selulosa pelarut tertentu, pengukuran sederhana terhadap viskositas solusi (larutan) di beberapa konsentrasi membantu perhitungan berat molekul rata-rata dari sampel.

2.1.3 Struktur Fisik Molekul Selulosa

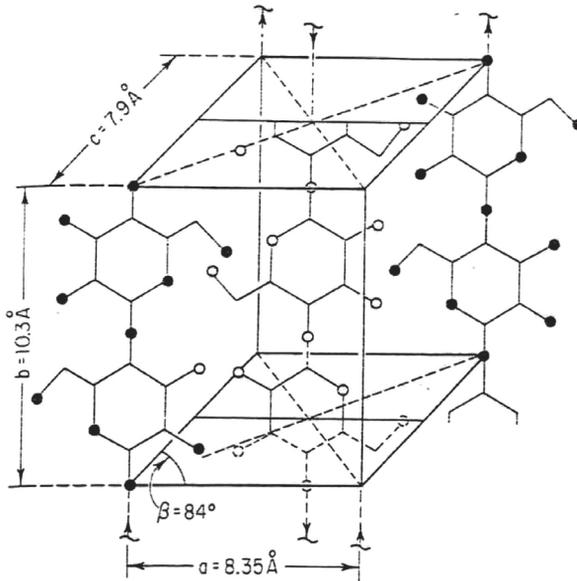
Struktur serat kayu, molekul selulosa ada dalam keadaan yang sangat terorganisasi dalam bentuk elemen-elemen fibrillar, yang kemudian diorganisasi untuk membentuk berbagai dinding sel dari fiber. Ketidakmampuan selulosa untuk dilarutkan dalam air dan dicirikan dalam alkalies cair, selain keberadaan lima atom oksigen untuk 6 atom karbon disebabkan oleh ikatan hydrogen yang ekstensif antara rantai-rantai selulosa individual. Ikatan inter dan intramolekular dari selulosa bertanggung jawab atas perilaku fisik, mekanik dan kimia dari selulosa, termasuk daya larutnya. Agar keseragaman reaksi baik, bahan-bahan kimia harus merupakan agent swelling yang kuat untuk selulosa. Jadi,

di beberapa respek, organisasi fisik dari molekul selulosa membayangi struktur kimia dari molekul individual.

Fibril elementary (dasar) terdiri atas molekul selulosa yang diatur dalam fashion yang sangat terorganisasi, tapi detailnya tidak ditunjukkan selain fakta bahwa sistem ini telah dipelajari secara ekstensif melalui difraksi x-ray dan penyebaran infra merah, serta melalui mikroskop elektron, penyerapan air, kinetik hydrolysis, indeks refraktif dan pengukuran kepadatan.

Selulosa sangat kristal sebagai hasil dari pengikatan hydrogen yang ekstensif, tapi tingkat kristalinitas yang ditentukan oleh berbagai prosedur menjadi bervariasi dan disana ada kesulitan dan beberapa kontradiksi dalam menghubungkan berbagai metode ke model-model yang diajukan untuk pengaturan molekular. Istilah selulosa cystalite dan amorphous selulosa terlalu terbatas karena selulosa terdiri atas daerah-daerah dengan distribusi yang luas akan berbagai tingkat order yang merepresentasikan tingkatan pengepakan molekular yang luas. Nilai-nilai point tunggal yang ditunjukkan oleh persen kristalinitas adalah sangat penting untuk meranking sampel dan untuk menghubungkan kristalinitas ke properti kimia dan fisik selulosa secara kualitatif. Istilah “kristalinitas selulosa” tidak dapat didefinisikan kecuali dengan prosedur yang digunakan untuk mengukur ini. Selulosa asli adalah 50-70% crystalline saat diukur oleh metode fisik seperti difraksi x-ray, inframerah dan kepadatan, dan 85-95% saat diukur dengan metode daya akses seperti hydrolysis asam dan reaksi kimia (Gambar 2-6).

Representasi ideal dari sel unit “kristal” selulosa adalah bahwa Meyer-Misch didasarkan pada x-ray dan pengukuran difraksi elektron (Gambar 2-6). Sel unit ini adalah volume terkecil dari daerah kristal selulosa dan dapat diulang untuk membentuk volume kristal yang utuh.



Gambar 2.6 Unit sel Selulosa

Sumber: Fanklin. 1979

Tingkat order yang tinggi yang direpresentasikan oleh sel unit ini adalah tidak konsisten dengan bukti eksperimental, dan seseorang harus berkesimpulan bahwa daerah crystalline sebenarnya terbentuk dari tingkatan-tingkatan dari order dibawah ini yang direpresentasikan oleh sel unit. Selain itu, karena molekul selulosa dengan rantai yang panjang melewati daerah yang diatur dengan baik atau diatur dengan kurang baik, disana mungkin tidak ada transisi yang tiba-tiba dari order tiga dimensi ke ketidakhadiran order secara utuh (amorphous), dan ada kemungkinan bahwa ada rating tingkatan order dalam selulosa yang berkelanjutan. Meskipun sel unit hipotetis, ini tetap berharga untuk analisis kristalinitas selulosa dan propertinya.

Dibuktikan bahwa jarak antar rantai dalam sel unit dan dalam daerah yang sangat teratur dari selulosa adalah cukup kecil (kurang dari 3.1A) untuk mendukung ikatan hydrogen ekstensif dan kekuatan valensi sekunder lainnya. Berbagai usaha untuk mengkarakteris-tikkan lokasi dan keadaan ikatan hydrogen dibuat melalui gabungan penggunaan difraksi x-ray dan teknik-teknik penyerapan infra merah. Hasilnya tetap sulit direkonsi-liasi, tapi disana ada bukti yang kuat untuk ikatan hydrogen berikut :

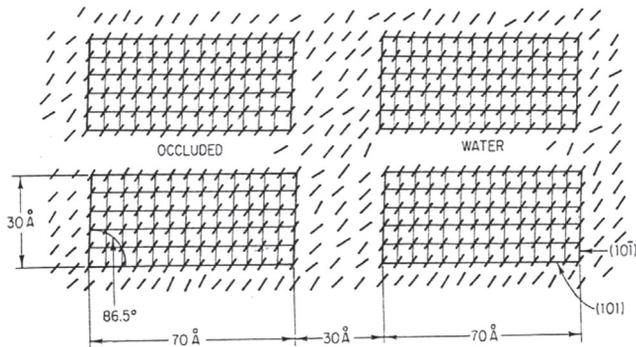
Intermolekular :

C_6 hydroxyl \longrightarrow oksigen jembatan Intramolekular

C_3 hydroxyl \longrightarrow oksigen cincin yang berdekatan

Spektrum yang luas dari tipe dan kekuatan ikatan hydrogen (dan sekunder yang lain) adalah sesuatu yang masuk akal, mulai dari yang ditemukan dalam daerah crystalline “sempurna” (misal sel unit) sampai yang ada di fashion yang kurang padat dan kurang terorganisasi dalam daerah dengan order yang relatif rendah (“amorphous”).

Elemen fibril dasar selulosa dalam daerah dengan diameter sekitar 30A telah dikenal dengan cukup baik, meskipun struktur halus mereka tidak didokumentasikan dengan baik. Struktur ideal yang diterima secara luas adalah struktur Frey-Wyssling, seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2-8. Representasi ini menunjukkan microfibril yang terdiri atas empat fibril elementary dengan material paracrystalline dengan order kurang baik antara fibril-fibril elementary (dasar). Molekul selulosa bekerja di sudut akan menuju bidang kertas.



Gambar 2.7 Struktur Selulosa Fibril Dasar

Sumber: Franklin. 1979

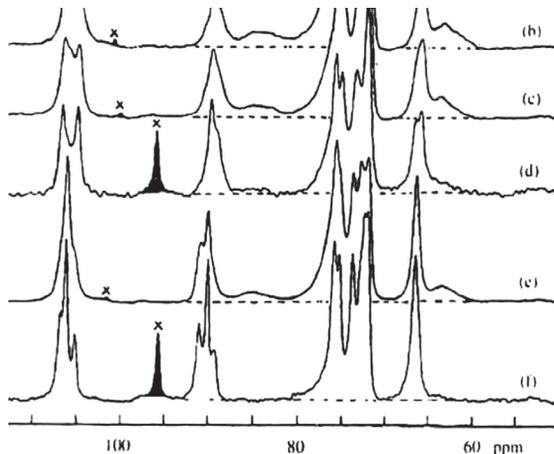
Diskusi di atas tentang sel unit mengacu pada selulosa asli, yang dikenal sebagai selulosa I. Tiga sel unit lattice kristal dasar yang lain telah diketahui, yaitu selulosa II, III dan IV, meskipun hanya II yang dianggap sebagai modifikasi utama. Selulosa II diperoleh dengan memberi selulosa asli dengan sekitar 18% alkali cair (mercerization) atau dengan melarutkan selulosa sebagai derivatif atau kompleks dan meregenerasi selulosa. Selulosa II mempunyai dimensi-dimensi yang berbeda untuk sel unitnya, mungkin sebagai hasil dari pengurangan dan perubahan pengepakan molekular dan ikatan hydrogen.

Bagian tentang organisasi molekular selulosa ini akan disimpulkan dengan observasi bahwa molekul selulosa tidak diorganisasi dalam fashion yang sederhana sehingga benar-benar paralel ke sumbu microfibril, tapi dilipat, dengan lipatan tegak lurus ke sumbu microfibril. Perbedaan tingkatan kristalinitas dapat dihubungkan ke aliran packing (kemasan) molekular, lipatan, dan ujung rantai. Studi eksperimental terbaru dengan selulosa dan derivatif zat tepung memberi beberapa bukti tentang kemungkinan ini. Penemuan memparalelkan hasil stu-

di rantai lipat dan struktur lamellar dalam area polymer sintetik. Observasi ini memunculkan keraguan pada beberapa teori sebelumnya tentang pengaturan molekul. Beberapa model untuk sistem selulosa berlipat telah diajukan; tapi, tidak ada yang diterima secara luas. Pada kenyataannya, beberapa pekerja tidak merasa bahwa konsep rantai lipat dapat diaplikasikan ke selulosa asli.

2.1.4 Analisis Selulosa dengan Alat NMR (Nuklir Magnetik Resonansi)

Analisis selulosa dengan alat (CP/MAS)¹³C NMR spektra dari berbagai sampel selulosa (selulosa) dapat ditunjukkan pada Gambar 2.8 meliputi (a) fiber ramie, (b) cotton linter, (c) hydrocellulose dipersiapkan dari cotton linter melalui hidrolisis asam, (d) selulosa regenerasi DP-rendah I, (e) selulosa dari *Acetobacter xylinum*, (f) dan selulosa dari dinding sel *Valonia ventricosa*, alga.

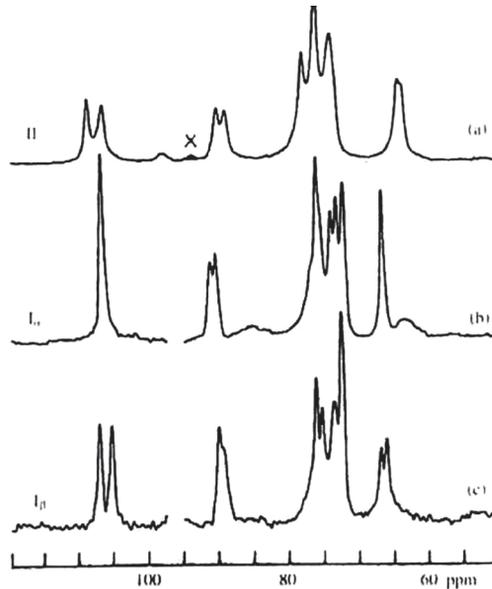


Gambar 2.8 NMR Spektra beberapa Selulosa a. *Rammie*, b. *Cotton Linter*, c. *hydrocellulosa From Cotton Linter*, d. *Low DP regenerated Selulosa I*, e. *Aceobacter Xylum Selulosa*, f. *Valonia Ventricosa*

Semua spektra yang ditunjukkan pada Gambar 2.8 (a)-(f) adalah selulosa yang muncul dalam bentuk yang relatif murni dalam keadaan native mereka dan ini membutuhkan prosedur isolasi yang relatif ringan. Fitur yang paling menonjol dalam spektra, saat dilihat secara bersamaan, adalah variasi pada pola multiplets di C-1, C-4, dan C-6. Resonansi ini, yang dilihat muncul dari rantai-rantai dalam interior dari domain crystalline, terlihat unik bagi selulosa tertentu: diantara bentuk-bentuk asli yang terlihat berbeda dari spesies sumber. Usaha pertama untuk merasionalkan spektra adalah informasi yang mereka sediakan tentang unit sel dari struktur selulosa 1. Tapi, disini tampak jelas bahwa rasionalisasi semacam ini tidak masuk akal karena intensitas dalam multiplet adalah tidak konstan dan mereka tidak ada dalam rasio jumlah keseluruhan yang kecil yang akan menjadi kasus jika unit sel yang sama ditunjukkan di domain kristal. Kesimpulannya adalah bahwa multiplicities adalah bukti heterogenitas site dalam domain kristal, sehingga selulosa asli harus terdiri atas lebih dari satu bentuk kristal.

Rasionalisasi yang lebih jauh dari spektra akan membutuhkan analisis multiplet di C-1, C-4 dan C-6, dan variasi intensitas relatif dari line-line dalam setiap multiplet diantara spektra selulosa yang berbeda. Sebagai tambahan ke pengeluaran bentuk kristal tunggal menurut pertimbangan diatas, disana ada juga kemungkinan untuk mengeluarkan tiga bentuk yang berbeda dengan masing-masing berkontribusi line ke multiplets yang lebih kompleks. Jadi, dekomposisi spektra menurut dua bentuk kristal yang berbeda akan diteruskan. Hasil dekomposisi ditunjukkan sebagai spektra (b) dan (c) Gambar 2.9, dan ini didesain dalam bentuk dan dari selulosa asli; tujuan ini dipilih untuk menghindari kebingungan dengan dan yang telah didefinisikan sebelumnya menurut perbedaan kemunculan band (ikatan) O-H dalam tipe selulosa asli yang berbeda. Spektrum (a) didapatkan dari sampel selulosa II dengan kristalinitas tinggi dan ini digunakan untuk

membedakan heterogenitas bentuk-bentuk kristal yang muncul dalam bentuk selulosa I yang berbeda dari variasi polymorphic yang telah lama dikenal dari kristalinitas selulosa. Spektra (b) dan (c) dalam Gambar 2.9 berasal dari kombinasi linear spektra selulosa 1 DP-rendah (d) dan selulosa acetobacter xylinum (e) dalam Gambar 2.9⁴.



Gambar 2.9 NMR Spectra Selulosa.a dan b, of Low-DP Selulos II. c, Coreresponding, respectively, to the Proposed Crystalline Froms of Selulosa I, namely I α and I β Spectra b dan c, were obtained by Taking Linear Combination of Low-DP Acetobacter Selulosa Spectra. Sumber: Mario Pinto B.1999.

2.1.5 Alkali Selulosa

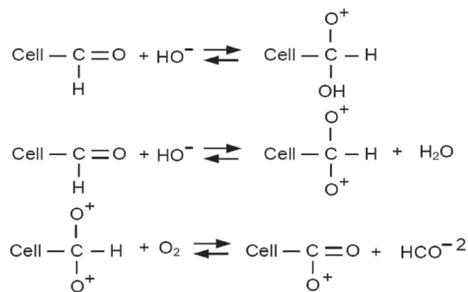
Selulosa mengubah kisi kristalinnnya jika ditambah dengan alkali, tergantung pada macam kation alkali dan konsentrasi alkali.

