

Lampiran A : Perhitungan menentukan viskositas intrinsik, derajat polimerisasi (DP) dan berat molekul relatif (M)

Rumus yang digunakan untuk menentukan harga viskositas intrinsik, (DP) dan (M) :

$$\begin{aligned}\eta_{red} &= \eta \text{ reduksi} \\ &= \frac{t \text{ larutan}}{t \text{ pelarut}}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\eta_{sp} &= \eta \text{ spesifik} \\ &= \eta \text{ reduksi} - 1\end{aligned}$$

$$\eta_{sp} / C = [\eta] + k [\eta]^2 C$$

$[\eta]$ merupakan intersept grafik antara η_{sp} / C terhadap C.

$$[\eta] = K (M)^a = K (DP)^a$$

$$K (M)^a = K (BM)_u^a (DP)^a$$

$$K = K (BM)_u^a$$

$$K = \frac{K}{(BM)_u^a}$$

$$DP = \left[\frac{[\eta]}{K} \right]^{1/a}$$

$$M = \left[\frac{[\eta] (BM)_u^a}{K} \right]^{1/a}$$

$$M = \left[\frac{[\eta]}{K} \right]^{1/a} \times (BM)_u$$

Tabel A.1. Harga $\eta_{red}, \eta_{sp}, \eta_{sp}/C$ pada berbagai konsentrasi untuk selulosa asetat primer dari pulp kayu pinus

C (g/mL)	t(detik)	η_{red}	η_{sp}	η_{sp} / C
$10 \cdot 10^{-3}$	536,32	5,5120	4,5120	$0,4512 \cdot 10^3$
$7,5 \cdot 10^{-3}$	378,69	3,8919	2,8919	$0,3856 \cdot 10^3$
$5 \cdot 10^{-3}$	254,15	2,6120	1,6120	$0,3224 \cdot 10^3$
$2,5 \cdot 10^{-3}$	163,08	1,6754	0,6754	$0,2702 \cdot 10^3$

Tabel A.2. Harga $\eta_{red}, \eta_{sp}, \eta_{sp}/C$ pada berbagai konsentrasi untuk selulosa asetat primer dari pulp kayu akasia

C (g/mL)	t(detik)	η_{red}	η_{sp}	η_{sp} / C
$10 \cdot 10^{-3}$	506,06	5,2010	4,2010	$0,4201 \cdot 10^3$
$7,5 \cdot 10^{-3}$	354,54	3,6438	2,6438	$0,3525 \cdot 10^3$
$5 \cdot 10^{-3}$	246,56	2,5340	1,5340	$0,3068 \cdot 10^3$
$2,5 \cdot 10^{-3}$	157,60	1,6197	0,6197	$0,2479 \cdot 10^3$

- 1) Berat molekul relatif (M) dan derajat polimerisasi (DP) selulosa asetat primer dari pulp kayu pinus (hasil sintesa maksimum).

Dari data literatur dan perhitungan, diketahui harga :

$$[\eta] = 0,2058 \cdot 10^3 \text{ mL/g} = 2,06 \text{ dL/g}$$

$$a = 1,02$$

$$K = 2,23 \cdot 10^{-9}$$

$$DP = \left[\frac{2,06}{2,23 \cdot 10^{-9}} \right]^{0,98} = 805,54$$

$$M = \left[\frac{2,06}{2,23 \cdot 10^{-9}} \right]^{0,98} \times 288$$

$$= 231580,83$$

2) Berat molekul relatif (M) dan derajat polimerisasi (DP) selulosa asetat primer dari pulp kayu akasia (hasil sintesa maksimum).

Dari data literatur dan perhitungan, diketahui harga :

