

# Sintesis Selulosa Suksinat Melalui Reaksi Esterifikasi Asam Suksinat

Miftahul Jannah\*, Ahyar Ahmad, Paulina Taba, Harningsih Karim

Jurusan Kimia, FMIPA-K, Universitas Negeri Manado, Minahasa, 95619, Indonesia

Departemen Kimia, FMIPA, Universitas Hasanuddin, Makassar, 90245, Indonesia

Departemen Farmasi, Akademi Farmasi YAMASI, Makassar, 90222, Indonesia

## INFO ARTIKEL

Diterima 21 Februari 2023

Disetujui 28 April 2023

### Key word:

Cellulose

Cellulose succinate

Succinate acid

Degree of substitution

### Kata kunci:

Selulosa

Selulosa suksinat

Asam suksinat

Derajat substitusi

## ABSTRACT

Cellulose is a biopolymer that is widely applied in various fields. Modification of cellulose is needed to increase the added value of cellulose. One of these cellulose derivatives is cellulose succinate. This study aims to synthesize succinic cellulose using succinic acid. This research covers the synthesis of cellulose succinate via esterification reaction with a variation of succinic acid (1.6%; 2.4%; 3.2% and 4.0%), DS determination by titration method, and characterization with FTIR. Based on the synthesis results, the optimum DS was obtained at 2.4% succinic acid (SS3) concentration, namely 0.692. The results of the characterization with FTIR also showed the presence of a C=O absorption band indicating the presence of cellulose succinate monoester.

## ABSTRAK

Selulosa merupakan biopolimer yang banyak diaplikasikan dalam berbagai bidang. Modifikasi selulosa diperlukan untuk meningkatkan nilai tambah selulosa. Salah satu turunan selulosa tersebut adalah selulosa suksinat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mensintesis selulosa suksinat menggunakan asam suksinat. Penelitian ini meliputi sintesis selulosa suksinat melalui reaksi esterifikasi dengan variasi asam suksinat (0,8%; 1,6%; 2,4%; 3,2% dan 4,0%), penentuan DS dengan metode titrasi dan karakterisasi dengan FTIR. Berdasarkan hasil sintesis diperoleh DS optimum pada konsentrasi asam suksinat 2,4% (SS3) yaitu 0,692. Hasil karakterisasi dengan FTIR juga menunjukkan adanya pita serapan C=O yang menandai adanya monoester selulosa suksinat.

\*e-mail:

miftahuljannah@unima.ac.id

## Pendahuluan

Selulosa merupakan biopolimer yang banyak dimanfaatkan di berbagai industri. Keberadaan gugus hidroksil pada molekul selulosa menyebabkan selulosa dapat dimodifikasi secara eterifikasi [1] dan esterifikasi [2]. Modifikasi tersebut bertujuan untuk pengembangan dan peningkatan kualitas selulosa. Salah satu parameter kualitas selulosa termodifikasi adalah nilai Derajat Substitusi (DS).

Selulosa ester cenderung menghasilkan DS yang lebih tinggi daripada selulosa eter dalam

proses produksinya [3]. Salah satu turunan selulosa ester adalah selulosa suksinat. Selulosa suksinat merupakan senyawa turunan selulosa yang banyak diaplikasikan sebagai adsorben [4].

Metode sintesis selulosa suksinat dapat dilakukan melalui reaksi esterifikasi asam yang memiliki gugus karboksilat pada molekulnya. [5] telah mensintesis selulosa suksinat menggunakan asam suksinat dengan nilai DS 5,35. Asam suksinat akan membentuk intermediet berupa anhidrat. Anhidrat tersebut akan bereaksi dengan selulosa [6].

Modifikasi selulosa menjadi selulosa suksinat memberikan kontribusi gugus karboksil yang mengarah ke peningkatan kemampuan adsorben [5]. Hal ini dapat diamati pada nilai DS yang dihasilkan oleh selulosa suksinat. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mensintesis selulosa suksinat dengan DS yang tinggi menggunakan metode yang lebih sederhana.