4 Mario Pinto B.1999. Comprehensive Natural Products Chemistry, Pergamon, USA. pp.529-621

Pengeringan pada suhu yang tinggi menghalangi masuknya alkali ke dalam serat-serat selulosa. Kandungan alkali dalam natrium selulosa naik dengan kenaikan konsentrasi alkali. Konsentrasi NaOH 12 % kandungan sebesar 0,68, dengan 16 % kandungan alkali sebesar 0,87, dengan 19% NaOH dicapai harga maksimum 1 mol permol $C_6H_{10}O_5$. (Wegener dan Jengel, 1995).

Alkali selulosa merupakan zat antara yang penting dalam memproduksi kembali selulosa dan eter selulosa. Alkali selulosa sensitif terhadap oksigen, panjangrantai molekul berkurang selama penyimpanan dalam udara. Gugus-gugus ujung aldehida dari selulosa berkelakuan sebagai asam dalam media alkalis dan membentuk kompleks yang bereaksi dengan transfer ion hidrida dengan oksigen membentuk ion-ion hidropersida . Ion-ion perhidroksil dapat memutus rantai selulosa dalam media alkali, dan terjadi satu pemutusan dari ikatan glikosida untuk setiap ion perhidroksil.

Reaksi pembentukan ion-ion perhidroksida⁵ sebagai berikut:



Gambar 2.10 Reaksi Pembentukan Ion-ion Perhidroksida

Sumber: Wegener dan Jengel, 1995

5 Wegener G dan Jengel D. 1995. Kimia Ultrastruktur Reaksi-reaksi, Gajah Mada University. Bandung. pp. 29.

2.1.6 Produk Turunan Selulosa

Turunan selulosa mempunyai sifat-sifat yang berbeda dari selulosa. Selulosa sebagai senyawa-senyawa polialkohol, karena setiap unit glukosa di dalam rantai molekul mengandung tiga gugus hidroksil (4.2.1). Gugus-gugus OH dapat bereaksi seperti halnya alkohol-alkohol lain membentuk berbagai turunan. Pembentukan ester-ester dengan asam-asam anorganik, ester dengan alkohol-alkohol lain, alkohol dengan basa, hasil-hasil oksidasi, halogenida, amida, seperti terdapat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1

Gambaran Skematis Pereaksi dan Produk-produk Turunan Selulosa

| | Pereaksi | Produk | Contoh |
|------------|------------------------------|------------------------|-----------------------------|
| | Asam Anorganik | Ester Selulosa | Selulosa Nitrat |
| | Asam Organik | Ester Selulosa | Selulosa asetat |
| | Alkali | Alkali Selulosa | Na-Selulosa |
| | Logam Alkali NH ₃ | Selulosat | Na-Selulosat |
| | Alkali + CS ₂ | Tioester Selulosa | Selulosa xantat |
| | Alkali+alkalikhlorida | Eter Selulosa | |
| Selulosa + | Alkali+alkena oksida | Eter Selulosa | Hidroksietil Selulosa |
| | Komplek Logam | Komplek logam Selulosa | Kompleks kadoksena Selulosa |
| | Vinil monomer+katalisator | Kopolimer Graft | Poliaktrionitril Selulosa |

Sumber: Wegener dan Jengel,1995

Faktor lain yang perlu diperhatikan dalam reaksi-reaksi selulosa adalah aksesibilitas yang berarti kemudahan relatif gugus-gugus hidroksi untuk dapat dicapai oleh pereaksi-pereaksi. Morfologi selulosa mempunyai pengaruh yang besar pada reaktivitasnya.

2.2 Pohon Kapuk

Kapuk (*Ceiba pentandra Gaertn dari famili Bombacaceae*) atau randu merupakan pohon yang multiguna, bunganya merupakan

makanan utama bagi lebah madu. Batang kapuk digunakan untuk bahan bangunan dan kerajinan. Gelondong dijemur dan dikupas menjadi serat sebagai hasil utama untuk berbagai macam keperluan. Kulit buah kapuk dapat digunakan sebagai soda kue. Biji kapuk untuk bahan baku minyak goreng dan pakan ternak. Hati buah kapuk dapat diolah menjadi serat pendek. Tanaman kapuk memiliki karakteristik sebagai berikut: batang tinggi besar tingginya 18 m – 70 m, berdaun lebar, menghasilkan sekitar 2000 gelondong (sekitar 80 kg buah/pohon/tahun), berbunga pada bulan Juni-juli dan panen pada bulan September sampai Oktober. Pengembangan pohon kapuk jenis *Karibea* menghasilkan pohon kapuk unggul antara lain Klon Muktiharjo 2. Karakteristik jenis pohon kapuk Klon Muktiharjo 2 (MH2) terdapat dalam Tabel 2.2 (Sahid, 2003).

Tabel 2.2 Karakteristik Pohon Kapuk Klon Muktiharjo 2 (MH2)

| No | Klasifikasi | Karakteristik |
|----|------------------------|---|
| 1 | Asal varietas | Persilangan antara Reuzen Randu x Bondowoso x Congo |
| 2 | Spesies | <i>Ceiba pentandra Gaerth</i> |
| 3 | Tipe | <i>Karibea</i> |
| 4 | Habitus | Pohon besar |
| 5 | Percabangan | Mendatar sedikit membuat sudut |
| 6 | Bentuk cabang | Bulat |
| 7 | Banir pangkal cabang | Kecil |
| 8 | Banir pangkal batang | Kecil |
| 9 | Duri | Batang dan cabang tidak berduri |
| 10 | Panjang buah | ± 22,69 cm |
| 11 | Diameter buah | ± 41,76 mm |
| 12 | Ujung dan pangkal buah | Lebih panjang mengecil |
| 13 | Keadaan buah | Tidak pecah di pohon |
| 14 | Permukaan kulit | Sedikit keriput |
| 15 | Waktu panen | Bulan Agustus – September |

| | | |
|----|--------------------|---|
| 16 | Berat glondong | ± 4,37 kg/100 glondong. |
| 17 | Berat serat | ± 0,88 kg/100 glondong. |
| 18 | Berat biji | ± 1,008 kg/100 glondong |
| 19 | Kadar minyak biji | ± 26,54 (%) |
| 20 | Produksi rata-rata | 2 500gelondong/pohon/tahun |
| 21 | Pengembangan | Di wilayah dengan curah hujan tiap bulan kurang dari 100 mm tidak lebih dari 4 bulan. |
| 10 | Serat | Warna putih dan panjang |

Buah kapuk (gelondong) bisa dipanen apabila sudah kering, yang ditandai dengan kulit yang berwarna kekuningan. Pada saat panen kapuk tidak bisa bersamaan, panen dilaksanakan dua sampai tiga kali panen. Sebagian besar perkebunan kapuk rakyat berlokasi di Jatim, Jateng . Kebun milik BUMN, PT Perkebunan Nusantara di Kabupaten Pasuruan dikelola secara intensif yang diorientasikan ke pasar internasional. Gambar 2.11 memperlihatkan pohon kapuk jenis Muktiharjo 2.



Gambar 2.11 Pohon Kapuk Jenis Muktiharjo 2

Sumber: Kementerian Pertanian, 2007

2.2.1 Areal dan Ekspor Kapuk

Berdasarkan data dari Balai Penelitian Tanaman Tembakau dan Serat (Balittas) Malang, areal tanaman kapuk (*Ceiba pentandra*

Gaertn) di seluruh Indonesia sekitar 280.000 ha, menghasilkan sekitar 2000 gelondongan (sekitar 80kg buah/pohon/tahun). Sebagian besar merupakan perkebunan rakyat sekitar 98% dan sisanya milik swasta serta perkebunan BUMN/negara. Rata-rata areal pada 5 tahun terakhir 2001 sampai 2005 seluas 222.300 ha dengan produksi serat 90.400 ton dan yang diekspor hanya 1.713.375 ton. Nilai ekspor serat US \$ 1.520.105 (Chairul. M, 2005). Tabel 2.3 memperlihatkan areal produksi serat kapuk rakyat dan perkebunan.

Table 2.3 Areal dan Produksi Serat Kapuk Rakyat dan Perkebunan

| Uraian | 2001 | 2002 | 2003 | 2004 | 2005 |
|---------------------------------|---------|---------|--------|---------|--------|
| Luas kapuk rakyat (ha) | 244.400 | 225.200 | 226.70 | 217.500 | 217.50 |
| Luas kapuk perkebunan (ha) | 4.700 | 4.700 | 4.700 | 4.800 | 4.800 |
| Produksi kapuk rakyat (ton) | 83.800 | 79.000 | 88.500 | 89.000 | 89.000 |
| Produksi kapuk perkebunan (ton) | 1.300 | 1.400 | 1.400 | 1.400 | 1.400 |

Sumber: Chairul M, 2005.

Komoditas kapuk selain dibutuhkan pasar dalam negeri juga diekspor ke sejumlah negara Asia seperti India, Singapura dan Amerika Serikat. Ekspor serat kapuk pada tahun 2001-2005 terdapat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Ekspor Serat Kapuk 2001-2005

| Tahun | Berat (ton) | Nilai (US\$) |
|-------|-------------|--------------|
| 2001 | 1 468,0 | 1 155 462 |
| 2002 | 1 697,0 | 1 302 030 |
| 2003 | 1 881 205 | 1 207 164 |
| 2004 | 2 509 413 | 1 139 800 |
| 2005 | 1 713 375 | 1 520 105 |

Sumber: Chairul. M, 2005.

2.2.2 Mutu Serat Kapuk

Mutu serat kapuk yang paling banyak diperdagangkan adalah jenis C min. Penggolongan mutu serat kapuk sesuai dengan tingkat kualitasnya, terdapat pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Penggolongan Mutu Serat Kapuk

| No | Penggolongan | Nama dalam perdagangan. | Syarat | |
|----|--------------|-------------------------|-------------------|-----------------|
| | | | Warna | Kotoran maks(%) |
| 1 | Mutu 1 | Prime Estate | Putih | 1,0 |
| 2 | Mutu 2 | Prime Jepara | Putih | 1,5 |
| 3 | Mutu 3 | Everage Java I | Putih | 2.0 |
| 4 | Mutu 4 | Everage Java II | Putih | 3,0 |
| 5 | Mutu 5 | C. min | Putih | 5,0 |
| 6 | Mutu 6 | C.off I | Putih kekuningan | 6,0 |
| 7 | Mutu 7 | C.off II | Kekuning-kuningan | 7,0 |

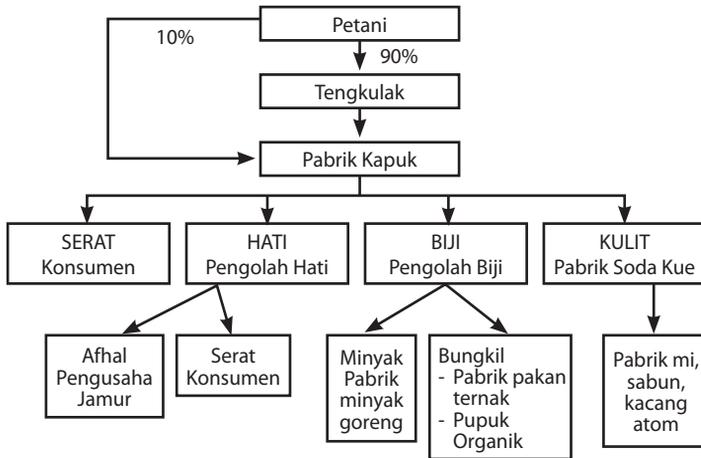
Sumber : Sahid. M, 2003

Karakter serat kapuk yang licin, berminyak, serat pendek, serta bersifat menolak air, menyebabkan kapuk tidak cocok untuk diolah menjadi benang produksi. (Resmi, 2004).

2.2.3 Diversifikasi Produk

Salah satu langkah untuk mengangkat komoditi kapuk yaitu dengan menawarkan manfaat produk olahan atau nilai tambah yang menguntungkan. Untuk meningkatkan nilai tambah, tanaman kapuk tidak hanya didasarkan pada nilai serat saja, tetapi juga melakukan diversifikasi produk, yaitu mengolah hasil sampingan seperti kulit, biji dan hati.

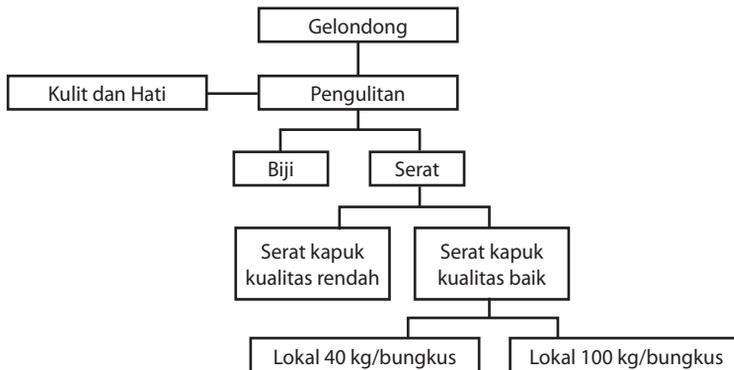
Proses pengumpulan buah kapuk dari petani sampai ke pabrik kapuk terdapat pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Skema Penyaluran Buah Kapuk dari Petani Sampai ke Pabrik Pengolah

Sumber: Sahid, 2003.

Proses pemisahan serat kapuk dari gelondong buah kapuk terdapat dalam Gambar 2.13.

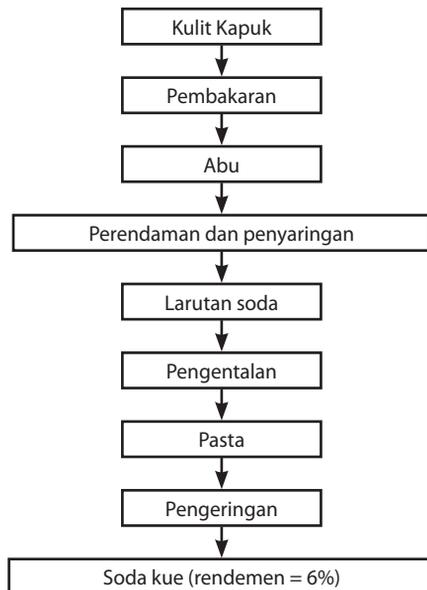


Gambar 2.13 Skema Proses Pemisahan Serat Kapuk (Sumber: Sahid, 2003)

Kulit kapuk dijadikan abu dapat dibuat menjadi soda kue, yang dimanfaatkan dalam proses pembuatan mi. Kulit kapuk diabukan dengan

cara membakar, volumenya tergantung ukuran ruang pembakaran. Abu secara bertahap diangkat ke bak perendam dan penisiran. Bak bagian bawah diisi dengan batu krikil, di atasnya secara berlapis diisi ijuk, kemudian abu ditumpahkan ke bak tersebut dengan ketinggian 5 cm dari bagian atas bak setelah bak diisi abu, dimasukan air sehingga semua abu terendam.