$$[\eta] = 0,1913 \cdot 10^3 \text{ mL/g} = 1,91 \text{ dL/g}$$

$$(BM)_u = 288$$

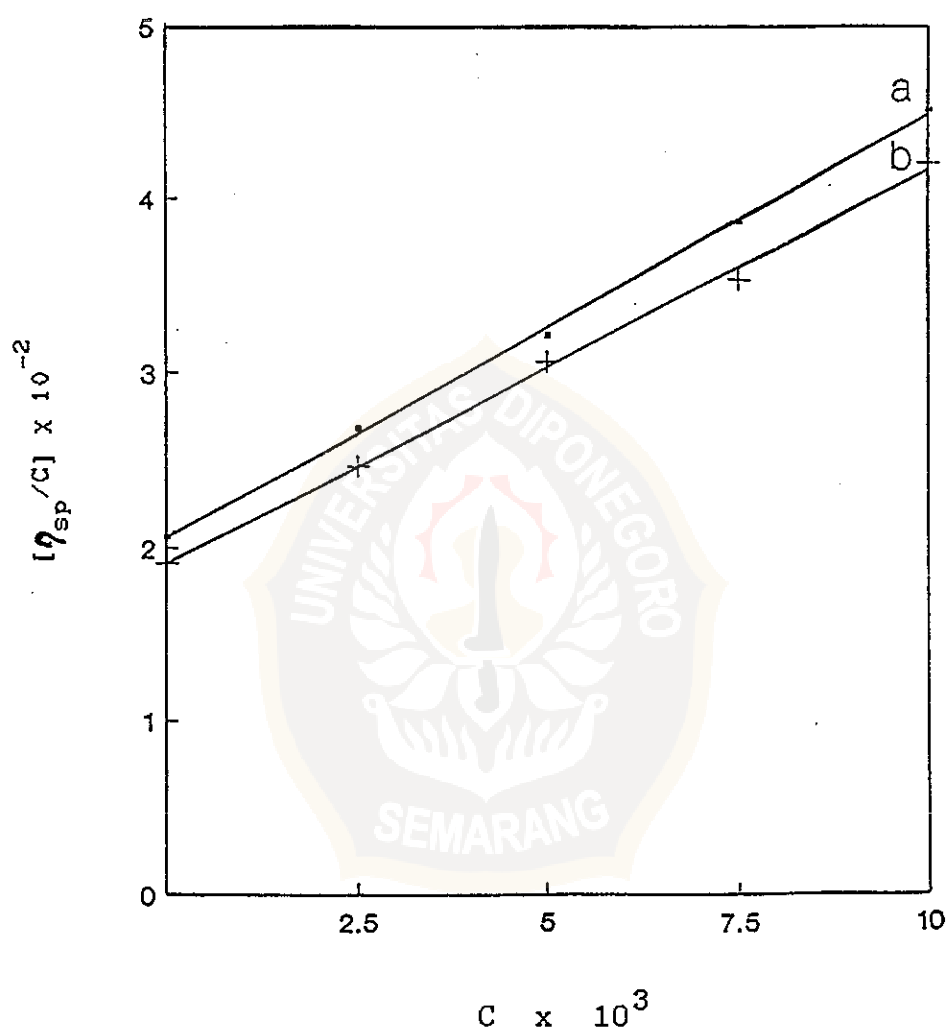
$$a = 1,02$$

$$K = 2,23 \cdot 10^{-9}$$

$$DP = \left[\frac{1,91}{2,23 \cdot 10^{-9}} \right]^{0,98} = 748,30$$

$$M = \left[\frac{1,91}{2,23 \cdot 10^{-9}} \right]^{0,98}$$

$$= 215021,89$$



Grafik A.1. Kurva hubungan antara η_{sp}/C terhadap C

- a. Selulosa asetat primer pulp kayu pinus
- b. Selulosa asetat priemr pulp kayu akasia

Lampiran B : Perhitungan terhadap kadar gugus asetil
selulosa asetat primer

Rumus yang dipakai untuk menentukan kadar gugus asetil
selulosa asetat primer adalah :

$$\% \text{asetil} = \left[(D - C) \cdot N_a + (A - B) \cdot N_b \right] \times F/W$$

diketahui :

A = volume NaOH untuk titrasi contoh (mL)

B = volume NaOH untuk titrasi blanko (mL)

C = volume titrasi HCl untuk contoh (mL)

D = volume titrasi HCl untuk blanko (mL)

N_a = Normalitas HCl

N_b = Normalitas NaOH, untuk titrasi kelebihan HCl

F = 4,305 (faktor untuk % asetil)

W = berat contoh

Data yang mendukung untuk perhitungan kadar gugus asetil
tercantum pada Tabel lampiran C.1.3.4.

1) Kadar gugus asetil untuk selulosa asetat primer dari
pulp kayu pinus (hasil sintesa maksimum) :

$$\begin{aligned} \% \text{asetil} &= \frac{(18,9 - 11,15) 0,5 + (1,2 - 1,4) 0,1}{4,305 / 0,375} \\ &= 44,26 \% \end{aligned}$$

- 2) Kadar gugus asetil untuk selulosa asetat primer dari pulp kayu pinus (hasil sintesa minimum) :

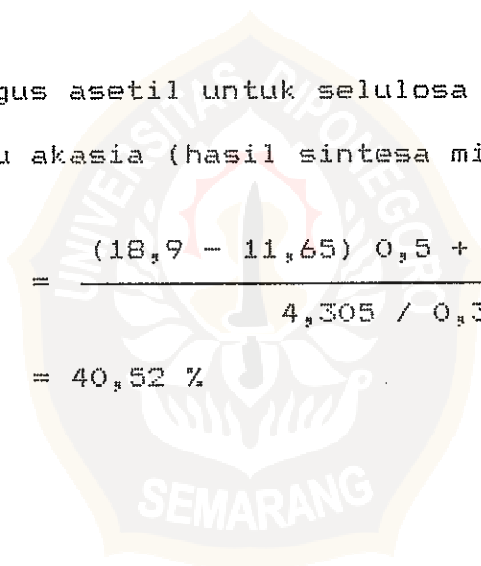
$$\begin{aligned} \% \text{ asetil} &= \frac{(18,9 - 11,5) 0,5 + (0,55 - 1,4) 0,1}{4,305 / 0,375} \\ &= 40,64 \% \end{aligned}$$

- 3) Kadar gugus asetil untuk selulosa asetat primer dari pulp kayu akasia (hasil sintesa maksimum) :

$$\begin{aligned} \% \text{ asetil} &= \frac{(18,9 - 11,25) 0,5 + (0,7 - 1,4) 0,1}{4,305 / 0,375} \\ &= 43,11 \% \end{aligned}$$

- 4) Kadar gugus asetil untuk selulosa asetat primer dari pulp kayu akasia (hasil sintesa minimum) :

$$\begin{aligned} \% \text{ asetil} &= \frac{(18,9 - 11,65) 0,5 + (0,45 - 1,4) 0,1}{4,305 / 0,375} \\ &= 40,52 \% \end{aligned}$$



