KAJIAN PENGEMBANGAN STANDAR METODE UJI HOLOSELULOSA

Study of the Development Holocellulose Standard Testing Method

Rina Masriani¹, Teddy Kardiansyah², Hana Rachmanasari³ dan Raeshifa Diani Almy⁴

^{1,2,3}Balai Besar Pulp dan Kertas (JI Raya Dayeukolot No. 132 Bandung)

⁴Pusat Standardisasi Industri (JI Gatot Subroto Jakarta)

E-mail: rina.masriani@gmail.com

Abstrak

Kapasitas produksi pulp Indonesia meningkat dari 7,9 juta ton per tahun pada tahun 2014 menjadi 10,5 juta ton per tahun pada tahun 2018, dan memerlukan bahan baku kayu sekitar 41,4 juta ton kayu per tahun, yang tidak hanya dipenuhi dari hutan tanaman industri (HTI), tetapi juga melalui impor serpih kayu. Kualitas serpih kayu impor perlu mendapat perhatian khusus terkait komponen kimia serpih kayu berupa lignin, ekstraktif dan holoselulosa yang terdiri dari selulosa dan hemiselulosa. Kandungan holoselulosa dalam serpih kayu dapat digunakan sebagai salah satu syarat dalam menentukan kualitas serpih kayu sebagai bahan baku pulp. Prinsip penentuan kadar holoselulosa menurut SNI 01-1303-1989 adalah pelarutan ekstraktif menggunakan etanol-benzena kemudian dilanjutkan penghilangan lignin dengan proses klorinasi menggunakan gas klor (Cl_2) dan dilanjutkan dengan perlakuan monoetanolamina secara berulang hingga lignin tidak terdeteksi. Saat ini, penggunaan gas klor (Klor Elemen) sudah tidak diizinkan lagi, sehingga metode yang dianjurkan beralih ke metode *Chlorite Holocellulose* (metode Wise). Prinsip penentuannya adalah pelarutan ekstraktif dan dilanjutkan dengan penghilangan lignin menggunakan natrium klorit (NaClO_2). Cara uji ini masih digunakan dan diperlukan oleh laboratorium terkait di Indonesia, karena lebih mudah dilakukan dibandingkan dengan metoda lainnya. Kajian ini bertujuan untuk menentukan cara uji holoselulosa dengan keberterimaan yang tinggi untuk mendukung penyusunan SNI, sehingga dapat digunakan di laboratorium uji secara nasional dan diterima di laboratorium tingkat ASEAN/International. Hasil kajian cara uji holoselulosa dalam kayu dan non-kayu yang sudah terverifikasi dan tervalidasi serta telah disepakati oleh beberapa laboratorium terkait untuk kemudian dapat diajukan sebagai Rancangan Standar Nasional Indonesia.

Kata kunci: cara uji holoselulosa, *chlorite holocellulose*, Rancangan Standar Nasional Indonesia (RSNI)

Abstrak

Indonesia's pulp production capacity increased from 7.9 million tons per year in 2014 to 10.5 million tons per year in 2018, and it still requires wood chip as raw material of around 41.4 million tons per year, which is not only coming from industrial forest plantation, but also comes from importing wood chips. The main concern of imported wood chips is the chip wood quality. Wood chemical content includes lignin, extractive and holocellulose which consists of cellulose and hemicellulose. The holocellulose content in wood could be used as a quality parameter for wood chips as raw material for pulp. According to SNI 01-1303-1989, holocellulose level is obtained by extracting dissolution using ethanol-benzene, followed by lignin removal using chlorination process (Cl_2 gas) and followed by repeated treatment of monoethanolamine until lignin is not detected. The use of chlorine gas (element chlorine) is no longer permitted, then the *Chlorite Holocellulose* method (Wise Method) is developed as an alternative method. The main process started with extractive dissolution and followed by lignin removal using sodium chlorite (NaClO_2). This test method is still used and needed by relevant laboratories in Indonesia, because it is easier to do. This study aims to determine the method of holocellulose test with high user acceptance to support the preparation of Indonesian National Standard (SNI), so that it can be used in national testing laboratories and accepted in ASEAN/International laboratories. Timber that has been verified, validated and has been agreed by several related laboratories to be submitted as the Draft Indonesian National Standard.

Keywords: Holocellulose Standard Test Method, *chlorite holocellulose*, Indonesian National Standard (SNI)

1. PENDAHULUAN

Kapasitas produksi pulp Indonesia meningkat dari 7,9 juta ton per tahun (APKI, 2014) menjadi 10,5 juta ton per tahun karena kehadiran satu industri pulp baru. Kapasitas produksi pulp tersebut setidaknya memerlukan bahan baku

kayu sekitar 41,4 juta ton kayu per tahun (Nambiar dkk., 2018). Kebutuhan serpih kayu untuk bahan baku pulp saat ini memiliki kecenderungan tidak hanya dipenuhi melalui pasokan dari Hutan Tanaman Industri (HTI), tetapi dipenuhi dari mengimpor serpih kayu (*wood chips*) dari negara lain untuk memenuhi

kebutuhan serpih kayu. Salah satu negara di Asia Tenggara yang menjadi eksportir terbesar serpih kayu adalah Vietnam.