## Bahan dan Metode

### Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektrofotometer FTIR Shimadzu, oven GenLab, *magnetic stirrer*, neraca analitik, corong, gelas kimia dan alat titrasi.

### Bahan

Akuades, asam klorida (HCl) 0,025 M, asam suksinat (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>) p.a, indikator PP, kertas saring, natrium hidroksida (NaOH) 0,1 M dan selulosa avicel ph 102.

### Sintesis Selulosa Suksinat

Asam suksinat (0,8%; 1,6%; 2,4%; 3,2% dan 4,0%) dilarutkan dalam akuades. Campuran ditambahkan dengan 1 gram selulosa. Setelah itu, campuran diaduk selama 30 menit. Bubur selulosa yang terbentuk dimasukkan ke dalam oven suhu 50°C selama 12 jam. Suhu dinaikkan menjadi 120°C dan sampel dipanaskan selama 12 jam. Setelah 12 jam, sampel didinginkan dan dicuci dengan 250 mL akuades hangat. Residu dikeringkan dalam oven suhu 50°C selama 4 jam. Selulosa suksinat yang dihasilkan diberi kode SS1, SS2, SS3, SS4 dan SS5. Selulosa suksinat dikarakterisasi dengan FTIR [7].

### Penentuan Derajat Substitusi (DS)

Sebanyak 0,05 gram selulosa suksinat ditambahkan dengan 10 mL NaOH 0,1 M. campuran dititrasi dengan HCl 0,025 M. setiap sampel dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan [8]. Nilai DS dapat dihitung dengan persamaan 1 dan 2.

$$DS = \frac{162 \times nCOOH}{m - 100 \times nCOOH} \quad (1)$$

$$nCOOH = \frac{(V_{NaOH} \times C_{NaOH}) - (V_{HCl} \times C_{HCl})}{2} \quad (2)$$

Keterangan:

DS : Derajat substitusi

m : massa selulosa suksinat (g)

V<sub>NaOH</sub> : Volume NaOH (L)

C<sub>NaOH</sub> : Konsentrasi NaOH (M)

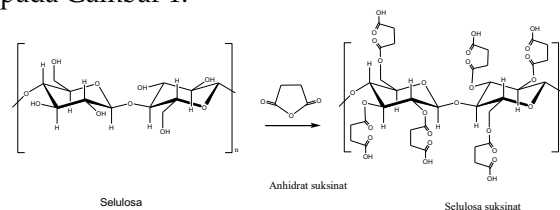
V<sub>HCl</sub> : Volume HCl (L)

C<sub>HCl</sub> : Konsentrasi HCl (M)

## Hasil dan Pembahasan

### Pengaruh Konsentrasi Asam Suksinat terhadap DS

Reaksi pembentukan selulosa suksinat merupakan reaksi esterifikasi, dimana gugus hidroksil dari molekul selulosa disubstitusi oleh gugus karboksil asam suksinat membentuk turunan selulosa ester yaitu selulosa suksinat. Asam suksinat akan membentuk intermediet berupa anhidrat ketika terjadi pemanasan. Anhidrat tersebut akan bereaksi dengan selulosa menghasilkan selulosa suksinat. Reaksi pembentukan selulosa suksinat dapat diamati pada Gambar 1.



**Gambar 1.** Reaksi Pembentukan Selulosa Suksinat [9]

Pada Tabel 1 dapat diamati bahwa penambahan konsentrasi asam suksinat meningkatkan nilai DS sampai pada SS3. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya yang menyatakan bahwa konsentrasi asam suksinat berpengaruh terhadap nilai DS [10] [11]. Pada setiap penambahan konsentrasi yang lebih tinggi, nilai DS semakin menurun. Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena rendahnya reaktivitas anhidrat suksinat yang berpengaruh terhadap reaksi ikat silang [9]. Oleh karena itu, nilai DS SS4 dan SS5 mengalami penurunan.