Lampiran C : Kondisi optimasi asetilasi selulosa dan Karakterisasinya

C.1. Sintesa Selulosa Asetat Primer

C.1.1. Bahan pulp Kayu Pinus

Berat contoh = 500 mg

Jumlah asetat glasial = 5 mL

Tabel C.1.1.1. Optimasi jumlah asetat anhidrid

No	Asetat anhidrid (mL)	Hasil sintesa (mg)
1	3	731,893
2	5	746,350
3	7	753,200
4	9	781,150
5	11	841,966
6	25	845,316

Keterangan :

- Jumlah asam sulfat = 5 tetes
- Waktu penggabungan = 60 menit
- Temperatur awal reaksi = 5°C

Tabel C.1.1.2. Optimasi jumlah asam sulfat

No	Asam sulfat (tetes)	Hasil sintesa (mg)
1	1	841,300
2	3	866,516
3	5	841,966
4	7	788,240
5	9	805,000

Keterangan :

- Jumlah asetat anhidrid = 11 mL
- Waktu penggabungan = 60 menit
- Temperatur awal reaksi = 5°C

Tabel C.1.1.3. Optimasi temperatur awal reaksi

No	temperatur awal reaksi ($^{\circ}\text{C}$)	hasil sintesa (mg)
1	5	866,516
2	15	838,475
3	25	825,950
4	35	770,300
5	45	759,000

Keterangan :

- Jumlah asetat anhidrid = 11 mL
- Jumlah asam sulfat = 3 tetes
- Waktu pengembangan = 60 menit

Tabel C.1.1.4. Optimasi waktu pengembangan

No	waktu pengembangan (menit)	hasil sintesa (mg)
1	30	837,025
2	60	866,516
4	90	824,900
5	120	821,450
6	150	816,950

Keterangan :

- jumlah asetat anhidrid = 11 mL
- Jumlah asam sulfat = 3 tetes
- Temperatur awal reaksi = 5°C

C.1.2. Bahan Kayu Akasia

- Berat contoh = 250 mg
- Jumlah asetat glasial = 5 mL

Tabel C.1.2.1. Optimasi jumlah asetat anhidrid

No	Asetat anhidrid (mL)	Hasil sintesa (mg)
1	3	653,146
2	5	660,200
3	7	696,400
4	9	773,400
5	11	819,000
6	25	822,100

Keterangan :

- Jumlah asam sulfat = 5 tetes
- Waktu penggabungan = 60 menit
- Temperatur awal reaksi = 5°C

Tabel C.1.2.2. Optimasi jumlah asam sulfat

No	Asam sulfat (tetes)	Hasil sintesa (mg)
1	1	817,173
2	3	825,450
3	5	819,000
4	7	800,783
5	9	790,875

Keterangan :

- Jumlah asetat anhidrid = 11 mL
- Waktu penggabungan = 60 menit
- Temperatur awal reaksi = 5°C

Tabel C.1.2.3. Optimasi temperatur awal reaksi

No	Temperatur awal reaksi (°C)	Hasil sintesa (mg)
1	5	825,450
2	15	816,000
3	25	800,366
4	35	750,833
5	45	743,530

Keterangan :

- Jumlah asetat anhidrid = 11 mL
- Jumlah asam sulfat = 3 tetes
- Waktu penggabungan = 60 menit

Tabel C.1.2.4. Optimasi waktu penggabungan

No	Waktu penggabungan (menit)	Hasil sintesa (mg)
1	30	807,750
2	60	825,450
3	90	786,025
4	120	781,834
5	150	779,750

Keterangan :

- Jumlah asetat anhidrid = 11 mL
- Jumlah asam sulfat = 3 tetes
- Temperatur awal reaksi = 5°C

C.1.3. Karakterisasi Selulosa Asetat Primer

C.1.3.1. Uji Kelarutan Selulosa Asetat Primer

Tabel C.1.3.1. Lama kelarutan selulosa asetat primer dalam pelarut aseton dan kloroform

No	Bahan	Lama Kelarutan (detik)	
		Aseton	Kloroform
1	Pinus (+)	x	19,20
2	Pinus (-)	x	x
3	Akasia (+)	x	23,25
4	Akasia (-)	x	x

Keterangan : (+) = hasil sintesa maksimum
 (-) = hasil sintesa minimum
 x = tidak larut

C.1.3.2. Penentuan Berat Molekul Relatif dengan Viskosimetri

Pelarut = kloroform

Volume pengukuran = 10 mL

Temperatur = 28°C

Tabel C.1.3.2. Pengukuran waktu alir selulosa asetat primer
(Hasil sintesa dengan kondisi maksimum)

Zat/bahan	Konsentrasi (mg/100mL)	Waktu alir (t) detik			
		t ₁	t ₂	t ₃	t _r
Kloroform	-	97,55	97,10	97,25	97,30
Kayu pinus	1C	536,41	536,32	536,23	536,32
	3/4C	378,47	379,15	378,45	378,69
	1/2C	254,23	254,02	254,19	254,15
	1/4C	163,02	162,72	163,50	163,08
Kayu akasia	1C	506,10	506,10	505,98	506,06
	3/4C	354,54	354,88	354,20	354,54
	1/2C	246,67	247,30	245,71	246,56
	1/4C	157,58	157,58	157,64	157,60