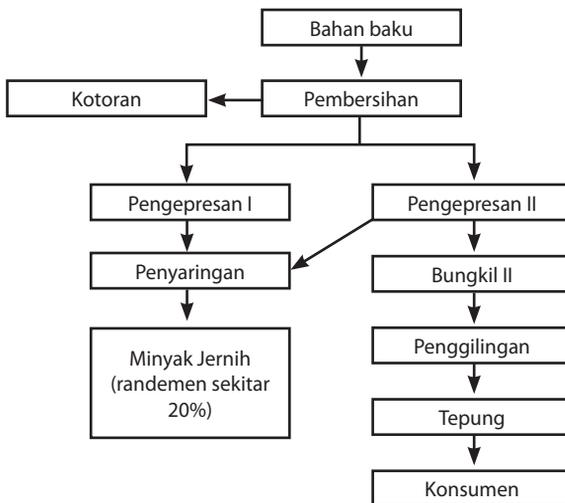
Pada bagian dasar bak dipasang kran untuk mengeluarkan larutan abu yang telah melalui saringan. Larutan abu dikumpulkan pada bak penampungan dan diukur konsentrasinya dengan boometer. Larutan abu yang telah dikumpulkan direbus dengan menggunakan bahan bakar kulit kapuk sehingga larutan abu mengental dalam bentuk pasta. Pasta soda dipindahkan ketempat penggorengan sehingga terwujud tepung soda dan bila sudah kering disebut soda kue. Proses pembuatan kulit kapuk menjadi soda kue terdapat dalam Gambar 2.14.



Gambar 2.14 Skema Proses Pengolahan Kulit Kapuk Menjadi Soda Kue

Sumber: Sahid, 2003

Biji kapuk sebagai hasil samping dapat dimanfaatkan untuk diambil minyaknya. Minyak kapuk berwarna kuning, tidak berbau, dan rasanya tawar. Minyak biji kapuk dapat dicampur dengan minyak biji yang lain seperti minyak sawit atau kelapa. Minyak biji kapuk merupakan komplemen minyak kelapa sawit. Pencampuran minyak kelapa sawit dengan minyak biji kapuk akan menghasilkan minyak goreng yang tidak mudah beku pada temperature rendah. Hubungan komplemen ini dicerminkan dengan adanya korelasi positif antara harga minyak sawit dan harga minyak kapuk. Skema proses pengolahan biji kapuk sebagai berikut.



Gambar 2.15 Skema Proses Pengolahan Biji Kapuk

Sumber: Sahid, 2003

Buah kapuk memiliki nilai guna yang lebih strategis dibidang pertahanan khususnya untuk bahan baku propelan roket dengan jalan memanfaatkan alfaselulosa yang terdapat pada serat, kulit buah dan hati kapuk melalui proses isolasi alfaselulosa yang berasal dari buah kapuk randu dengan cara menghilangkan lignin dan komponen lainnya.

Senyawa kimia yang digunakan adalah pelarut organik maupun anorganik dengan menggunakan beberapa metode yaitu metode digester dan ekstraksi. Hasil selulosa ini dapat diubah menjadi ester selulosa Organik melalui esterifikasi asam lemak dan didukung reaktan asam nitrat yang menghasilkan ester selulosa.

2.2.4 Kandungan Kimia Buah Kapuk

Kandungan kimia buah kapuk dari hasil eksperimen pendahuluan yang dilaksanakan di Balai Besar Pulp dan Kertas Bandung diperoleh kandungan kimia buah kapuk antara lain: selulosa, hemiselulosa, lignin, ekstraktif, dan meneral(abu) seperti terdapat pada Tabel 2.6.

Tabel 2.6 Komposisi Kimia Buah Kapuk

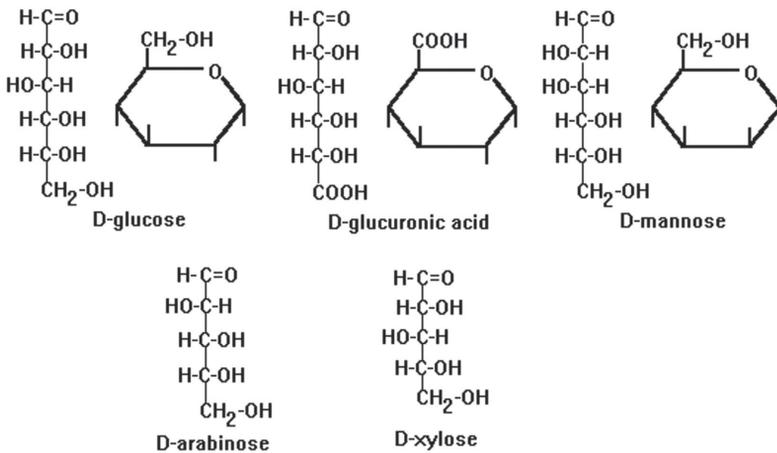
| No | Parameter | Kode Contoh | | | | | | Metoda |
|----|---------------------------|-------------|-------|-------|--------------|-------|-------|------------------|
| | | Kapuk Pecah | | | Kapuk Kuncup | | | |
| | | A1 | A2 | A3 | B1 | B2 | B3 | |
| | | Kulit | Hati | Serat | Kulit | Hati | Serat | |
| 1. | Abu/mineral (%) | 8,51 | 6,40 | 1,37 | 10,00 | 5,52 | 1,50 | SNI 14-1031-1989 |
| 2. | Lignin (%) | 27,57 | 27,90 | 11,60 | 20,99 | 23,58 | 9,90 | SNI 14-0492-1989 |
| 3. | Pentosan/hemiselulosa (%) | 19,47 | 19,35 | 27,65 | 15,67 | 19,06 | 28,68 | SNI 14-1304-1989 |
| 4. | Ekstraktif (%) | 1,28 | 3,14 | 1,71 | 1,13 | 3,82 | 1,82 | SNI 14-1032-1989 |
| 5. | Holoseululosa (%) | 61,29 | 58,79 | 82,81 | 56,10 | 55,57 | 85,34 | SNI 01-1303-1989 |
| 6. | Alfaselulosa % | 31,13 | 28,24 | 39,53 | 24,65 | 27,52 | 41,32 | SNI 14-0444-1989 |

Sumber: Astika, 2008

a. Hemiselulosa

Hemiselulosa adalah polisakarida yang bukan selulosa jika dihidrolisis menghasilkan D-Manosa, D-Galaktosa, D-Xylosa, L-Arabinosa dan Asam Uranat. Derajat polimerisasi antara 150-200, dapat membentuk senyawa adisi pada gugus hidroksil. Reaksi oksidasi dan degradasi akan terjadi lebih dahulu pada hemiselulosa dari pada terhadap selulosa. Hemiselulosa tidak dapat larut dalam air, akan tetapi larut dalam larutan alkali encer dan lebih mudah dihidrolisa asam.

Hemiselulosa berfungsi sebagai pelapis antar serat sehingga degradasi hemiselulosa menyebabkan rendahnya kekuatan antar serat, kandungan hemiselulosa dalam pulp akan mempermudah pembentukan fibril serat (Fibrilasi) selama penggilingan. Hal ini disebabkan oleh struktur non kristal, berat molekul yang rendah dan rantai yang bercabang. Struktur non bercabang juga akan menyebabkan hemiselulosa lebih reaktif terhadap alkali dan hidrolisis asam dibandingkan dengan selulosa, sehingga komponen ini memiliki DP (Derajat polimer) yang rendah, mengakibatkan bahan kimia pemasak mudah memutuskan dan melarutkannya dalam larutan. Rumus bangun hemiselulosa yang telah larut dalam proses pemasakan sebagai berikut.



Gambar 2.16 Rumus Bangun Hemiselulosa Setelah Larut dalam Proses Pemasakan. Sumber: (Casey,1980)

b Lignin

Lignin adalah salah satu komponen penyusun tanaman. Pada batang tanaman, lignin berfungsi sebagai bahan pengikat komponen penyusun lainnya, sehingga suatu pohon bisa berdiri tegak. Lignin

terbentuk dari gugus aromatik yang saling dihubungkan dengan rantai alifatik, yang terdiri atas 2-3 karbon. Lignin dapat juga mengurangi daya swelling (pengembangan) buah dan ikatan antar buah. Isolasi lignin digunakan pereaksi anorganik yaitu Na₂S dan NaOH untuk menghancurkan karbohidratnya (Sugesty, 1986).

Lignin didalam tanaman berfungsi sebagai perekat selulosa dalam tanaman yang perlu dipisahkan dalam proses isolasi selulosa. Alfaselulosa akan mempunyai sifat fisik yang baik apabila kandungan lignin dapat dikurangi karena sifat lignin yang kaku dan rapuh. Lignin dapat mempengaruhi dalam hal pembentukan ikatan antar serat dan dapat menurunkan derajat putih (Sugesty, 1986). Rumus bangun lignin sebagai berikut.

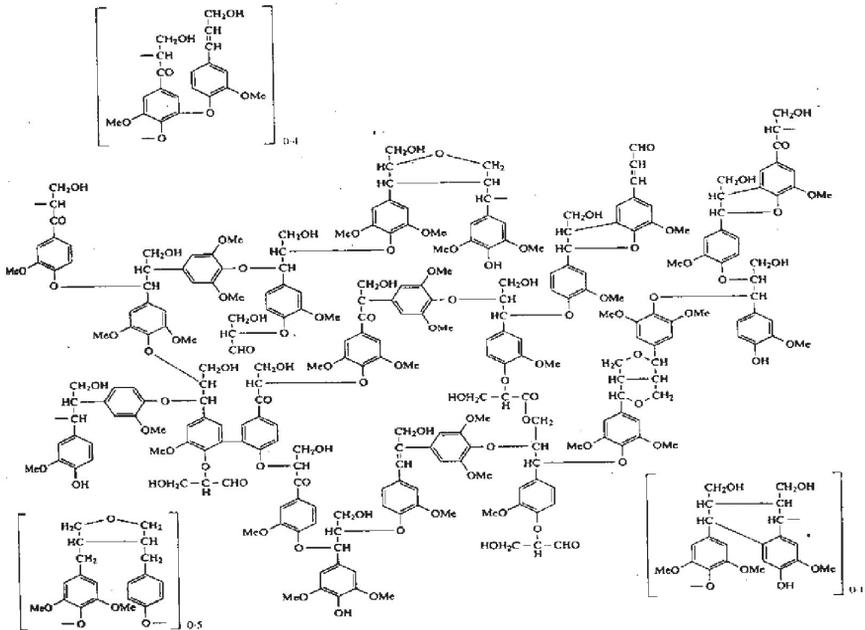


Figure 3 Bechwood lignin constitution (after Nimz, 1974¹¹).

Gambar 2.17 Rumus Bangun Lignin

Sumber: Barton *et al*, 1999

c. **Zat Ekstraktif**

Zat Ekstraktif adalah senyawa kimia yang terkandung dalam kayu maupun nonkayu dengan berat molekul rendah dan merupakan bahan organik non polimer yang dapat dipisahkan dengan cara pelarutan dalam pelarut netral seperti eter, alkohol-benzena, aseton, air. Komponen utama ekstraktif yaitu resin, lemak, asam lemak, asam-asam organik, terpene, tannin, fenol dan polisakarida dengan berat molekul rendah. Ekstraktif dapat mengganggu dalam proses isolasi alfaselulosa, zat ini mengonsumsi bahan alkali yang tinggi selama proses pemasakan sehingga menghambat proses delignifikasi dan dapat mengurangi rendemen (Sugesty, 1986).

d. **Mineral (Senyawa Anorganik), (Abu)**

Kadar abu dari sampel kayu maupun nonkayu merupakan mineral yang terdiri atas ion-ion logam natrium (Na), kalium (K), dan kalsium (Ca), yang mengikat anion berupa karbonat (CO₃), fosfat (PO₄), silikat, sulfat (SO₄), dan klorida (Cl). Kayu hanya mengandung jumlah yang rendah dari komponen-komponen anorganik, diukur sebagai abu setelah pembakaran sempurna kayu mengandung $\pm 1\%$ ⁶. Kadar abu yang tinggi dalam kayu, khususnya dalam bahan baku tidak larut dalam HCl yang biasanya banyak mengandung silikat. Adanya silikat dalam abu yang tinggi akan mengakibatkan pengerakan didalam digester, penyumbatan pipa di unit chemical recovery, dan juga menumpulkan alat-alat seperti pisau (Sugesty, 1986).

2.3 Proses Isolasi Alfaselulosa

Isolasi alfaselulosa adalah suatu proses untuk mendapatkan alfaselulosa dari suatu bahan baku melalui suatu tahapan-tahapan perlakuan. Isolasi ini dapat dilaksanakan melalui beberapa tahapan

6 Sugesty.1986. Sumber Bahan Baku PULP, BBPK, Bandung. p. 1-20.

antara lain: proses ekstraksi, proses mekanis, proses kimia/digesting, proses semikimia, dan proses oksidasi lanjut (pemurnian).

2.3.1 Proses Ekstraksi Zat Ekstraktif

Proses ekstraksi zat-zat ekstraktif adalah pemisahan zat ekstraktif dari suatu bahan baku dengan menggunakan pelarut organik seperti etanol dan benzene dengan perbandingan 1:2, pemisahan ini dapat dilaksanakan dengan menggunakan seperangkat alat soklet untuk sampel dalam jumlah kecil sedangkan untuk sampel dalam jumlah besar dilakukan dengan jalan perendaman \pm 24 jam menggunakan etanol benzene. Zat-zat ekstraktif memiliki berat molekul rendah sehingga terlebih dahulu larut dengan pelarut organik dibandingkan dengan senyawa kimia yang lainnya.

2.3.2 Pemisahan Lignin dan Senyawa-Senyawa Kimia yang Lain

1. Proses Mekanis

Proses mekanis pada prinsipnya adalah menguraikan serat yang ada dalam kayu maupun non kayu dengan aksi mekanis yaitu penggerindaan dan pengrusakan. Proses ini ada beberapa jenis yaitu:

- a. *Stone Groung Wood Pulping* (SGP), menggunakan gerinda untuk menguraikan bahan baku. Bahan baku kayu digiling dan disemprotkan air. Kekuatan dan derajat putih selulosa yang dihasilkan rendah.
- b. *Refiner Mechanical Pulping* (RMP), menggunakan penggiling cakram untuk menguraikan bahan baku. Energi yang digunakan lebih rendah dari pada SGP.
- c. *Thermo Mechanical Pulping* (TMP), menggunakan penggilingan cakram untuk menguraikan bahan baku. Ikatan-ikatan yang lignin dilemahkan dengan pemanasan kemudian digiling. Jumlah serat panjang lebih banyak sehingga kekuatannya lebih besar.

- d. *Chemi Thermo Mechanical Pulping* (CTMP), proses ini menggunakan panas untuk pelunakan lignin. Rendemen yang dihasilkan lebih rendah dari proses mekanik lain. Sifat fisiknya lebih baik, fraksi serat panjang lebih banyak.

2 Proses Semi Kimia

Proses ini merupakan gabungan dari proses mekanik dan proses kimia, tahap awal dari proses ini adalah pengolahan bahan baku dengan menggunakan bahan kimia untuk melunakan, memutuskan ikatan lignin, selulosa, namun suhu, waktu pemasakan dan kadar bahan kimia yang dikurangi. Rendamen yang dihasilkan lebih tinggi dibandingkan proses kimia. Selanjutnya dengan perlakuan mekanik dengan tujuan untuk menguraikan gumpalan-gumpalan serat yang belum terurai selama pemasakan⁷ (Nursyamsu, 1990).