Gambar 1 Sumber serpih kayu dunia pada tahun 2017 (Flynn, 2018).

Impor serpih kayu perlu menjadi perhatian, yaitu hal yang terkait dengan kualitas kayu serpih yang akan mempengaruhi kualitas pulp yang dihasilkannya. Variabel yang berpengaruh dari kayu serpih sebagai bahan baku pulp antara lain yaitu kadar air, komponen kimia, lama penyimpanan, ukuran serpih kayu dan spesies kayu (Biermann, 1996). Komponen kimia dalam kayu menjadi salah satu parameter kualitas kayu yang penting karena terkait dengan rendemen dan sifat fisik pulp yang akan dihasilkan setelah proses pemasakan. Komponen kimia yang umum dalam kayu antara lain, lignin, ekstraktif dan holoselulosa yang terdiri dari selulosa dan hemiselulosa, (Biermann, 1996).

Holoselulosa dalam kayu ini dapat digunakan sebagai salah satu syarat kualitas dari serpih kayu sebagai bahan baku pulp. Terkait dengan impor serpih kayu, maka parameter holoselulosa dapat menjadi salah satu parameter *barrier* atau pembatas kualitas serpih kayu untuk menahan laju impor ke Indonesia, juga untuk melihat kualitas dan kuantitas pulp (terutama *dissolving pulp*) yang dihasilkan. Indonesia memiliki Standar Nasional Indonesia (SNI) yang berperan sebagai *barrier* perdagangan antar negara. Standar yang diterbitkan oleh Badan Standardisasi Nasional (BSN) tersebut dapat berupa standar spesifikasi produk dan standar cara uji. Kedua jenis standar tersebut mendukung penguatan SNI yang berperan sebagai pembatas perdagangan untuk menahan laju impor.

Program pemeliharaan standar bertujuan untuk mengkaji masih relevan atau tidaknya suatu standar, sehingga dilakukan suatu kajian untuk menentukan relevansi standar tersebut. Salah satu standar yang perlu dikaji adalah SNI 01-1303-1989 Cara uji kadar holoselulosa kayu. Prinsip penentuan kadar holoselulosa menurut

SNI 01-1303-1989 adalah pelarutan ekstraktif menggunakan etanol-benzena kemudian dilanjutkan penghilangan lignin dengan proses klorinasi (gas klor (Cl_2) dan dilanjutkan dengan perlakuan monoetanolamina secara berulang hingga lignin tidak terdeteksi. Penggunaan gas klor (Klor Elemen) sudah tidak diizinkan lagi, sehingga analisis beralih ke metode Chlorite Holocellulose (Metode Wise). Prinsip penentuan kadar holoselulosa menurut Chlorite Holocellulose (Metode Wise) adalah pelarutan ekstraktif dan dilanjutkan dengan penghilangan lignin menggunakan natrium klorit (NaClO_2). Metode uji ini masih digunakan dan diperlukan oleh laboratorium terkait di Indonesia, karena lebih mudah dilakukan dibandingkan dengan metoda lainnya. Kajian ini bertujuan untuk menentukan metode uji holoselulosa dengan keberterimaan yang tinggi untuk mendukung penyusunan SNI, sehingga dapat digunakan di laboratorium uji secara nasional (Indonesia) dan diterima di laboratorium ASEAN/International.

2. TINJAUAN PUSTAKA

Komposisi kimia bahan kayu dalam batang berbeda dari bagian makroskopik pohon lainnya (cabang, mata kayu, pucuk, dan akar). Pada batang kayu, yang merupakan bahan utama yang digunakan untuk pembuatan pulp, dalam kayudaun (*birch*) konsentrasi selulosa paling tinggi terdapat pada lapisan S2 dan S3 (Rowell, dkk, 1997). Persyaratan sifat kayu untuk bahan baku pulp (<http://www.fao.org>) dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Persyaratan Sifat Kayu untuk Bahan Baku Pulp

Sifat Kayu	Kualitas pulp		
	Baik	Cukup	Kurang
Warna kayu	Putih-kuning	Coklat-hitam	Hitam
Masa jenis	<0,50	0,5-0,60	0,60
Panjang serat (mm)	>1,6	0,9-1,6	<0,90
Holoselulosa (%)	>65	60-65	<60
Lignin (%)	<25	25-30	30
Ekstraktif (%)	<5	5-7	>7