C.1.3.3. Penentuan Titik Leleh

Tabel C.1.3.3. Harga titik leleh selulosa asetat primer

No	Bahan	Titik leleh (°C)
1	Pinus (+)	284
2	Pinus (+)	282
3	Akasia (-)	283
4	Akasia (-)	280

keterangan : (+) = hasil sintesa maksimum

(-) = hasil sintesa minimum

C.1.3.4. Penentuan Kadar Gugus Asetil

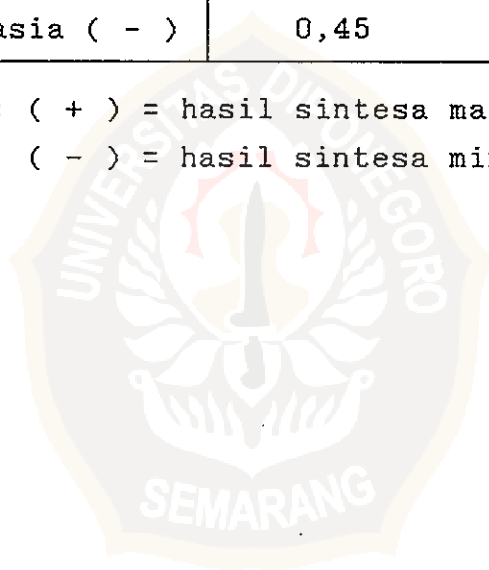
Berat contoh = 375 mg

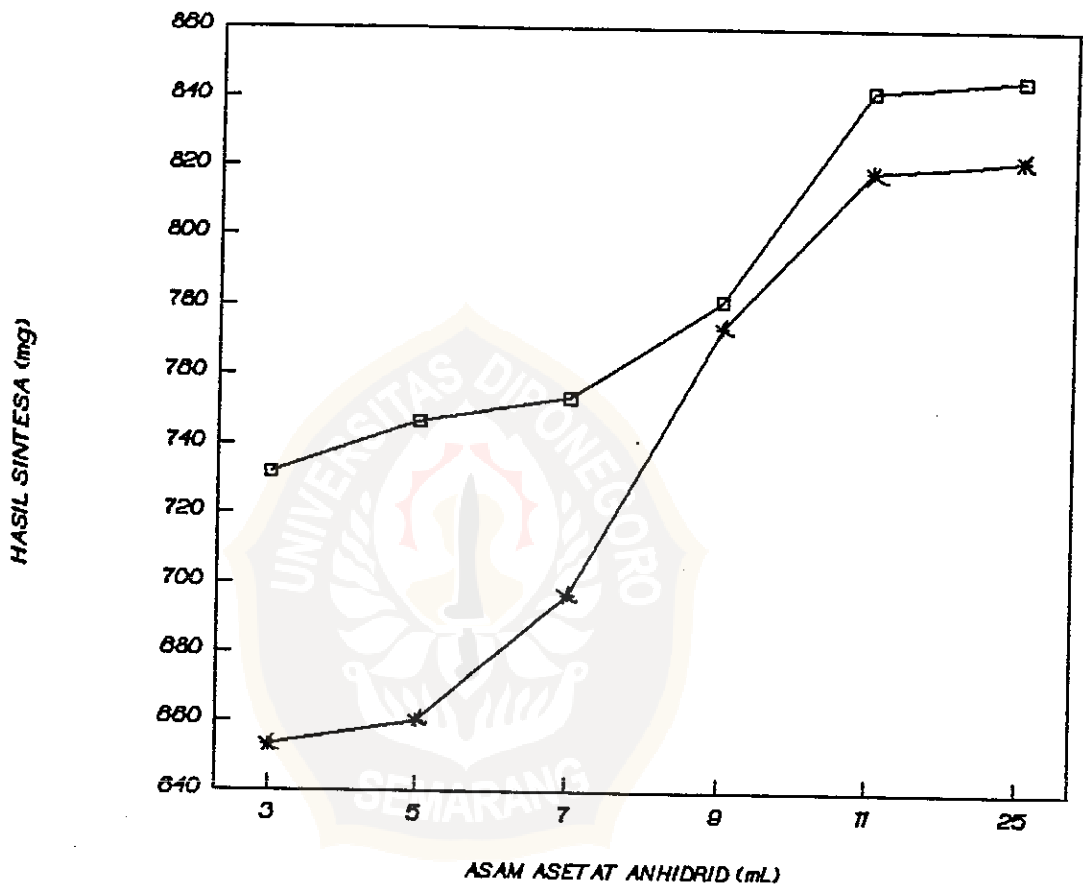
Tabel C.1.3.4. Kadar gugus asetil dalam selulosa asetat primer

No	Bahan	Vol. NaOH (mL) 0,1 N	Vol. HCl (mL) 0,5 N
1	Blanko	1,40	18,90
1	Pinus (+)	1,20	11,15
2	Pinus (-)	0,55	11,50
3	Akasia (+)	0,70	11,25
4	Akasia (-)	0,45	11,65