3. Proses Kimia

Isolasi alfaselulosa melalui proses kimia adalah suatu proses isolasi menggunakan bahan kimia sebagai bahan untuk melarutkan bagian kayu seperti bethaselulosa, gammaselulosa, hemiselulosa, lignin, zat ekstraktif dan mineral. Pemasakan ini dilakukan dalam alat digester. Berdasarkan bahan kimia yang digunakan untuk pemasakan, proses isolasi dapat dibedakan menjadi tiga macam yaitu:

- a. Proses Sulfat (Kraft), larutan pemasak yang digunakan adalah sodium hidroksida dan sodium sulfat. Sodium hidroksida dihasilkan dari reduksi sulfat selama proses. Reaksinya sebagai berikut:



Sodium hidroksid dihasilkan dari hidrolisa sodium sulfat di dalam air dengan reaksi:

7 Nursyamsu. 1990. Pemutihan Bagasse, Jerami dan Kayu, BBPK, Bandung. p.1-14.



NaHS berfungsi sebagai buffer dan akan mengurangi efek degradasi selulosa oleh NaOH. Pengaruh NaHS adalah reaksi dengan lignin yang menyebabkan mudah larut dalam alkali, sehingga butuh waktu pemasakan lebih singkat dan temperatur dapat diturunkan antara 160-170 °C.

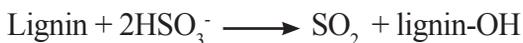
- b. Proses Sulfit, menggunakan bahan kimia aktif, yaitu asam sulfit, kalsium bisulfit, sulfur dioksida yang dinyatakan dalam larutan $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$

dengan H_2SO_3 berlebih,

Reaksi pembuatan larutan pemasak adalah:

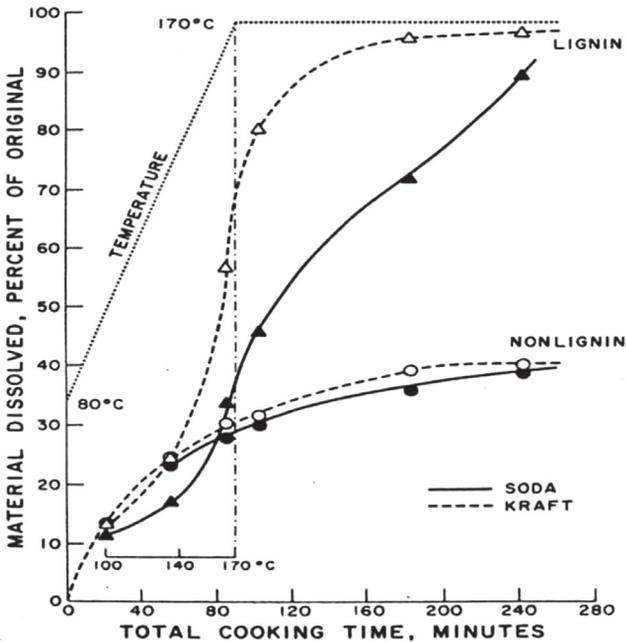


Lignin yang terikat pada selulosa akan bereaksi dengan larutan $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ membentuk lignin sulfonat dengan reaksi sebagai berikut:



- c. **Proses Soda**, proses ini digunakan untuk bahan baku non kayu. Larutan pemasak yang digunakan adalah NaOH dengan konsentrasi 18 - 35 %. Degradasi selulosa oleh larutan NaOH terjadi pada temperatur di atas 100 °C, semakin tinggi temperatur pemasakan maka jumlah selulosa yang hilang semakin banyak. Apabila waktu terlalu lama maka bahan baku yang terlarut semakin bertambah besar. Kecepatan kelarutan lignin tergantung

pada waktu pemasakan, temperature dan konsentrasi NaOH⁸. Hubungan waktu pemasakan temperature dan degradasi lignin terdapat pada Gambar 2.18. (Nursyamsu, 1990).



Gambar 2.18 Hubungan antara Bahan Terlaut dengan Waktu Pemasakan dan Temperature

Sumber: Franklin, 1979

2.3.3 Pencucian Selulosa

Pencucian selulosa bertujuan memisahkan sisa bahan kimia pemasak dengan hasil pemasakan. Sisa bahan kimia pemasak merupakan bahan organic yang terlarut. Prinsip dari pencucian adalah dengan penambahan air pengencer yang sedikit mungkin pada sistim, tetapi dapat menghilangkan semua bahan pengotor.

8 Nursyamsu. 1990. Pembuatan Pulp dengan Proses Soda, BBPK, Bandung.1-23

Penggunaan air untuk sistim pencucian tergantung pula pada ada atau tidaknya sistim pemulihan kembali bahan kimia (chemical recovery). Bila sistim pemulihan kembali bahan kimia ada, harus digunakan air yang sedikit mungkin, sehingga lindi hitam yang masuk kesistim tidak encer. Bila tidak ada unit pemulihan bahan kimia penggunaan air dapat lebih banyak, tetapi harus diperhatikan efisiensi pencucian.

Dasar dari pencucian adalah pengenceran, pengadukan dan ekstraksi. Pada sistim ini selulosa yang belum dicuci diencerkan dengan cairan yang encer, diaduk sehingga mendapatkan campuran yang baik. Cairan ini diekstraksi, dan selulosa selesai pencucian dipindahkan.

Selulosa hasil produksi proses soda mempunyai PH yang tinggi. Selulosa tersebut terasa bersabun dan agak mudah membentuk busa. Gelembung udara dalam busa mencegah serat selulosa masuk dapat terdispersi secara rata dalam saringan pencucian, yang mempengaruhi vakum. Pembusaan juga menyebabkan dalam tangki filtrate. Pengurangan jumlah pembusaan dilakukan dengan menambahkan bahan kimia penghilang busa. Bahan penghilang busa akan memecahkan udara dalam larutan dan mengurangi ikatan antara cairan dan udara permukaan. Bahan kimia yang hilang pada proses pencucian adalah natrium karonat, sejumlah natrium hidroksida, lignin dan senyawa lain. Pada tahap pencucian ini juga diikuti dengan proses penyaringan yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dai kotoranyang tidak larut. Metode dari penyaringan didasarkan pada perbedaan ukuran, bentuk, percepatan gravitasi dan permukaan spesifik dibandingka dengan serat selulosa.

2.3.4 Pemurnian Selulosa

Pemurnian selulosa setelah proses pemasakan bertujuan untuk menghasilkan tingkat kemurnian selulosa lebih tinggi yang stabil dan memiliki tingkat pengrusakan serat yang minimum sehingga sifat

fisik selulosa tetap tinggi. Dalam proses ini juga untuk melarutkan senyawa lignin yang dapat menyebabkan perubahan warna, dengan cara mendegradasi rantai lignin yang panjang oleh bahan-bahan kimia pemutih menjadi rantai-rantai lignin yang pendek, maka lignin dapat larut pada saat pencucian dalam air atau alkali.

Selama proses pemutihan yang terjadi adalah pengolahan selulosa hasil pemasakan untuk meningkatkan derajat putih. Semua komponen-komponen warna tidak dapat dieliminasi oleh satu tahap pengolahan tunggal sehingga pemurnian dapat dilakukan dengan beberapa tahap. Dua jenis bahan kimia yang dipakai dalam pemurnian yaitu:

- a. Oksidator digunakan untuk melarutkan lignin sehingga dapat larut dalam air atau alkali.
- b. Alkali digunakan untuk melarutkan lignin yang telah terdegradasi yang tidak larut dalam air.

Bahan kimia yang digunakan dalam pemurnian, oksidator yang digunakan antara lain Cl_2 , ClO_2 , HClO_2 , H_2O_2 dan O_2 , sedangkan alkali yang digunakan adalah NaOH . Pemurnian yang dilakukan beberapa tahap Klorinasi (C), Ekstraksi (E), Hipoklorinasi (H), Khlordioksid (D). Hal ini dapat dilaksanakan berulang-ulang sesuai dengan derajat putih yang diinginkan.

1. Khlorinasi

Khlor ditemukan pertama kali oleh Scheele pada tahun 1774, kemudian diteliti oleh Davy pada tahun 1810. Khlor mempunyai nomor atom 17, massa atom 35.453, warna kuning kehijau-hijauan dan tidak terdapat bebas di alam. Khlor terdapat dalam jumlah banyak dan sumber utamanya adalah garam dapur. Sifat khlor berbau dan melemaskan dan sangat reaktif diantara unsur bukan logam.

Pada proses pemurnian khlor yang digunakan berbentuk gas dan cairan yang berfungsi sebagai pengoksidasi lignin menjadi senyawa

yang dapat larut dalam air dan alkali. Proses pemurnian selulosa dengan menggunakan gas khlor Cl_2 gas ini diperoleh antara reaksi asam khlorida (HCl) dengan natrium khlorit (NaClO_3) terjadi reaksi khlor dengan lignin yang menyebabkan lignin terdegradasi dan larut. Persamaan reaksi kimia adalah:



Gas Cl_2 yang terbentuk bereaksi dengan lignin membentuk khloro lignin. Reaksi ini berlangsung pada suhu kamar selama 90 menit sambil diaduk kemudian dicuci dengan air bersih dan disaring dengan screem 150 mesh⁹ (Dace and Annergren, 1979).

2. Ekstraksi dengan Natrium Hidroksida

Natrium hidroksida (NaOH) dipakai sebagai bahan pengekstraksi dipakai setelah tahap Khlordioksid atau tahap asam lainnya. Dampak utamanya setelah asam adalah menetralkan asam. Fungsi lain dalam pemurnian adalah untuk mengembangkan serat sehingga kotoran dalam serat mudah dilarutkan, pelarutan dan penghilangan sebagian besar lignin terkhlorinasi, penghilangan hemiselulosa dari serat, degradasi polisakarida serat sehingga dihasilkan polisakarida dengan rantai yang lebih pendek. Lignin terkhlorinasi mempunyai kelarutan yang kecil dalam air dengan adanya alkali encer, akan terbentuk garam organic sehingga lebih mudah larut. Kondisi temperature pada proses ekstraksi antara 55-80 °C selama 60-120 menit. Sampel dan pelarut diaduk sampai merata. Kemudian dicuci dengan air bersih dan saring dengan seen 150 mesh (Rapson dan Spinner, 1979). Konsistensi dalam prose ekstraksi dipakai antara 10-18 %.

9 Dance dan Annergren. 1979. Chorination. Technical Association of the Pulp and Paper Industry. USA.p. 29-69

3. Hipoklorinasi

Reaksi yang terjadi pada hipoklorinasi adalah oksidasi dan melarutkan lignin. Larutan yang digunakan $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ atau NaOCl dan NaOH . Temperatur 40°C selama 120 menit. Diaduk secara merata kemudian dicuci dengan air bersih dan disaring dengan screen 150 mesh. Proses reaksi sebagai berikut:



Reaksi ini terjadi reversible. Alkali berlebih diperlukan untuk mempercepat reaksi ke sebelah kanan dan juga mencegah dekomposisi hipoklorit menjadi klorat, di dalam air natrium hipoklorit akan terhidrolisa menghasilkan asam hipoklorit dan Natrium Hidroksida.



Asam hipoklorit yang terbentuk dapat mempercepat degradasi selulosa dan karena bentuknya tidak stabil asam akan mengalami peruraian terjadi reaksi sebagai berikut:



Reaksi hipoklorit menghilangkan lignin secara luas. Penurunan berat molekul dan masuknya gugus asam karboksilat mendukung pelarutan bagian lignin yang telah hancur.



Sampel diaduk secara merata dan masukan ke dalam water bath pada temperature 40°C selama 120 menit kemudian dicuci dengan air bersih dan disaring dengan screen 150 mesh (Rapson dan Spinner, 1979).

4. Khlordioksida

Pemurnian dengan menggunakan khlordioksida secara komersial dimulai pada tahun 1946 di Canada dan Swedia. Keuntungan menggunakan khlordioksida dibanding hipoklorit adalah selektivitasnya, sebab khlordioksida hanya menyerang lignin dan senyawa ekstraktif. Khlordioksida adalah cairan yang mudah menguap menjadi gas sangat beracun dan bersifat korosif.

Pemakaian khlordioksida pada tahap awal pemurnian tanpa menggunakan khlor juga disarankan. Pemurnian dengan khlordioksida menggunakan konsistensi 10-12 %. Bertambahnya substitusi khlordioksida akan mengurangi konsumsi bahan kimia pemutihan, memperbaiki kualitas limbah unit pemutih, juga mengurangi pembentukan senyawa khlor organik.

Pemurnian dengan menggunakan ClO_2 dilaksanakan untuk mencapai tingkat kemurnian yang tinggi. ClO_2 dihasilkan dari reaksi:



Temperatur pada suhu 50-90 °C selama 120 menit kemudian sampel dicuci dengan air bersih dan disaring dengan screen 150 mesh¹⁰(Zellerbach, 1983).

2.3.5 Derajat Putih Selulosa

Derajat putih selulosa sangat bermanfaat untuk mengetahui efektifitas proses pemutihan, kualitas dan tingkat kemurnian selulosa. Derajat putih merupakan perbandingan antara intensitas cahaya biru dengan panjang gelombang 457 nm yang dipantulkan oleh permukaan selulosa atau lapisan magnesium oksida, pada kondisi sudut datang

10 Zellerbach. 1983. Chlorine Dioxide Plant Chlorate Electrolysis Synthesis, Lurgi Munich Process, USA. p.1-18.

cahaya 45° dan sudut pantul 0° . Dinyatakan dengan %. Pengukuran derajat putih dapat menggunakan alat Reflektometer, General elektrik, Hunter, Densichron, Alnico dan yang terbaru menggunakan alat Microflash.

2.4 Propelan

Propelan roket adalah jenis bahan peledak *low explosive* merupakan bahan/zat berbentuk cair dan padat apabila dikenai suatu aksi berupa panas akan berubah secara kimiawi menjadi zat-zat lain yang lebih stabil. Sebagian besar berbentuk gas dan perubahan tersebut berlangsung dalam waktu yang singkat, disertai efek panas dan tekanan yang sangat tinggi.

Bahan peledak ini dapat diperoleh dari esterifikasi selulosa menjadi nitroselulosa dengan kandungan nitrogen sebesar 12 % keatas. Berdasarkan kecepatan rambat bahan peledak digolongkan menjadi:

- a. Bahan peledak rendah (*Low explosives*). Bahan peledak yang kecepatan rambat reaksinya rendah (dibawah 1.000 m/detik) bahan peledak rendah umumnya digunakan sebagai bahan propelan atau Propelan. Misalnya: *black powder* (sumbu api), Propelan (*single base, double base*).
- b. Bahan peledak tinggi (*High Explosives*) adalah bahan peledak yang mengalami detonasi dengan kecepatan 1000 sampai dengan 8500 m/detik¹¹. Seperti misalnya:
 - 1) Bahan peledak non initial.
 - 2) Bahan peledak penghantar.
 - 3) Bahan peledak penghancur. (PINDAD, 2000).

Propelan Rocket padat (*Solid Propelan Rocket*) yang dikembangkan pertama kali pada akhir tahun 1930-an dan awal tahun

11 PINDAD. 2000. Pengantar Dasar Bahan Peledak, Bandung. pp 25.

1940-an, pada umumnya ada dua jenis yaitu *double base* Propelan dan *single base* Propelan, dimana masing-masing berbeda baik dalam bahan dasar penyusun, fungsi, pembuatan, dan juga sifat-sifatnya.

Propelan *double base* terdiri atas NC (Nitro Selulosa) dan NG (Nitro Glyserine), diproduksi melalui proses *extruded* atau *cast proces* karena itu dinamakan EDB (*Extruded Double Base*) atau CDB (*Cast Double Base*). *Double base Propelan* mengandung sejumlah kecil bahan kimia lain untuk meningkatkan dan memodifikasi kemampuan dari propelan. Bahan-bahan dasar pembentuk *Double Base Propellant* antara lain:

- a. NC dan NG.
- b. Katalis untuk kecepatan pembakaran.
- c. Stabiliser.
- d. Plasticiser.
- e. Bahan tambahan lainnya (*Additives*).