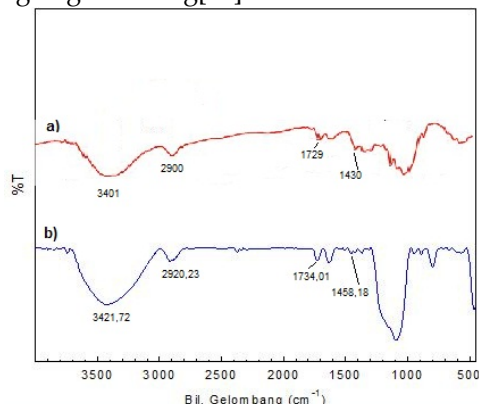
**Tabel 1.** Pengaruh Konsentrasi Asam Suksinat terhadap Kadar dan DS Selulosa Suksinat

Sampel	Kadar selulosa suksinat (%)	Derajat substitusi (DS)
SS1	89	0,505
SS2	89	0,684
SS3	91	0,692
SS4	91	0,480
SS5	90	0,354

Derajat substitusi tertinggi terdapat pada SS3 yaitu 0,692. Hal ini menunjukkan bahwa sekitar 69,2% asam suksinat bereaksi dengan selulosa, sedangkan sisanya tidak ikut bereaksi. Nilai yang diperoleh dalam penelitian ini lebih tinggi daripada penelitian sebelumnya yang memperoleh DS 0,12 [12].

#### Analisis FTIR

Pada spektrum hasil analisis FTIR, gugus O-H dan C-H masih muncul pada daerah 3421,72  $\text{cm}^{-1}$  dan 2920,23  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak tersebut merupakan gugus penyusun molekul selulosa [13]. Modifikasi kimia akan menyebabkan pergeseran bilangan gelombang [14].



**Gambar 2.** Spektrum FTIR Selulosa Suksinat (a) perbandingan [5] (b) hasil penelitian

Pada Gambar 2 dapat diamati perbedaan spektrum selulosa dan selulosa suksinat, dimana muncul puncak baru pada daerah 1734,01  $\text{cm}^{-1}$ . Puncak baru tersebut merupakan pita serapan C=O ester yang menandai adanya monoester selulosa suksinat [15]. Pada daerah 1458,18  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus O-H yang berasal dari -COOH. Puncak-puncak yang muncul memiliki kemiripan dengan penelitian yang dilakukan oleh [5]. Berdasarkan hal tersebut, dapat dikatakan bahwa telah terjadi proses esterifikasi selulosa. Hal ini juga ditandai dengan tidak adanya puncak pada daerah 1850  $\text{cm}^{-1}$  dan 1780  $\text{cm}^{-1}$ , yang berarti anhidrida suksinat yang tidak bereaksi telah hilang [16].

#### Ucapan terimakasih

Penelitian ini didanai oleh Hibah Penelitian Tesis Magister tahun 2019. Ucapan terima kasih kepada Prodi Magister Kimia Universitas Hasanuddin, Makassar.

#### Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa selulosa suksinat dapat disintesis dengan asam suksinat melalui reaksi esterifikasi. Nilai DS optimum dalam penelitian ini yaitu 0,692 terdapat pada konsentrasi asam suksinat 2,4%.