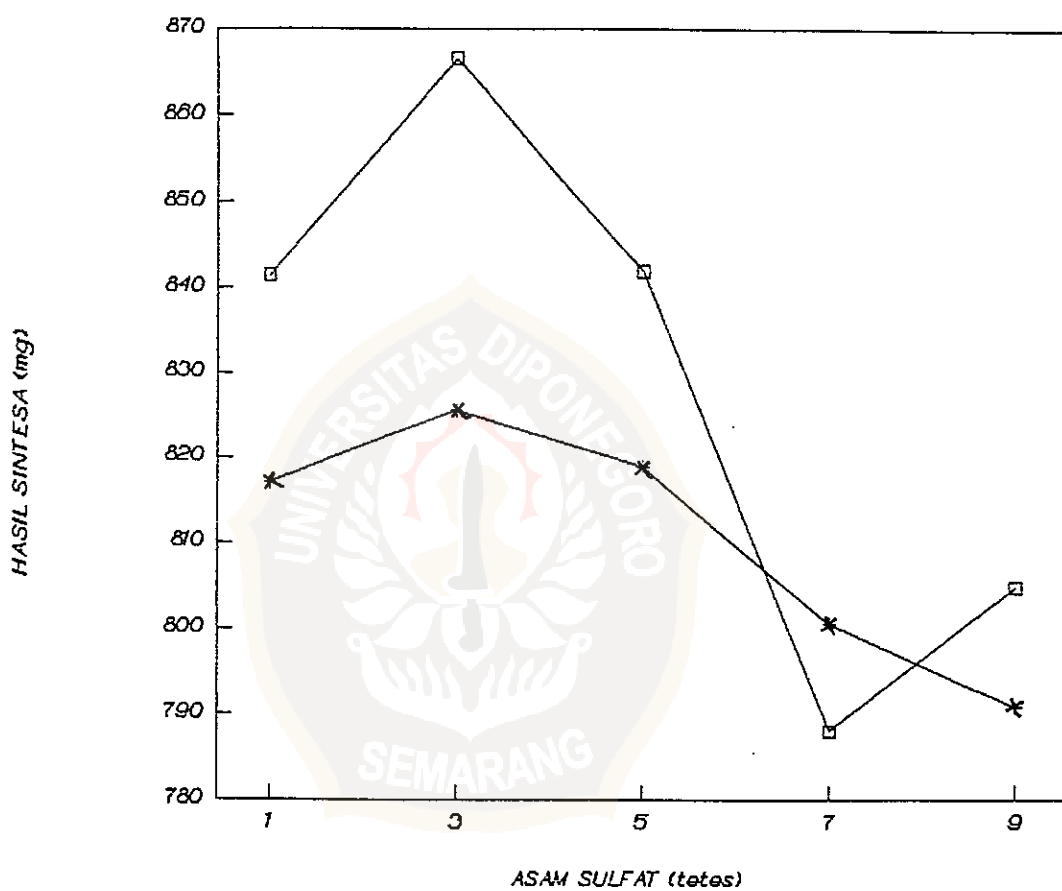
Keterangan : (+) = hasil sintesa maksimum

(-) = hasil sintesa minimum



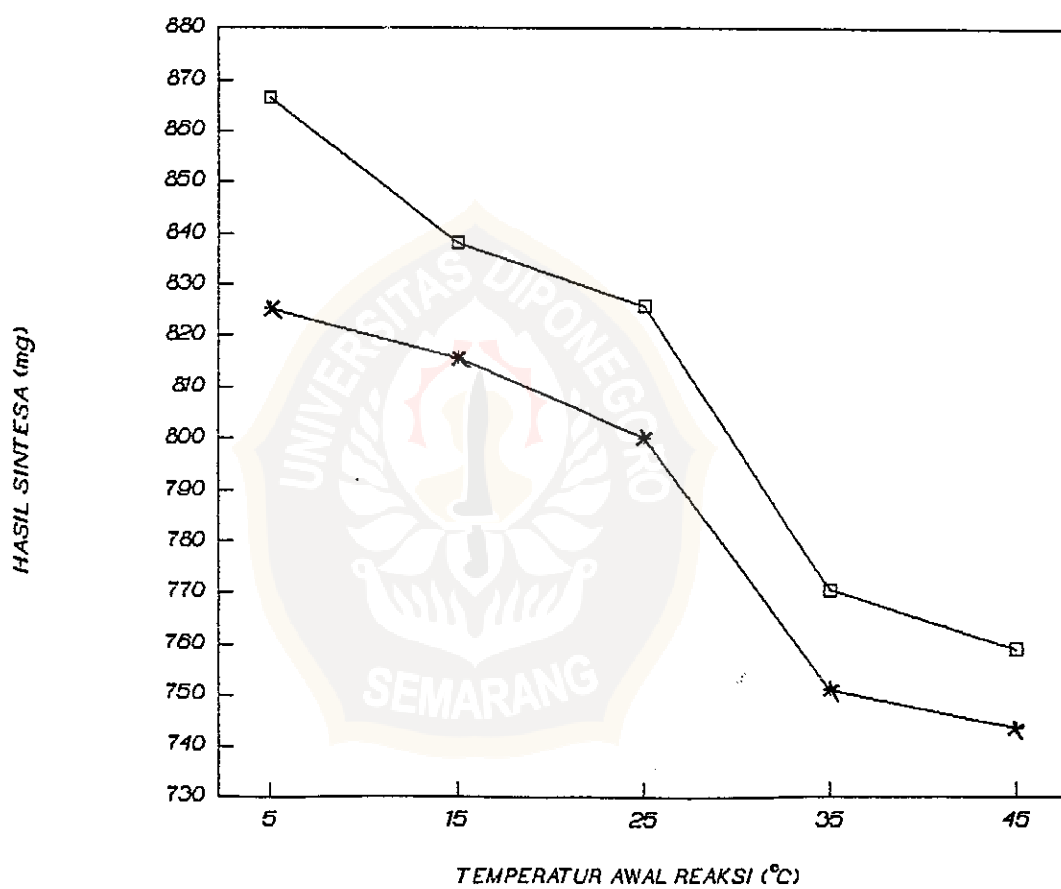


Grafik C.1. Pengaruh jumlah asetat anhidrid terhadap asetilasi selulosa
□ Pulp kayu pinus
x Pulp kayu akasia