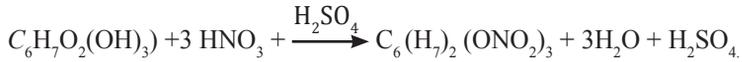
Single base Propelan adalah suatu jenis Propelan yang pada umumnya digunakan pada amunisi kaliber kecil tersusun dari senyawa kimia nitroselulosa, K_2SO_4 , KNO_3 , dinitrotoluene dan diphenyllamine¹²(Dahana,1993).

2.5 Nitroselulosa

Nitroselulosa adalah salah satu ester yang paling penting karena diproduksi secara komersial untuk berbagai keperluan, tergantung pada tingkat nitrasi. Selulosa nitrat digunakan antara lain sebagai plastic (*seluloid*), cat laker, perekat dan bahan peledak. Berbagai produk tersebut tergantung pada derajat polimerisasi (DP) hal ini dapat ditentukan dari kandungan nitrogen. Nitroselulosa dibuat dengan menggunakan campuran H_2SO_4 dan HNO_3 , yang merupakan reaksi esterifikasi

¹² Dahana. 1993. Explosives, Bandung. pp.8.

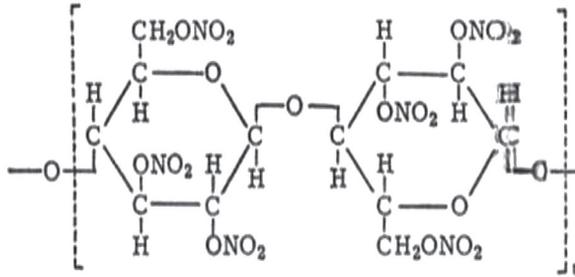
alfaselulosa. Proses pembentukan reaksi kimia selulosa nitrat sebagai berikut:



Senyawa kimia H_2SO_4 bertindak sebagai dehydrating agent dan juga dapat mempertahankan struktur yang ada pada selulosa, dengan demikian produk yang dihasilkan tidak larut dalam campuran nitrat. Nitration yang hanya dilakukan dengan HNO_3 tidak berhasil, serta akan berbentuk gelatin dan proses esterifikasi akan terganggu. Produk berbasis Derajat Substitusi (yaitu kandungan nitrogen yang berkisar antara 10-13,7%) dilakukan dengan mencampurkan HNO_3 dan H_2SO_4 . Proses nitration selulosa berjalan sangat cepat tahap awal, berlangsung hanya beberapa menit, terbentuk sangat merata, reaksinya disebut permutoid dan HNO_3 berpenitrasi dengan cepat masuk kedalam selulosa. Setelah eaksi dengan periode waktu tertentu, kelebihan asam dihilangkan dan NC basah yang megandung asam dicelupkan kedalam air dengan jumlah yang berlebihan. Untuk mencapai kesetabilan terhadap perlakuan (treatment) panas dan penyimpanan, diperlukan proses stabilitas terhadap NC dengan cara: periode penguapan yang lama, pendidihan alkali dan pencucian yang efektif untuk menghilangkan asam.

Nitro selulosa (NC) dengan rumus molekul $C_{12}H_{14}N_6O_{22}$ memiliki beberapa sifat; Larut dalam alkohol, ether-alkohol dan ester, volume of explosion gases : 875 l/kg, impact sensitivity :0,3 kp m = 3 N m¹³ (Meyer, 1981). Rumus bangun nitroselulosa pada Gambar 2.19.

13 Meyer. R. 1981. Explosives. Verlag Chemie. Deerfield Beach, Florida-Basel. pp 4.



Gambar 2.19 Rumus Bangun Nitroselulosa. (Sumber :Meyer, 1981)

Nitroselulosa yang memenuhi standar sebagai bahan peledak *low explosive* dapat dilakukan beberapa uji antara lain:

a. Tes Kelarutan

Sampel nitroselulosa dilarutkan dalam acetone, kelarutan dalam acetone kemudian ditentukan kadar nitrogen. Kadar nitrogen yang memiliki kualifikasi sebagai bahan baku propelan antara 12.5-13.5 %.

b. Test Pembakaran

Test dilakukan untuk mengetahui pembakaran dari NC hal ini dapat dilaksanakan sebagai berikut; padatan NC dibakar kemudian diamati apabila terjadi letupan atau lompatan percikan api menandakan NC memenuhi kualifikasi sebagai propelan.

c. Test Penguapan

Test dilakukan menggunakan waterbath, sampel NC ditempatkan dalam tabung reaksi kemudian dipanaskan hingga menjadi uap. Uap ditampung dengan kertas indicator saring yang telah dicelupkan pada larutan KI dalam kanji kemudian diamati waktu perubahan warna kertas indicator, hasil pengamatan perubahan warna kertas indicator menjadi biru dengan waktu 29 menit hal ini menunjukkan adanya senyawa nitro di dalam sampel.

BAB 3

ANALISIS DAN PEMBAHASAN

3.1 Hasil Analisis Mineral Sampel Buah Kapuk

Penentuan kandungan mineral dalam sampel kapuk yang meliputi serat, hati dan kulit terlebih dahulu sampel disiapkan meliputi penjemuran agar kering, kemudian menentukan kadar air dan selanjutnya disimpan dalam ruangan tertentu agar kandungan air tidak berubah. Penentuan kadar abu, kadar abu dianalisis dengan alat Spektrofotometer pharo 100 untuk menentukan kandungan mineral. Hasil analisis kandungan mineral sebelum proses ekstraksi, pemasakan dan pemurnian seperti terdapat pada Tabel 3.1, Tabel 3.2, dan Tabel 3.3.

Tabel 3.1 Kandungan Mineral pada Sampel Serat Kapuk Sebelum Proses Ekstraksi, Pemasakan, dan Pemurnian

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|------------------------------|--------|-----------|-------|---------------------------|
| 1 | Natrium (Na) | % | 0.911 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 2 | Kalium (K) | % | 4.521 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Kalsium (Ca) | % | 14.498 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 4 | Karbonat (CO_3^-) | % | 0.286 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 5 | Posfat (PO_4^-) | % | 0.04 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Silikat (Si) | % | 12.890 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Sulfat (SO_4^-) | % | 0.326 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 8 | Khlorida (Cl^-) | % | 0.365 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 9 | Magnesium (Mg) | % | 27.608 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |

Tabel 3.2 Hasil Analisis Mineral Sampel Hati Kapuk

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|--|--------|-----------|------|---------------------------|
| 1 | Natrium (Na) | % | 1.765 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 2 | Kalium (K) | % | 4.589 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Kalsium (Ca) | % | 12.467 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 4 | Karbonat (CO ₃ ⁻) | % | 0.457 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 5 | Posfat (PO ₄ ⁻) | % | 0.097 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Silikat (Si) | % | 11.357 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Sulfat (SO ₄ ⁻) | % | 0.626 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 8 | Khlorida (Cl ⁻) | % | 0.469 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 9 | Magnesium (Mg) | % | 29.251 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |

Tabel 3.3 Hasil Analisis Mineral Sampel Kulit Kapuk

| N0 | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Keterangan | Acuan Metoda |
|----|---|--------|-----------|------------|---------------------------|
| 1 | Natrium (Na) | % | 0.863 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 2 | Kalium (K) | % | 6.103 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Kalsium (Ca) | % | 17.438 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 4 | K a r b o n a t (CO ₃ ⁻) | % | 0.387 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 5 | Posfat (PO ₄ ⁻) | % | 0.037 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Silikat (Si) | % | 15.881 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Sulfat (SO ₄ ⁻) | % | 0.223 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 8 | Khlorida (Cl ⁻) | % | 0.164 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 9 | M a g n e s i u m (Mg) | % | 25.708 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |

Dari hasil analisis mineral masing-masing sampel terdapat perbedaan kandungan mineral. Kandungan mineral yang tinggi antara lain; untuk sampel serat kapuk kandungan Kalsium (Ca) 14.498 %, Silikat (Si) 12.890 %, Magnesium (Mg) 27.608 %, untuk sampel hati kapuk kandungan Kalsium (Ca) 12.467 %, Silikat (Si) 11.357 %, Magnesium (Mg) 29.251 %, untuk sampel kulit kapuk kandungan Kalsium (Ca) 17.438 %, Silikat (Si) 15.881%, Magnesium (Mg) 25.708 %. Perbedaan kandungan mineral khususnya Silikat (Si) paling tinggi terdapat pada kulit kapuk kandungan silikat ini akan berpengaruh pada tingkat karat peralatan digester dan kemurniaan selulosa.

Tabel 3.4 Kandungan Mineral Pada Sampel Serat Kapuk Setelah Proses Ekstraksi, Pemasakan, dan Pemurnian

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|--|--------|-----------|-------|---------------------------|
| 1 | Natrium (Na) | % | 0.697 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 2 | Kalium (K) | % | 3.678 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Kalsium (Ca) | % | 10.988 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 4 | Karbonat (CO ₃ ⁼) | % | 0.135 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 5 | Posfat (PO ₄ ⁼) | % | 0.039 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Silikat (Si) | % | 10.660 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Sulfat (SO ₄ ⁼) | % | 0.297 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 8 | Khlorida (Cl ⁻) | % | 0.236 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 9 | Magnesium (Mg) | % | 25.308 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |

Hasil analisis mineral setelah proses ekstraksi, pemasakan dan pemurnian sebagai berikut.

Tabel 3.5 Kandungan Mineral Pada Sampel Hati Kapuk Setelah Proses Ekstraksi, Pemasakan dan Pemurnian

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|--|--------|-----------|------|---------------------------|
| 1 | Natrium (Na) | % | 0.570 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 2 | Kalium (K) | % | 5.218 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Kalsium (Ca) | % | 10.184 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 4 | Karbonat (CO ₃ ⁼) | % | 0.273 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 5 | Posfat (PO ₄ ⁼) | % | 0.042 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Silikat (Si) | % | 9.597 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Sulfat (SO ₄ ⁼) | % | 0.096 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 8 | Khlorida (Cl) | % | 0.098 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 9 | Magnesium (Mg) | % | 21.528 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |

Tabel 3.6 Kandungan Mineral Pada Sampel Kulit Kapuk Setelah Proses Ekstraksi, Pemasakan, dan Pemurnian

| No. | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|-----|--|--------|-----------|-------|---------------------------|
| 1 | Natrium (Na) | % | 0.465 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 2 | Kalium (K) | % | 5.113 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Kalsium (Ca) | % | 9.438 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 4 | K a r b o n a t (CO ₃ ⁼) | % | 0.288 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 5 | Posfat (PO ₄ ⁼) | % | 0.043 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Silikat (Si) | % | 13.882 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Sulfat (SO ₄ ⁼) | % | 0.117 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 8 | K h l o r i d a (Cl) | % | 0.098 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 9 | Magnesium (Mg) | % | 23.627 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |

Dari hasil analisis mineral masing-masing sampel setelah proses ekstraksi, pemasakan dan pemurnian terdapat penurunan kandungan mineral antara lain; untuk sampel serat kapuk kandungan Kalsium (Ca) 10.988 %, Silikat (Si) 10.660 %, Magnesium (Mg) 25.308 %, untuk sampel hati kapuk kandungan Kalsium (Ca) 10.184 %, Silikat (Si) 9.597 %, Magnesium (Mg) 21.528 %, untuk sampel kulit kapuk kandungan Kalsium (Ca) 9.438 %, Silikat (Si) 13.882 %, Magnesium (Mg) 23.627 %.

3.2 Hasil Analisis Ekstraksi Zat-zat Eksraktif

Proses ekstraksi zat-zat ekstraktif merupakan pemisahan zat-zat ekstraktif yang terkandung di dalam sampel. Zat-zat ini diperoleh melalui proses ekstraksi dengan alat suklet kemudian dianalisis dengan alat Spektrofotometer pharo 100 dan alat HPLC Cicil 4200. Terpisahnya zat-zat ekstraktif sebelum proses pemasakan dan pemurnian menyebabkan kualitas selulosa yang diperoleh lebih baik. Hasil analisis zat-zat ekstraktif yang terkandung dalam sampel terdapat dalam Tabel 3.4, Tabel 3.5, dan Tabel 3.6.

Tabel 3.7 Zat-zat Ekstraktif pada Sampel Serat Kapuk

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|----------------------------|--------|-----------|-------|---------------------------|
| 1 | Resin | % | 19.321 | Serat | HPLC |
| 2 | Lemak | % | 2.362 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Asam Organik | % | 1.716 | Serat | HPLC |
| 4 | Terpene | % | 0.125 | Serat | HPLC |
| 5 | Tanin | % | 0.108 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Fenol | % | 4.675 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Polisakarida dgn BM Rendah | % | 9.384 | Serat | Aplikasi Spektrofotometer |

Tabel 3.8 Zat-zat Ekstraktif pada Sampel Hati Kapuk

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|----------------------------|--------|-----------|------|---------------------------|
| 1 | Resin | % | 22.208 | Hati | HPLC |
| 2 | Lemak | % | 4.109 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Asam Organik | % | 2.109 | Hati | HPLC |
| 4 | Terpene | % | 0.324 | Hati | HPLC |
| 5 | Tanin | % | 0.309 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Fenol | % | 6.71 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Polisakarida dgn BM Rendah | % | 14.235 | Hati | Aplikasi Spektrofotometer |

Tabel 3.9 Zat-Zat Ekstraktif pada Sampel Kulit Kapuk

| No | Parameter | Satuan | Hasil Uji | Ket. | Acuan Metoda |
|----|----------------------------|--------|-----------|-------|---------------------------|
| 1 | Resin | % | 15.546 | Kulit | HPLC |
| 2 | Lemak | % | 0.387 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 3 | Asam Organik | % | 0.711 | Kulit | HPLC |
| 4 | Terpene | % | 0.022 | Kulit | HPLC |
| 5 | Tanin | % | 0.090 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 6 | Fenol | % | 3.655 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |
| 7 | Polisakarida dgn BM Rendah | % | 7.184 | Kulit | Aplikasi Spektrofotometer |

Dari hasil penentuan zat-zat ekstraktif masing-masing sampel terdapat perbedaan kandungan zat ekstraktif. Sampel serat kapuk kandungan resin 19.321%, polisakarida dgn BM rendah 9.384 %, untuk sampel hati kapuk kandungan resin 22.208 %, polisakarida dgn BM rendah 14.235 %, untuk sampel kulit kapuk kandungan resin 15.546 %, polisakarida dgn BM rendah 7.184 %. Zat-zat ekstraktif ini dapat

dipisahkan terlebih dahulu dengan larutan benzene dan etanol dengan perbandingan 1 : 2, sehingga dalam proses lebih lanjut yaitu pemasakan dan proses pemurniaan diperoleh tingkat kemurnian selulosa lebih baik.

3.3 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Pada Proses Pemasakan dengan Alat Digester

Hasil eksperimen pada proses pemasakan pada sampel serat, hati dan kulit kapuk dalam menentukan *kappa number* dan rendamen dilaksanakan pada kondisi parameter temperature, konsentrasi NaOH dan waktu yang berbeda. Untuk sampel serat kapuk parameter temperatur 150 °C, 160 °C dan 170 °C, konsentrasi NaOH 16 %, 18 % dan 20 %, lamanya pemasakan setelah waktu tuju 1 jam, 2 jam dan 3 jam, ratio perbandingan antara sampel dan pelarut pemasak 1:7. Untuk sampel hati dan kulit kapuk temperatur 150°C, 160 °C dan 170°C, dosis NaOH 35%,37.3 % dan 40 % ratio perbandingan sampel dan pelarut 1:5. Hasil pengukuran *kappa number* dan rendamen setelah pemasakan dengan menggunakan alat digester terdapat pada Tabel 3.10, Tabel 3.11, dan Tabel 3.12.