#### Daftar Pustaka

- [1] F. Jia, H. Liu, and G. Zhang. Preparation of Carboxymethyl Cellulose from Corn cob, *Procedia Environ. Sci.* **2016**, *31*, pp. 98–102, doi: 10.1016/j.proenv.2016.02.013.
- [2] K. Syamsu and T. Kuryani. Pembuatan biofilm selulosa asetat dari selulosa mikrobal nata de cassava, *E-Jurnal Agroindustri Indones.* **2014**, *3*, no. 1, pp. 126–133, [Online]. Available: <http://tin.fateta.ipb.ac.id/journal/e-jaii>
- [3] R. P. Swatloski *et al.* Dissolution of Cellulose with Ionic Liquids, *J. AM. Chem Soc.* **2002**, *124*, pp. 4974–4975, doi:10.1021/ja025790m.
- [4] M. M. C. Elias *et al.* Synthesis and application of sugarcane bagasse cellulose mixed esters. Part I: Removal of Co<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> from single spiked aqueous solutions in batch mode using sugarcane bagasse cellulose succinate phthalate, *J. Colloid Interface Sci.* **2019**, *533*, pp. 678–691, doi: 10.1016/j.jcis.2018.08.109.
- [5] X. Qin *et al.* A green technology for the synthesis of cellulose succinate for efficient adsorption of Cd(II) and Pb(II) ions, *RSC Adv.* **2016**, *6*, no. 32, pp. 26817–26825, doi: 10.1039/c5ra27280g.

- [6] D. C. M BR. Sembiring. (Universitas Sumatera Utara, Medan, Sumatera Utara, Indonesia). Skripsi, 2016.
- [7] N. D. Thanh, Nhung H. L. Some Derivates of Cellulose with Diethanolamin and Ethylendiamine (Faculty of Chemistry Hanoi University of Science, Hanoi). 2009.
- [8] W. Y. Li, A. X. Jin, C. F. Liu, R. C. Sun, A. P. Zhang, and J. F. Kennedy. Homogeneous modification of cellulose with succinic anhydride in ionic liquid using 4-dimethylaminopyridine as a catalyst, *Carbohydr. Polym.* **2009**, *78*, no. 3, pp. 389–395, doi: 10.1016/j.carbpol.2009.04.028.
- [9] M. Granström. Cellulose Derivates: Synthesis, Properties and Applications (University of Helsinki, Finland). Disertasi, 2009.
- [10] W. Shang *et al.* Study on oil absorbency of succinic anhydride modified banana cellulose in ionic liquid, *Carbohydr. Polym.* **2016**, *141*, pp. 135–142, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.01.009.
- [11] B. Zhang, J. Q. Mei, B. Chen, and H. Q. Chen. Digestibility, physicochemical and structural properties of octenyl succinic anhydride-modified cassava starches with different degree of substitution, *Food Chem.* **2017**, *229*, pp. 136–141, doi: 10.1016/j.foodchem.2017.02.061.
- [12] A. Leszczyńska, P. Radzik, E. Szefer, M. Mičušík, M. Omastová, and K. Pielichowski, “Surface modification of cellulose nanocrystals with succinic anhydride,” *Polymers (Basel)*. **2019**, *11*, no. 5, doi: 10.3390/polym11050866.
- [13] M. Jannah, A. Ahmad, A. Hayatun, P. Taba, and S. Chadijah, “Effect of filler and plastisizer on the mechanical properties of bioplastic cellulose from rice husk,” *J. Phys. Conf. Ser.* **2019**, *1341*, no. 3, doi: 10.1088/1742-6596/1341/3/032019.
- [14] A. M. Das, A. A. Ali, and M. P. Hazarika. Synthesis and characterization of cellulose acetate from rice husk: Eco-friendly condition, *Carbohydr. Polym.* **2014**, *112*, pp. 342–349, doi: 10.1016/j.carbpol.2014.06.006.
- [15] T. Sudiarti, D. Wahyuningrum, B. Bundjali, and I. M. Arcana. Sintesis Selulosa Suksinat dalam Cairan Ion 1-Butil-3-Metilimidazolium Klorida ([ BMIM ] CL ) dengan Metode Microwave Assisted Organic Synthesis ( MAOS ) dan Penentuan Derajat Substitusinya Synthesized Cellulose Succinate in 1-Butyl-3-Methylimidazolium Ch, **2016**, *18*, no. June, pp. 55–61, 2016.
- [16] A. Chadlia, M. H. M. Farouk. Rapid Homogeneous Esterification of Cellulose Extracted from *Posidonia* Induced by Microwave Irradiation *J. Appl. Polym. Sci.* **2011**, *196*, pp. 3372-3381, doi: 10.1002/app.32973.