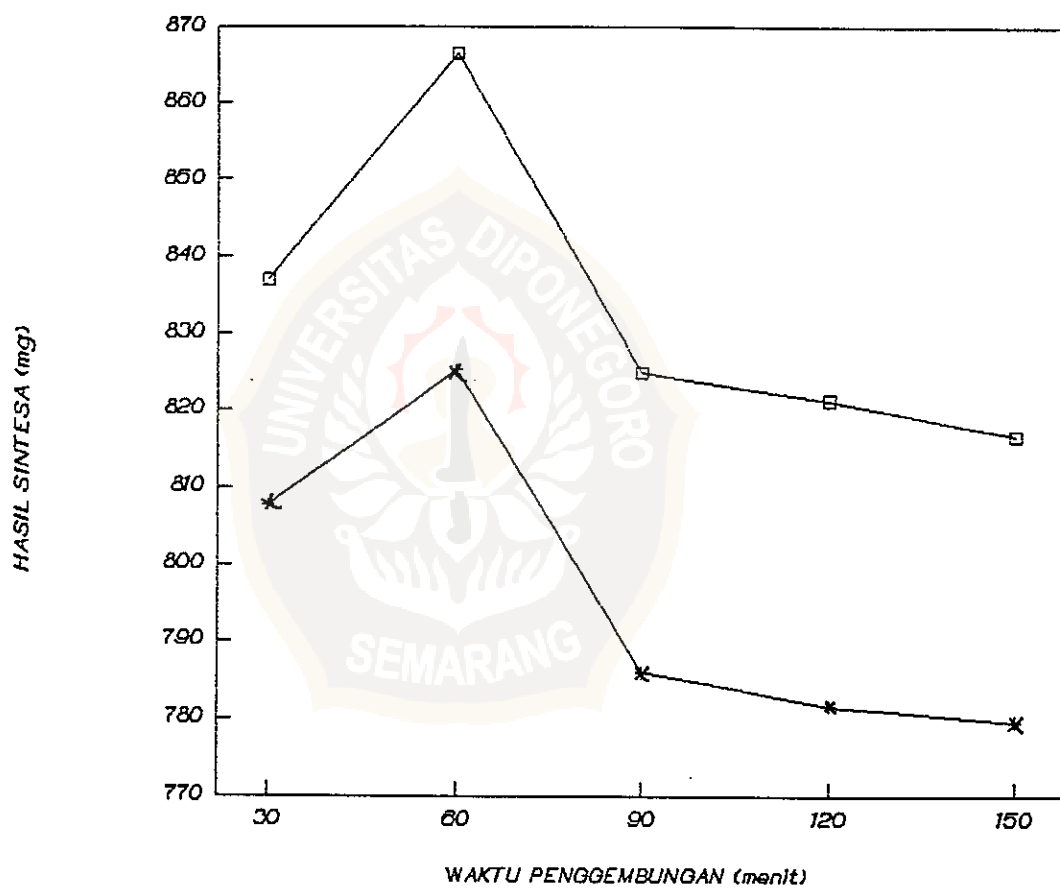


Grafik C.2. Pengaruh jumlah asam sulfat terhadap asetilasi selulosa

- Pulp kayu pinus
- x Pulp kayu akasia



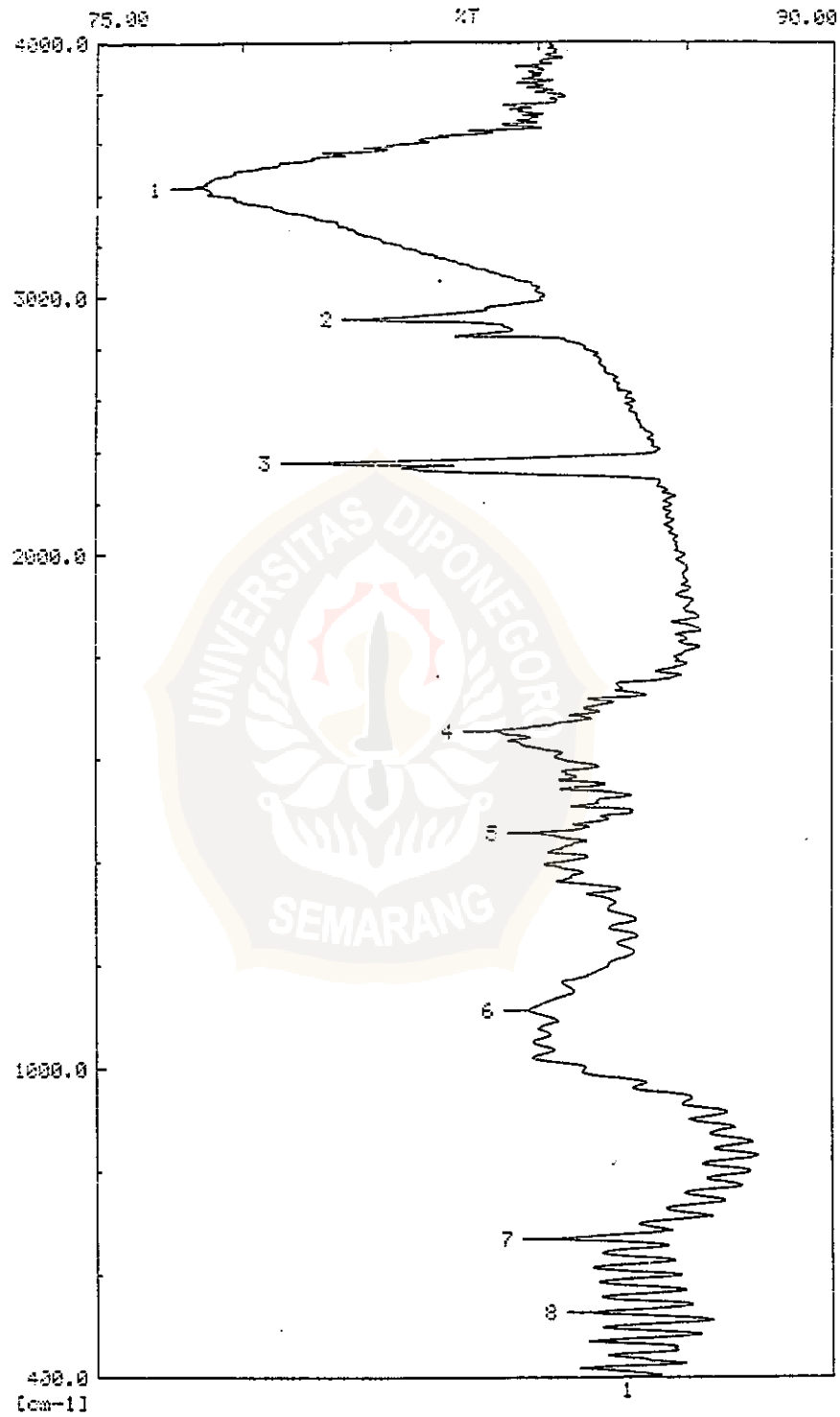
Grafik C.3. Pengaruh temperatur awal reaksi terhadap asetilasi selulosa
□ Pulp kayu pinus
x Pulp kayu akasia