Tabel 3.10 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Proses Pemasakan Sampel Serat Kapuk

| No | Random | Parameter | | | Kappa Number | Rendamen |
|----|--------|----------------|-------------|--------------------|--------------|----------|
| | | Temperatur (C) | Waktu (jam) | Konsentrasi (NaOH) | | |
| 1 | 8 | 170 | 2 | 20 | 23.63 | 40.29 |
| 2 | 7 | 150 | 2 | 20 | 24.85 | 45.43 |
| 3 | 2 | 170 | 1 | 18 | 24.28 | 41.55 |
| 4 | 11 | 160 | 1 | 20 | 25.17 | 45.59 |
| 5 | 5 | 150 | 2 | 16 | 25.47 | 47.15 |

| | | | | | | |
|----|----|-----|---|----|-------|-------|
| 6 | 10 | 160 | 3 | 16 | 24.57 | 42.67 |
| 7 | 9 | 160 | 1 | 16 | 25.64 | 47.57 |
| 8 | 4 | 170 | 3 | 18 | 22.15 | 39.79 |
| 9 | 3 | 150 | 3 | 18 | 24.58 | 43.62 |
| 10 | 12 | 160 | 3 | 20 | 24.10 | 44.47 |
| 11 | 15 | 160 | 2 | 18 | 24.25 | 43.21 |
| 12 | 6 | 170 | 2 | 16 | 24.05 | 40.25 |
| 13 | 1 | 150 | 1 | 18 | 26.04 | 48.57 |
| 14 | 14 | 160 | 2 | 18 | 24.35 | 43.24 |
| 15 | 13 | 160 | 2 | 18 | 24.45 | 43.57 |

Hasil pelaksanaan eksperimen pada sampel serat kapuk yang terdapat pada Tabel 3.10, sebanyak lima belas kali eksperimen secara random dan variasi dari masing-masing parameter bilangan kappa diperoleh antara 23.63 sampai 26.04, nilai ini menunjukkan bahwa sampel layak untuk dilaksanakan proses pemurnian. Nilai rendamen yang diperoleh antara 39.79 sampai 48.57 gr dari 100 gr sampel, nilai ini memiliki nilai prosentase cukup tinggi untuk diadakan proses pemurnian.

Tabel 3.11 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Proses Pemasakan Sampel Hati Kapuk

| No | Random | Parameter | | | Kappa Number | Rendamen |
|----|--------|----------------|-------------|--------------------|--------------|----------|
| | | Temperatur (C) | Waktu (jam) | Konsentrasi (NaOH) | | |
| 1 | 14 | 160 | 2 | 37.5 | 25.45 | 32.20 |
| 2 | 2 | 170 | 1 | 37.5 | 25.55 | 30.57 |
| 3 | 4 | 170 | 3 | 37.5 | 24.12 | 28.20 |

| | | | | | | |
|----|----|-----|---|------|-------|-------|
| 4 | 3 | 150 | 3 | 37.5 | 25.78 | 32.59 |
| 5 | 15 | 160 | 2 | 37.5 | 25.32 | 32.26 |
| 6 | 13 | 160 | 2 | 37.5 | 25.27 | 31.00 |
| 7 | 11 | 160 | 1 | 40.0 | 25.88 | 34.70 |
| 8 | 1 | 150 | 1 | 37.5 | 28.17 | 37.66 |
| 9 | 6 | 170 | 2 | 35.0 | 25.19 | 29.38 |
| 10 | 12 | 160 | 3 | 40.0 | 25.10 | 32.10 |
| 11 | 5 | 150 | 2 | 35.0 | 26.09 | 36.19 |
| 12 | 10 | 160 | 3 | 35.0 | 25.52 | 31.69 |
| 13 | 9 | 160 | 1 | 35.0 | 26.15 | 36.59 |
| 14 | 8 | 170 | 2 | 40.0 | 24.97 | 32.29 |
| 15 | 7 | 150 | 2 | 40.0 | 25.89 | 34.44 |

Hasil pelaksanaan eksperimen pada sampel hati kapuk yang terdapat pada Tabel 3.11, sebanyak limabelas kali dengan variasi dari parameter-parameter secara random bilangan kappa diperoleh antara 24.97 sampai 28.17, nilai ini menunjukkan bahwa sampel layak untuk dilaksanakan proses pemurnian. Nilai rendamen yang diperoleh antara 28.20 sampai 37.66 gr, dari 100 gr sampel, nilai ini memiliki nilai prosentase cukup tinggi untuk diadakan proses pemurnian.

Tabel 3.12 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Proses Pemasakan Sampel Kulit Kapuk

| No | Random | Parameter | | | Kappa Number | Rendamen |
|----|--------|-----------------|-------------|----------------------|--------------|----------|
| | | Temperatur (°C) | Waktu (jam) | Konsentrasi (NaOH %) | | |
| 1 | 4 | 150 | 2 | 35.0 | 24.28 | 38.71 |
| 2 | 7 | 160 | 2 | 37.5 | 23.85 | 35.17 |
| 3 | 10 | 160 | 2 | 37.5 | 25.16 | 35.20 |

| | | | | | | |
|----|----|-----|---|------|-------|-------|
| 4 | 13 | 170 | 3 | 37.5 | 24.77 | 31.80 |
| 5 | 6 | 150 | 2 | 40.0 | 24.53 | 37.15 |
| 6 | 2 | 170 | 2 | 35.0 | 24.89 | 32.31 |
| 7 | 8 | 170 | 1 | 37.5 | 24.30 | 33.53 |
| 8 | 9 | 160 | 3 | 35.0 | 26.03 | 34.66 |
| 9 | 15 | 160 | 1 | 35.0 | 24.84 | 39.12 |
| 10 | 11 | 160 | 2 | 37.5 | 25.45 | 35.60 |
| 11 | 5 | 160 | 3 | 40.0 | 26.07 | 36.50 |
| 12 | 3 | 160 | 1 | 40.0 | 25.11 | 37.61 |
| 13 | 14 | 150 | 1 | 37.5 | 24.96 | 39.99 |
| 14 | 1 | 170 | 2 | 40.0 | 27.87 | 32.16 |
| 15 | 12 | 150 | 3 | 37.5 | 24.78 | 35.53 |

Hasil pelaksanaan eksperimen pada sampel kulit kapuk yang terdapat pada Tabel 3.12, sebanyak limabelas kali dengan variasi dari parameter-parameter secara random bilangan kappa diperoleh antara 23.85 sampai 26.07, nilai ini menunjukkan bahwa sampel layak untuk dilaksanakan proses pemurnian. Nilai rendamen yang diperoleh antara 31.80 sampai 39.99 gr dari 100 gr sampel, nilai ini memiliki nilai prosentase cukup tinggi untuk diadakan proses pemurnian.

3.4 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Proses Pemasakan Tanpa Melalui Ekstraksi dengan Pelarut Etanol Benzena

Hasil pengukuran bilangan kappa dan rendamen pada proses pemasakan tanpa melalui proses ekstraksi dengan pelarut etanol benzene terdapat pada Tabel 3.13.

Hasil eksperimen sampel serat, hati dan kulit kapuk tanpa didahului proses ekstraksi dengan etanol dan benzena sebelum pemasakan besarnya

nilai bilangan kapa dan nilai rendamen terdapat pada Tabel 3.13. Untuk sampel serat kapuk dengan kode SR/170/2/20 perbedaan nilai bilangan kapa dan rendamen tanpa proses ekstraksi 33.86 rendamen 34.38 setelah ekstraksi bilangan kapa 23.63 dan rendamen 40.29 pada sampel hati kapuk dengan kode HT/170/2/40.00 sebelum proses ekstraksi nilai bilangan kapa diperoleh 33.86 dan rendamen 34.38 gr setelah proses ekstraksi bilangan kapa 24.97 rendamen 32.29 gr, demikian juga pada sampel kulit kapuk dengan kode KL 170/2/40 bilangan kapa 31.24 rendamen 32.67 gr setelah proses ekstraksi bilangan kapa sebesar 27.87 rendamen 32.16.

Nilai bilangan kapa dan rendamen pada Tabel 3.13 sebelum sampel diekstraksi dalam proses pemasakan memiliki nilai lebih besar dibandingkan dengan sampel sebelum pemasakan dilaksanakan proses ekstraksi.

Tabel 3.13 Hasil Pengukuran Kappa Number dan Rendamen Proses Pemasakan Sampel Kulit, Hati dan Serat Kapuk Tanpa Melalui Proses Ekstraksi

| No | Sampel | Parameter | | | Kappa Number | Rendamen |
|----|---------------|----------------|-------------|--------------------|--------------|----------|
| | | Temperatur (C) | Waktu (jam) | Konsentrasi (NaOH) | | |
| 1 | KI/160/2/37.5 | 160 | 2 | 37.5 | 32.56 | 36.25 |
| 2 | KL/150/3/37.5 | 150 | 2 | 40.00 | 33.76 | 38.34 |
| 3 | KL/170/2/40 | 170 | 2 | 40.00 | 31.24 | 32.67 |
| 4 | KL/170/3/37.5 | 170 | 3 | 37.50 | 32.57 | 32.98 |
| 5 | KL/160/3/40 | 160 | 3 | 40.00 | 31.86 | 37.43 |
| 6 | HT/150/3/37.5 | 150 | 2 | 40.00 | 35.69 | 39.47 |
| 7 | HT/160/2/37.5 | 160 | 2 | 37.50 | 32.65 | 36.13 |
| 8 | HT/160/3/40 | 160 | 3 | 40.00 | 32.10 | 35.15 |
| 9 | HT/170/2/40 | 170 | 2 | 40.00 | 33.86 | 34.38 |
| 10 | HT/170/3/37.5 | 170 | 3 | 37.50 | 33.57 | 33.24 |

| | | | | | | |
|----|-------------|-----|---|-------|-------|-------|
| 11 | SR/170/2/20 | 170 | 2 | 20.00 | 32.58 | 43.26 |
| 12 | SR/170/3/18 | 170 | 3 | 18.00 | 31.15 | 44.12 |
| 13 | SR/160/2/18 | 160 | 2 | 18.00 | 34.68 | 46.48 |
| 14 | SR/160/3/20 | 160 | 3 | 20.00 | 33.23 | 46.49 |
| 15 | SR/150/3/18 | 150 | 2 | 20.00 | 34.98 | 49.39 |

3.5 Sampel Kapuk Jenis MH2 Muktiharjo

Sampel yang diambil jenis kapuk Muktiharjo 2 (MH2) dari perkebunan kapuk Randu Agung Pasuruan Jawa Timur masa panen bulan September 2008 usia 4 bulan dari masa bunga. Karakteristik sampel yang tertentu diambil dengan tujuan untuk memfokuskan kondisi sampel sehingga setelah melalui beberapa tahap eksperimen faktor-faktor yang berpengaruh dapat diketahui kondisinya dan hasil akhir dari penelitian dapat memiliki kualifikasi yang jelas dan dari sampel tertentu. Sebelum diadakan proses penelitian terlebih dahulu diadakan penelitian pendahuluan secara grafimetri untuk mengetahui kandungan senyawa-senyawa kimia dalam sampel dan kelayakan sampel untuk diteliti yang dapat dijadikan bahan pendukung dalam industri. Kandungan alfaselulosa dari penelitian pendahuluan kapuk kuncup untuk kulit kapuk sebesar 24.65 %, untuk hati 27.52 % dan serat sebesar 41.32 %. Untuk jenis kapuk yang pecah dari pohon kapuk yang didapat dari masyarakat alfaselulosa pada kulit sebesar 31.13 %, pada hati sebesar 28.24 % dan pada serat sebesar 39.53 %. Data detail terdapat pada Gambar 2.6. Perbedaan prosentase kandungan alfaselulosa antara dua jenis kapuk disebabkan jenis sampel pada sumber yang berbeda dan kapuk yang pecah pengotornya lebih tinggi. Prosentase alfaselulosa yang terkandung dalam sampel kulit, hati dan serat kapuk layak untuk diadakan penelitian lebih lanjut dalam mendukung kebutuhan industri khususnya alfaselulosa.

3.6 Kandungan Mineral

Kandungan mineral dalam sampel kulit, hati dan serat kapuk sebelum proses ekstraksi, pemasakan dan pemurnian seperti terdapat pada Tabel 5.1, 5.2 dan Tabel 5.3 Kandungan mineral yang tinggi antara lain; untuk sampel serat kapuk kandungan Kalsium (Ca) 14.498%, Silikat (Si) 12.890%, Magnesium (Mg) 27.608%, untuk sampel hati kapuk kandungan Kalsium (Ca) 12.467%, Silikat (Si) 11.357%, Magnesium (Mg) 29.251%, untuk sampel kulit kapuk kandungan Kalsium (Ca) 17.438%, Silikat (Si) 15.881%, Magnesium (Mg) 25.708%.

Hasil analisis mineral setelah proses ekstraksi, pemasakan dan pemurnian mengalami pengurangan yaitu untuk sampel serat kapuk kandungan Kalsium (Ca) dari 14.498 % berkurang menjadi 10.988 %, Silikat (Si) dari 12.890 % menjadi 10.660 %, Magnesium (Mg) dari 27.608 % menjadi 25.308 %, untuk sampel hati kapuk kandungan Kalsium (Ca) dari 12.467 % menjadi 10.184 %, Silikat (Si) dari 11.357 % menjadi 9.597 %, Magnesium dari (Mg) 29.251 % menjadi 21.528 %, untuk sampel kulit kapuk kandungan Kalsium (Ca) dari 17.438 % menjadi 10.184 %, Silikat (Si) dari 15.881% menjadi 9.597 %, Magnesium (Mg) dari 25.708 % menjadi 21.528 %.

Prosentase pengurangan kandungan mineral kalsium (Ca), Silikat (Si), Mg, setelah proses ekstraksi, pemasakan, pencucian dan pemurnian sangat kecil, berarti masih terdapat kandungan mineral dalam alfaselulosa. Kandungan mineral ini dapat menyebabkan kualitas kemurnian alfaselulosa berkurang.

3.7 Zat Ekstraktif

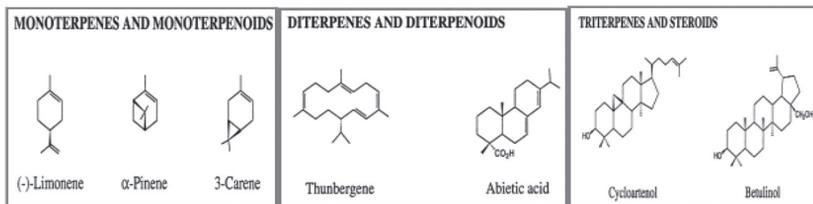
Zat ekstraktif dapat diklasifikasikan menjadi dua jenis yaitu zat-zat ekstraktif yang hanya dapat dipisahkan dengan pelarut organik antara lain resin, tannin, lemak, asam-asam organik, terpenen dan fenol, sedangkan zat-zat ekstraktif seperti gula, pectin, garam-garam organik dan zat warna dapat dipisahkan dengan pelarut air.

Hasil penelitian yang terdapat pada Tabel 5.4, 5.5 dan Tabel 5.6. Untuk sampel kulit kapuk kadungan resin 15,546 %, lemak 0.387 %, asam organik 0.711 %, tanin 0.09 %, terpenen 0.022 %, fenol 3.655 %, pada sampel hati kapuk resin 22.208 %, lemak 4.108 %, asam organik 2.1 %, terpenen 0.32 %, tannin 0,3 %, fenol 6.71 %, pada sampel serat resin 19.32 %, lemak 2.36 %, asam organic 1.716, terpenen 0.125 %, tannin 0.108 fenol 4.675.