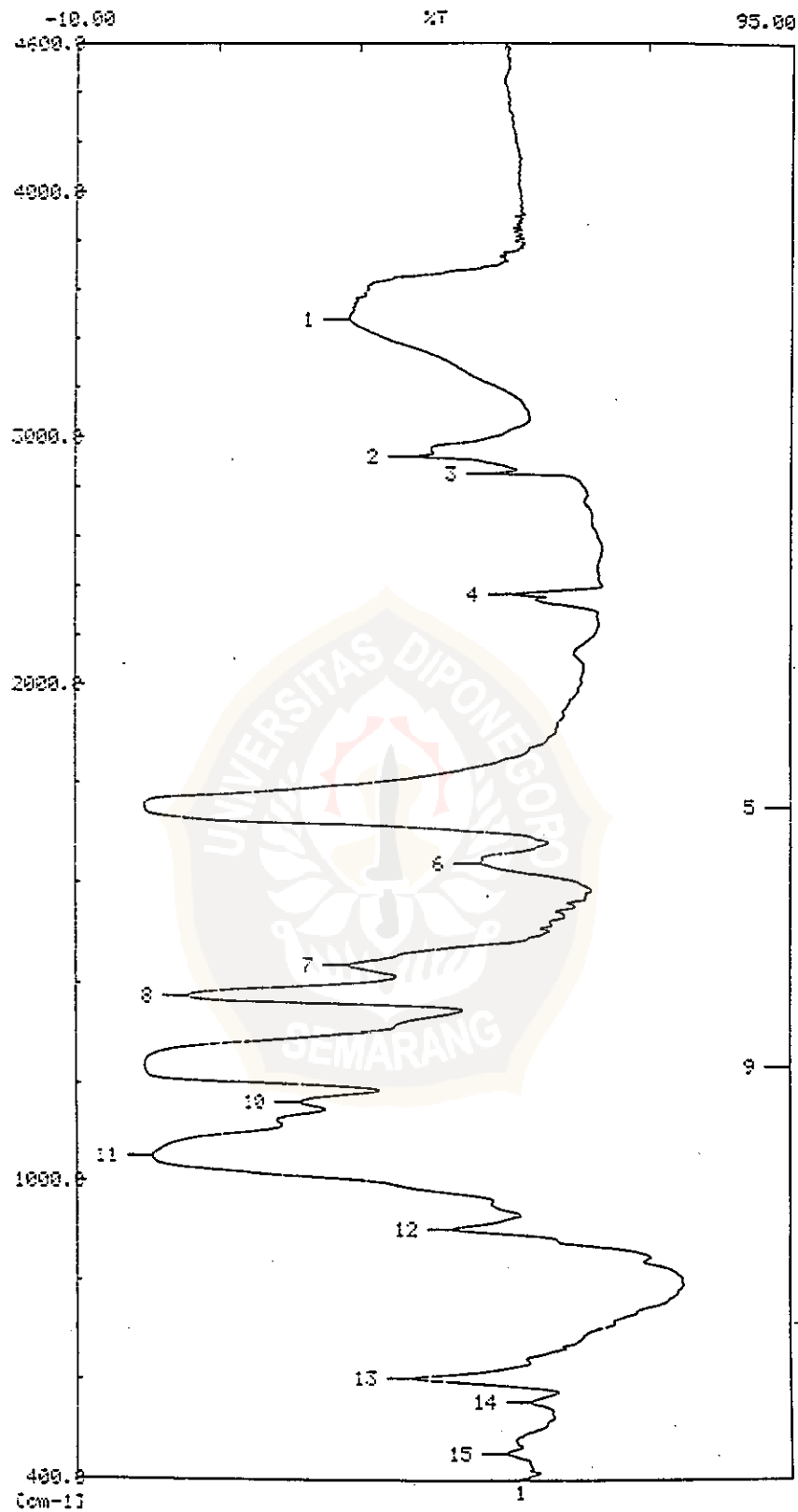


Grafik C.4. Pengaruh lama penggebugan terhadap asetilasi selulosa

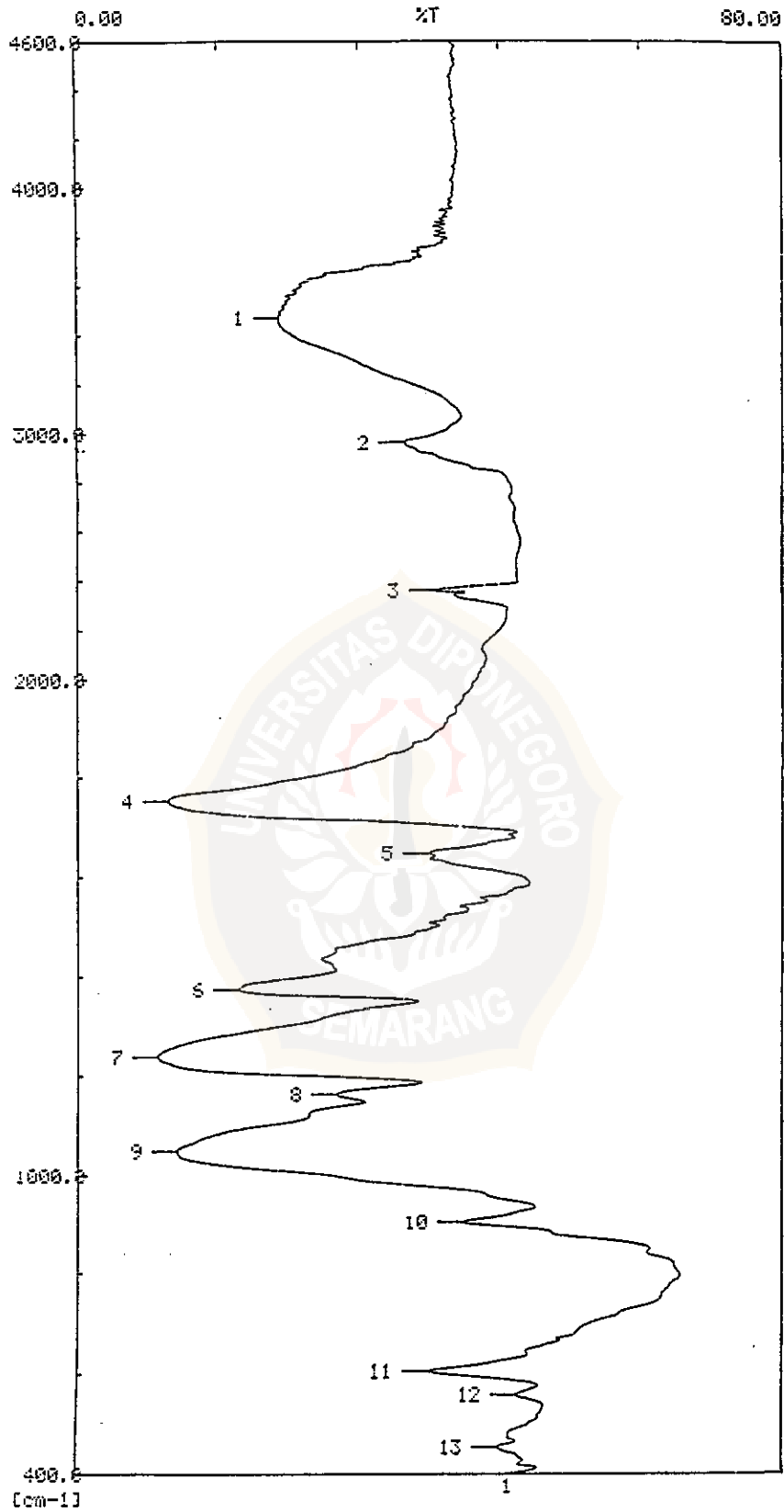
- ▣ Pulp kayu pinus
- x Pulp kayu akasia

Lampiran D : Spektrum Infra Merah Selulosa dan Selulosa Asetat Primer





Gambar D.2. Spektrum Infra Merah selulosa asetat primer



Gambar D.3. Spektrum Infra Merah selulosa asetat primer

dari pulp kayu akasia