Kandungan zat ekstraktif yang tinggi dapat mengkonsumsi bahan kimia lebih banyak juga dapat menghambat terhadap penetral larutan pemasak. Zat ekstraktif resin akan menimbulkan masalah dalam proses pemasakan maupun pemurnian karena menimbulkan gumpalan cenderung mengumpul sebagai partikel suspensi koloidal dan berwarna gelap. Kandungan pectin akan menyebabkan sulitnya penggilangan air pada proses pengeringan selulosa.

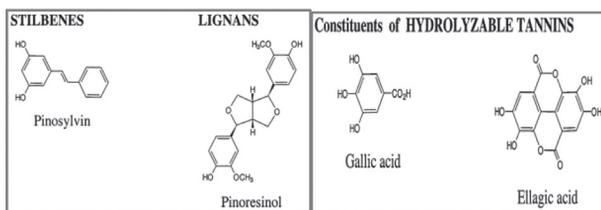
Berkaitan dengan hal tersebut maka sebelum proses pemasakan dan pemurnian perlu terlebih dahulu dilaksanakan tahap ekstraksi sampel dengan menggunakan pelarut organik yaitu etanol dan benzene dengan perbandingan 2:1, sehingga dapat lebih efisien dalam penggunaan larutan pemasak dan kualitas kemurnian alfaselulosa lebih baik.

Rumus struktur zat ekstraktif terpenen seperti pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 *Chemical Structure of Some Common Terpenes and Terpenoids*

Gambar rumus kimia struktur dari zat ekstraktif phenol dan tannin terdapat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 *Chemical Structures of Some Phenolic dan Tannin Extractives*

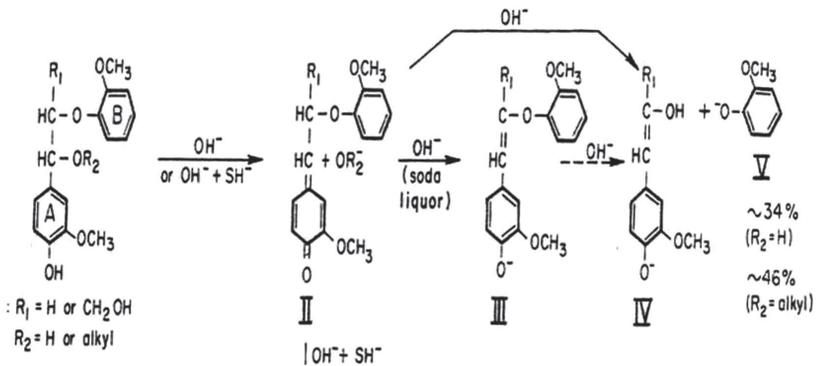
3.8 Isolasi Alfaselulosa pada Proses Digesting

Proses isolasi alfaselulosa pada tahap pemasakan seperti hasil yang terdapat pada Tabel 3.7, Tabel 3.8 dan Tabel 3.9. Untuk sampel serat kapuk parameter temperatur terendah 150 °C tertinggi 170 °C, dosis NaOH terendah 16 % tertinggi 20 %, lamanya pemasakan setelah waktu tuju 1 jam, 2 jam dan 3 jam dan ratio perbandingan antara sampel dan pelarut pemasak 1:7. Untuk sampel hati dan kulit kapuk temperatur terendah 150°C tertinggi 170°C, dosis NaOH terendah 35% tertinggi 40 % ratio perbandingan sampel dan pelarut 1:5. Perbedaan ratio perbandingan sampel dengan larutan pemasak pada serat 1:7 karena apabila menggunakan ratio 1:5 larutan pemasak tidak merata dalam sampel sehingga dalam proses pemasakan sebagian sampel kapuk mengalami hangus . Untuk sampel hati kapuk dan kulit kapuk dengan ratio 1:5 larutan pemasak cukup merata dalam sampel, sehingga tingkat kematangan dalam proses pemasakan dapat dicapai. Hal ini dapat diketahui dari besarnya bilangan kappa yang didapat.

Bilangan kappa untuk sampel serat kapuk diperoleh antara 23.63 sampai 26.04, untuk sampel hati kapuk bilangan kappa diperoleh antara 24.97 sampai 28.17, untuk sampel kulit kapuk bilangan kappa diperoleh antara 23.85 sampai 26.07 nilai ini menunjukkan bahwa sampel layak untuk dilaksanakan proses pemurnian. Nilai rendamen serat kapuk diperoleh antara 39.79 sampai 48.57 gr, untuk sampel hati kapuk nilai rendamen yang diperoleh antara 28.20 sampai 37.66 gr, untuk sampel

kulit kapuk nilai rendamen yang diperoleh antara 31.80 sampai 39.99 gr. Nilai rendamen ini cukup layak untuk dilaksanakan pemurnian lebih lanjut.

Proses pemasakan dengan menggunakan soda (NaOH) reaksi degradasi karbohidrat terjadi bersamaan dengan reaksi terhadap lignin. Pada saat pemisahan ikatan alkil eter terjadi juga pemotongan ikatan glukosa dari rantai karbohidrat dan metil dari gugusan metal gluconoxylan. Reaksi pemotongan rantai karbohidrat sebagai berikut:



Gambar 3.3 Reaksi Pemutusan Rantai Lignin dengan Proses Soda

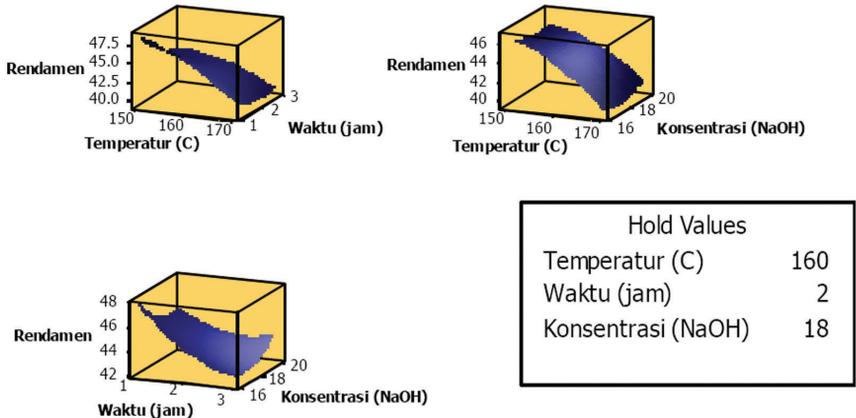
Sumber: Franklin, Macdonald, 1979

Reaksi pemutusan gugus aldehid pada ujung rantai karbohidrat terjadi pada temperature antara 60 °C – 160 °C. sehingga diperoleh monomer-monomer garam natrium dari asam saccharinat yang terdiri atas C₆ atau C₅ terakhir pemutusan berlangsung oleh alkali menjadi monomer C₃-C₅ atom karbon.

Faktor yang berpengaruh dalam proses pemasakan antara lain, temperature, waktu (lamanya pemasakan) dan konsentrasi soda yang digunakan. Hal ini dapat dilihat dari hasil analisis rendamen dengan

menggunakan software minitab release 14. Berupa surface dan contour plot.

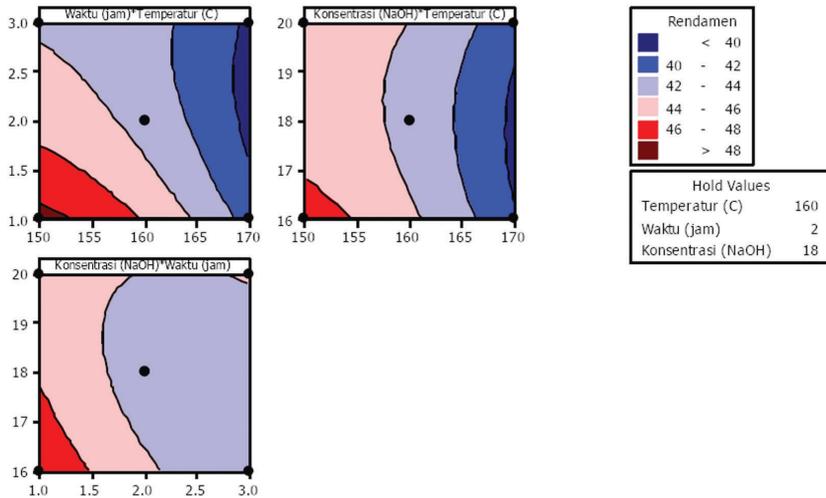
SURFACE RENDAMEN SAMPEL SERAT KAPUK



Gambar 3.4 Grafik Surface Sampel Serat

Gambar grafik pada Gambar 3.4 menunjukkan bahwa pengaruh suhu, waktu dan konsentrasi berpengaruh signifikan terhadap rendamen yang diperoleh. Semakin tinggi temperature, rendamen yang diperoleh semakin kecil, semakin lama waktu pemasakan, rendamen yang diperoleh semakin kecil demikian juga pada dosis konsentrasi NaOH, semakin besar konsentrasi semakin kecil rendamen yang diperoleh, hal ini disebabkan karena adanya proses degradasi komponen-komponen lignin, hemiselulosa dan senyawa kimia lainnya.

CONTOUR PLOT RENDAMEN SAMPEL SERAT KAPUK



Gambar 3.5 Grafik Contour Sampel Serat

Pada Gambar 3.5 menunjukkan bahwa gambar grafik hubungan antara waktu, dan temperatur, pada temperatur 159 - 164 °C waktu 1.8 – 2.8 jam nilai rendamen antara 44 – 46 gr dari 100 gr sampel. Gambar grafik hubungan konsentrasi NaOH dengan temperatur, pada konsentrasi NaOH 16.9 – 20% temperature 154 – 162 °C nilai rendamen 44 – 46 gr dari 100 gr sampel. Gambar grafik hubungan konsentrasi NaOH dengan waktu, pada konsentrasi NaOH 17.9 – 20 % waktu 1.4 – 2.2 jam nilai rendamen 44 – 46 gr dari 100 gr sampel. Untuk gambar grafik contour plot dan surface plot sampel kulit dan hati kapuk terdapat pada lampiran.



Gambar 3.6 Proses Pembuatan Alfaselulosa

BAB 4

SIMPULAN DAN REKOMENDASI

4.1 Simpulan

1. Parameter-parameter penting dalam isolasi serta purifikasi alfaselulosa dengan spesifikasi sebagai bahan baku propelan dalam sampel buah kapuk meliputi, kulit, hati dan serat kapuk antara lain:
 - a. Pengkondisian sampel sebelum proses penelitian meliputi, spesifikasi bahan baku tertentu, kondisi ruangan penyimpanan sampel, yang tidak lembab, humidity dipertahankan tetap. Kondisi penyimpanan sampel yang tidak baik menyebabkan sampel rusak, kadar air sampel akan berbeda dan kerusakan sampel dapat menyebabkan konsumsi larutan pemasak (NaOH) terhadap sampel yang lebih banyak.
 - b. Rapat massa dan demensi serpih sampel sangat menentukan isi dari digester. Potongan sampel terlalu panjang mengakibatkan isi tabung digester menjadi tidak merata sehingga daya serap serpih terhadap bahan kimia pelarut tidak merata mengakibatkan tingkat kematangan sampel belum tercapai. Untuk sampel serat kapuk serpihan sampel dengan cara mencabik-cabik. Sedangkan untuk sampel hati dan kulit serpihan sampel dilaksanakan dengan cara dipotong antara 1 sampai 2 cm. Demensi serpih, berpengaruh pada waktu penetrasi larutan dan difusi ion-ion cairan. Tebal serpih terlalu tebal menyebabkan kesukaran pada penetrasi dan difusi sehingga reaksi dilignifikasi lambat terjadi. Pada sampel hati dan kulit kapuk tebal serpih 2 mm.

- c. Proses ekstraksi perlu dilaksanakan sebelum melaksanakan proses pemasakan karena dalam proses ekstraksi zat-zat ekstraktif seperti resin, tannin, fenol, asam lemak dan terpena hanya dapat larut dalam pelarut organik seperti etanol dan benzene dengan perbandingan 1:2, sedangkan zat ekstraktif seperti gula, pectin, garam-garam organik dan zat warna dapat diekstraksi dalam air. Adanya proses ekstraksi sebelum tahap pemasakan, selulosa yang dihasilkan lebih mudah untuk dimurnikan.
- d. Konsentrasi bahan kimia, sangat penting dalam pemasakan, karena berkaitan dengan reaksi antara bahan kimia pemasak dengan sampel. Makin tinggi konsentrasi, makin banyak material sampel yang bereaksi dengannya. Dalam penelitian ini konsentrasi NaOH yang digunakan untuk sampel serat kapuk, 16 %, 18 % dan 20 %. Pada konsentrasi ini proses lignifikasi pada tahap pemasakan baik rendamen yang diperoleh sebanyak 40.25 sampai 47.57 gr dari 100 gr sampel dan kappa number sebesar 22.15 sampai 26.04. Untuk sampel hati dan kulit kapuk konsentrasi alkali yang digunakan sebesar 35 %, 35.75 % dan 40 %. Rendamen yang diperoleh untuk hati kapuk 28.20 sampai 37.66 gr, bilangan kappa sebesar sampel hati kapuk sebesar 24.12 sampai 28.17. Untuk sampel kulit kapuk rendamen yang diperoleh 32.16 sampai 39.99 gr, bilangan kappa sebesar 23.85 sampai 27.87. Makin tinggi konsentrasi makin kecil rendamen yang diperoleh sedangkan tingkat kemurnian alfaselulosa semakin tinggi.
- e. Suhu dan waktu pemasakan, suhu dan waktu pemasakan merupakan hal yang sangat penting dalam proses pemasakan. Apabila suhu, dan waktu pemasakan makin lama maka rendamen juga diperoleh semakin kecil sedangkan kemurnian alfaselulosa semakin tinggi. Batasan waktu dan temperatur perlu dilaksanakan sehingga proses dilignifikasi dalam tahap pemasakan terjadi secara

baik. Untuk sampel serat, hati dan kulit kapuk proses pemasakan batasan waktu yang baik antara 2 jam dan 3 jam, temperature yang digunakan, 160 °C dan 180 °C. Dari hasil proses pemasakan rendamen yang diperoleh

2. Hasil Identifikasi selulosa dengan menggunakan metode SII (Standar Industri Indonesia) dan difraktometer sinar-x merk Philips tipe X'Pert MPD setelah proses pemurnian diperoleh tingkat kemurnian selulosa:
 - a. Sampel serat kapuk kemurnian alfaselulosa diperoleh sebesar 96.89 % rendamen 37.78 gr, pada kondisi pemasakan temperature 170 °C, waktu 3 jam konsentrasi NaOH 18 %. Kondisi pemasakan pada temperature 170 °C, waktu 2 jam konsentrasi NaOH 20% diperoleh prosentase kemurnian 96.11 %, rendamen 38.27 gr. Kondisi pemasakan temperature 170 °C, waktu 2 jam konsentrasi NaOH 20% lebih baik karena tingkat kemurnian alfaselulosa sebesar 96.11 % sedangkan rendamen yang didapat cukup tinggi yaitu sebesar 38.27 gr dari 100 gr sampel. Identifikasi alfaselulosa yang diperoleh untuk sampel serat kapuk memenuhi sfesifikasi sebagai bahan baku peropelan.
 - b. Sampel hati kapuk kemurnian alfaselulosa diperoleh sebesar 93.90 % rendamen 26.10 gr, pada kondisi temperature 170 °C, waktu 3 jam, konsentrasi NaOH 37.5 %. Prosentase kemurnian alfaselulosa 92.71 % rendamen 27.28 gr, pada kondisi temperature 170 °C waktu 2 jam konsentrasi 35 %. Kondisi pemasakan temperature 170 °C waktu 2 jam konsentrasi 35 % lebih baik karena tingkat kemurnian alfaselulosa yang diperoleh sebesar 92.71 % sedangkan rendamen lebih tinggi yaitu sebesar 27.28 gr dari 100 gr. Identifikasi alfaselulosa yang diperoleh untuk sampel hati kapuk memenuhi sfesifikasi sebagai bahan baku peropelan.

- c. Sampel kulit kapuk kemurnian alfaselulosa diperoleh sebesar 94.05 % rendamen 29.6 gr, pada kondisi temperature 170 °C, waktu 3 jam, konsentrasi NaOH 37.5 %. Prosentase kemurnian alfaselulosa 93.11 % rendamen 30.11 gr, pada kondisi temperature 170 °C waktu 2 jam konsentrasi 35 %.

Kondisi pemasakan temperature 170 °C waktu 2 jam konsentrasi 35 % lebih baik karena tingkat kemurnian alfaselulosa yang diperoleh sebesar 93.25 % sedangkan rendamen lebih tinggi yaitu sebesar 30.11 gr dari 100 gr. Hasil identifikasi kemurnian alfaselulosa yang diperoleh memenuhi spesifikasi sebagai bahan baku propelan.

- d. Ratio dalam pemasakan untuk sampel serat kapuk 1:7, pada ratio ini larutan pemasak dapat merata dalam sampel serat kapuk sehingga proses penetrasi dan difusi larutan pemasak dapat homogen pada sampel serat kapuk. Untuk sampel hati dan kulit kapuk ratio 1:5 pada ratio ini larutan pemasak dapat merata terserap pada sampel hati dan kulit kapuk. Apabila ratio tidak tepat selama proses pemasakan menyebabkan sampel berwarna gelap bahkan hitam dan sulit untuk dimurnikan. Alkali yang terlalu tinggi dapat menyebabkan kerusakan serat dan menurunkan rendamen. Apabila ratio tidak tepat dapat menyebabkan proses lignifikasi tidak sempurna dan tidak meratanya tingkat kematangan sampel.

4.2 Rekomendasi

- a. Buku ini dapat dijadikan acuan dalam mengeksplorasi alfaselulosa dari sumber daya alam tumbuh-tumbuhan, khususnya pada industri bahan peledak.
- b. Buku ini bisa dijadikan referensi bagi mahasiswa maupun masyarakat pada Prodi Kimia dan Teknik Lingkungan.
- c. Buku ini bisa dijadikan bahan referensi pada industri Pulp.

DAFTAR PUSTAKA

- Algifari. 2000. Analisis Regresi Teori Kasus dan Solusi, PT BPFE- Yogyakarta. p. 9-72.
- Astika. 2003. *Optimasi Sensitivitas Campuran Isian Primer Amunisi Kaliber 57 mm C-60 HET untuk Tingkat Detonasi Tertentu dengan Dual Response Surface*, Tesis Pascasarjana ITS Surabaya. p.7-42.
- Astika. 2008. Penentuan Senyawa Kimia Pada Buah Kapuk, BBPK, Bandung.p.1.
- Balitbang Dephan. 1997. Peningkatan Kemampuan Diversifikasi Produk Industri Kimia dalam rangka Mendukung bahan baku Untuk Pembuatan Munisi dan Bahan Peledak, Jakarta.
- Balitbang Dephan.1998. Studi Pembuatan Prototipe Munisi Kaliber kecil, Jakarta. p.1- 47.
- Balitbang Dephan. 2000. Pemanfaatan Serat Rami Untuk Pembuatan Selulosa, Jakarta. pp. 3.
- Balitbang Dephan. 2003. Studi Pembuatan Nitrogliserin Untuk Bahan Baku Munisi dan Bahan Peledak, Jakarta. p.1- 50.
- BBPK. 1989. Penentuan Kadar Senyawa Kimia pada Kayu dan non Kayu, Bandung. p.21.
- BBPK. 2001. KURSUS PEMBUATAN PULP, Bandung. pp10-27.
- Balitas. 1995. Potensi Pengembangan dan Ekspor Kapuk di Indonesia, Malang. pp.44-60.
- Casey P. 1976. Pulp and Paper Manufacture. Joint Executive Committees of the Vochational Educhation. p. 35-71.
- Casey P. 1980. Pulp and Paper Chemistry and Chemical Tecnology Volume I.John Wiley & Sons. New York Chichester Brisbane Toronto.p. 377-745.

- Cowd. M. A. 1991. KIMIA POLIMER. ITB Bandung. p. 51-89.
- Chairul M. 2005. Sthastistik Perdagangan Luar Negeri. BPS. Jakarta.
- Dance dan Annergren. 1979. Chorination. Technical Association of the Pulp and Paper Industry. USA. p. 29-69.
- Dahana. 1993. Explosives, Bandung. pp.8.
- Emma Z. 2003. Nitrogliserin Dapat Digunakan Sebagai Bahan Peledak. FMIPA Sumatra Utara. p. 1-7.
- Ferry. M. 2001. Pengaruh Penambahan NaOH dan H₂SO₄ pada Pemutihan Pulp Magmum Terhadap Kualitas Pulp Putih. Akademi Teknologi Pulp dan Kertas. Bandung. pp.28.
- Frank R. 1995. World Pulp & Paper, Sterling Publication Group PLC, London. p.61-74.
- Franklin John. 1979. The Pulping of Wood. McGraw-Hill Book Company, New York. p.35-384.
- Gordon E. 1996. Tactical Missile Propulsion. American Institute Aeronautics and Astronautics, Inc. California. p.57-122.
- Gullichsen Johan and Paulapuro Hannu. 2000. Forest Products Chemistry. Helsinki University.
- Hilman. M. 2002. Peningkatan Kualitas Pulp Jerami Sebagai Pengganti Pulp merang. Akademi Teknologi Pulp dan Kertas. Bandung. p.13-44.
- Harold K.J. 1967. Military Explosives. Departements Of The Army and The Air Force. United States Army. p 2-4 – 4-12.
- Kenneth G.W. 1967. Military Explosives. Departement Of The Army and The Air Force, Washington, DC. p.10-1 – 12-5.
- Meryati dan Hakiki R. A. 2005. Campuran Split Mastic Asphalt dengan Bahan Tambahan Serat Kapuk, *www. digilib.itb.ac.id. 2006.*
- Meyer. R. 1981. Explosives. Verlag Chemie. Deerfield Beach, Florida-Basel. pp 4.
- Mentri Pertanian. 2007. Pelepasan Kapuk Klon Muktiharjo 2 (MH2). Jakarta. pp.2.
- Mario Pinto B. 1999. Comprehensive Natural Products Chemistry, Pergamon, USA. pp.529-621.

- Nursyamsu. 1990. Pembuatan Pulp dengan Proses Soda, BBPK, Bandung. 1-23.
- Nursyamsu. 1990. Pemutihan Bagasse, Jerami dan Kayu, BBPK, Bandung. p.1-14.
- Neimo Leo. 1999. Papermaking Chemistry. Helsinki University.
- PINDAD. 2000. Pengantar Dasar Bahan Peledak, Bandung. pp 25.
- Resmi I. 2008. Eksplorasi Serat Kapuk Sebagai Bahan Baku Tekstil, Abstrak ITB, www.fsrd.itb.ac.id/wp.23 Nopember 2008.
- Risnawhati D. 2003. Komposit polimer Selulosa Teresterifikasi yang Berasal dari Limbah Argo dan Polietilena Menggunakan Absorpsi Air, Universitas Sumatera Utara. Medan. p. 10-30.
- Rasimin S. 1997. Wood Handling, PT Kertas leces, Probolinggo. p. 1-48.
- Rusman H. 2006. Sthatisik Indonesia, BPS, Jakarta. pp 198-2002.
- Rapson and Spinner. 1979. Brigness Reversion in Bleached Pulps. Technical Association of Pulp and Paper Industry. USA. P357-387.
- Sugesty. 1986. Sumber Bahan Baku PULP, BBPK, Bandung. p. 1-20.
- Sahid. M. 1998. Kumpulan Makalah Kapuk. Balitas. Malang. p.26-227.
- Sahid.M. 2005. Diversifikasi Produk Kapuk Untuk Meningkatkan Pendapatan Masyarakat dan Daerah. Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan. Malang. p.1-8.
- Sahid.M. 2006. Uji Potensi Hasil Beberapa Klon Harapan Kapuk Produktif, Jurnal Ilmu-Ilmu Hayati. pp.4.
- Sahid. M. 2008. Laporan Kunjungan Kerja Panen Kapuk Muktiharjo 2. Balitas. Malang. Pp. 2.
- Sarmidi. 1989. Teknologi Roket Untuk Perang dan Damai. Pustaka Sinar Harapan. Jakarta. p.48-52.
- Soemarno. 2000. Kebijakan Pemerintah Tentang Bahan Peledak. BPPIT Dephan. pp. 9.
- Sailorman. 2005. Prioritas pengadaan Alutsista, antara TNI AU, AL dan AD, www.tni-au.mil.id/forum/printable, Desember, 8, 2008.
- TAPPI. 1994. Laboratory Processing of Pulp (Beater Method). The Pulp Properties Committee of The Proces and Product Quality Division. pp. 15.

- Tenney L.Davis, Ph.D.1950. The Chemistry of Powder and Explosive. Chapman & Hall.New York.p. 192- 265.
- Toxopeus H.J. 1984. Kapok. Balai Besar Pulp dan Kertas Bandung.p. 3-73.
- Usted dan Sulistyowati E. 2003. Peranan Pertanaman Kapuk dalam Produksi Madu, Dalam Proseding Lokakarya Diversifikasi Produk Kapuk untuk Meningkatkan Pendapatan Masyarakat dan Daerah, Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian Pusat Penelitian dan Pengembangan Perkebunan. Bogor. p.13-15.
- Wikipedia. 2008. Nitroselulosa, <http://en.wikipedia.org/wiki/Nitroselulosa>, May,17,2008.
- Wegener G dan Jengel D. 1995. Kimia Ultrastruktur Reaksi-reaksi, Gajah Mada University. Bandung. pp. 29.
- Wawan Kartiwa H.1997. Bahan Baku Pulp. PT Kertas Leces. Probolinggo.p. 1-46.
- Willder Harry D. 1972. Process For The Manufacture Of Dissolving Grade Pulp. United States Patent. P 1-12.
- Yusup.S.2003. Pembuatan Serat Rayon kekuatan Tinggi. Balai Besar Pulp dan Kertas. Bandung. p.f-8-1 - f-8-6.
- Zellerbach. 1983. *Clorine Dioxide Plant Clorate Electrolysis Synthesis*, Lurgi Munich Process, USA. p.1-18.

GLOSARIUM

Alfaselulosa : selulosa yang tingkat kemurniannya > 92 % ini mencukupi/memenuhi syarat untuk digunakan yaitu sebagai bahan baku utama di dalam pembuatan bahan peledak dan/atau juga propelan , sedangkan untuk selulosa yang kualitas dibawahnya itu digunakan yakni sebagai bahan baku pada industri kertas dan juga industri kain. Semakin tinggi kadar alfa selulosa itu, maka semakin baik juga mutu bahannya.

Ekstraksi zat-zat ekstraktif : pemisahan zat ekstraktif dari suatu bahan baku dengan menggunakan pelarut organik seperti etanol dan benzene dengan perbandingan 1:2

Digester : Alat pemasak

Diversifikasi : yaitu mengolah hasil sampingan seperti kulit, biji dan hati

dissolving pulps : (alpha tinggi)

derajat polimerisasi : Jumlah unit berulang dalam rantai disebut dengan derajat polimerisasi (DP)

Galaktosa, D-Xylosa, L-Arabinosa dan Asam Uranat. Derajat polimerisasi antara 150-200, dapat membentuk senyawa adisi pada gugus hidroksil

Hemiselulosa : polisakarida yang bukan selulosa jika dihidrolisis menghasilkan D-Manosa, D-

Hipoklorinasi : Reaksi yang terjadi pada hipoklorinasi adalah oksidasi dan melarutkan lignin. Larutan yang digunakan $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ atau NaOCl dan NaOH . Temperatur 40°C selama 120 menit.

high explosive : Bahan peledak memiliki power tinggi.

low explosive: Bahan peledak yang memiliki power rendah.

Isolasi: pemisahan.

Hemiselulosa : polisakarida yang bukan selulosa jika dihidrolisis menghasilkan D-Manosa, D-Galaktosa, D-Xylosa, L-Arabinosa dan Asam Uranat. Derajat polimerisasi antara 150-200, dapat membentuk senyawa adisi pada gugus hidroksil

Hyipokhlorinasi adalah oksidasi dan melarutkan lignin. Larutan yang digunakan $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ atau NaOCl dan NaOH . Temperatur $40\text{ }^\circ\text{C}$ selama 120 menit.

Khlordioksida adalah cairan yang mudah menguap menjadi gas sangat beracun dan bersifat korosif.

Klorinasi : pemurnian klor yang digunakan berbentuk gas dan cairan yang berfungsi sebagai pengoksidasi lignin menjadi senyawa yang dapat larut dalam air dan alkali.

Lignin : salah satu komponen penyusun tanaman. Pada batang tanaman, lignin berfungsi sebagai bahan pengikat komponen penyusun lainnya, sehingga suatu pohon bisa berdiri tegak.

Propelan roket adalah jenis bahan peledak *low explosive* merupakan bahan/zat berbentuk cair dan padat apabila dikenai suatu aksi berupa panas akan berubah secara kimiawi menjadi zat-zat lain yang lebih stabil.

Proses Sulfat (Kraft) : larutan pemasak yang digunakan adalah sodium hidroksida dan sodium sulfit. Sodium hidroksida dihasilkan dari reduksi sulfat selama proses.

Proses Sulfit : menggunakan bahan kimia aktif, yaitu asam sulfit, kalsium bisulfit, sulfur dioksida yang dinyatakan dalam larutan $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ dengan H_2SO_3 berlebih.

Proses Soda, proses ini digunakan untuk bahan baku non kayu. Larutan pemasak yang digunakan adalah NaOH dengan konsentrasi 18 - 35 %.

Viskositas; derajat kekentalan.

x-ray: alat untuk menentukan alfaselulosa.

INDEKS

A

alfaselulosa 2, 3, 6, 30, 31, 34, 36, 46, 60, 61, 62, 63, 67, 69, 70, 71, 72

D

derajat polimerisasi 5, 6, 45
digester 31, 34, 36, 51, 55, 69
dissolving pulps 13
diversifikasi 2, 27

E

ekstraksi 31, 35, 39, 40, 41, 49, 51, 52, 53, 58, 59, 61, 70

G

Galaktosa 31

H

hemiselulosa 13, 31, 32, 36, 41, 65
Hipoklorinasi 42

I

isolasi 3, 6, 12, 20, 30, 33, 34, 36, 63, 69

K

khlordioksida 43

L

lignin 6, 30, 31, 32, 33, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 64, 65
low explosive 44, 47

P

propelan roket 2, 30, 44
proses soda 37, 38, 39, 64
Proses Sulfat 36
Proses Sulfit 37

V

viskositas 12, 13, 14

X

x-ray 10, 15