Karbohidrat dari kayu penting dalam menentukan responnya terhadap kondisi proses dan pengembangan sifat fisik pulp. Selain itu, berbagai kandungan karbohidrat dalam kayu memiliki sensitivitas yang berbeda terhadap bahan kimia pembuatan pulp, dan mempengaruhi hasil dan kualitas pulp. Penentuan kadar holoselulosa dalam kayu

memberikan informasi untuk evaluasi dan penerapan proses. Komponen kimia dalam kayu menjadi salah satu parameter kualitas kayu yang penting terkait dengan rendemen dan sifat fisik pulp yang dihasilkan setelah proses pembuatan pulp. Komponen kimia yang utama dalam kayu antara lain, holoselulosa yang terdiri dari selulosa dan hemiselulosa, (Biermann, 1996).

Prinsip Pengujian Holoselulosa

Gambar 2. Prinsip pengujian holoselulosa.

Definisi

Holoselulosa adalah bagian serat yang bebas ekstraktif dan lignin, terdiri dari selulosa dan hemiselulosa. Tergantung pada jenis kayunya, berwarna putih sampai kekuning-kuningan. Selulosa adalah polisakarida linier, terdiri dari satuan anhidroglukosa dengan ikatan 1,4-beta-glukosidik yang pada hidrolisa suasana asam menghasilkan D-glukosa. Hemiselulosa adalah polisakarida yang bukan selulosa, yang pada hidrolisa menghasilkan D-manosa, D-galaktosa, D-glukosa, D-xilosa, L-arabinosa dan asam-uronat.

3. METODE PENELITIAN

3.1 Ruang lingkup kegiatan

Penelitian ini dibatasi pada kajian verifikasi dan validasi metode uji kadar holoselulosa menggunakan sampel serpih kayudaun (*Eucalyptus pellita* 5 tahun), kayujarum (*Pinus merkusii* 15 tahun), sampel non-kayu serat panjang (Abaka) dan sampel non-kayu serat pendek (Tandan kosong sawit), bekerjasama dengan Pusat Standardisasi Industri (PSI) KEMENPERIN.

3.2 Lokasi kegiatan

Penelitian dilakukan di laboratorium riset dan pengujian kertas Balai Besar Pulp dan Kertas Bandung, Jl Raya Dayeuhkolot 132 – Bandung 40258. Pengumpulan data dan informasi dilakukan pada beberapa laboratorium uji kimia terkait nasional yaitu LIPI Biomaterial Cibinong, IPB - Bogor, UGM - Yogyakarta, P3HH – KLHK Bogor, Balittas Malang – Kementan, Intertek Indonesia – Jakarta dan BBPK – Bandung Kemenperin.

3.3 Sampel, Bahan, Alat dan Metode Penelitian Sampel produk untuk analisis holoselulosa

- Sampel serpih kayudaun (*Eucalyptus pellita* 5 tahun) diberi kode A, mewakili kayu serat pendek
- Kayu daunjarum (*Pinus merkusii* 15 tahun) diberi kode B, mewakili kayu serat panjang
- Tandan kosong sawit, diberi kode C, mewakili non kayu, serat pendek
- Abaka diberi kode D, mewakili non kayu, serat panjang

Untuk pengujian holoselulosa, sebagian serpih kayu diserbuk menggunakan alat penyerbuk *Wiley mill*, serbuk disaring sampai diperoleh ukuran 40 – 60 mesh. Ekstraktif pada serbuk kayu dihilangkan dengan ekstraksi Alkohol Benzena. Sampel serpih kayu dan sampel yang telah diserbuk untuk analisis holoselulosa dapat dilihat pada Gambar 3.

Gambar 3. Sampel serpih kayu dan non-kayu serta sampel yang telah diserpih untuk analisis holoselulosa

Bahan kimia yang digunakan yaitu ethanol, p.a., benzena, p.a., asam asetat, p.a., natrium klorit, NaClO_2 , krikik, 80%, dan *solution* 25%. Selain itu juga digunakan aquades. Peralatan yang digunakan selama penelitian ini adalah Corong *Buchner*, Labu erlenmeyer 250 mL, Labu erlenmeyer 25 mL, Penangas air, Lemari asam kimia, Crucible funnel G2 dan G3, Peralatan ekstraksi, labu ekstraksi 500 mL, tabung ekstraksi Soxhlet, Perangkat pemanas, heating mantle atau yang setara, Oven Kertas saring.

Pelaksanaan kajian terdiri dari pengujian Kadar Holoselulosa tiap-tiap contoh uji (4 contoh uji) dengan metode ASTM D1104-56 (1978) dilakukan dengan metode round robin (homogenisasi sampel, preparasi sampel, distribusi sampel dan uji sampel di laboratorium yang berbeda dengan personil laboratorium yang berbeda).

Laboratorium yang ikut serta dalam pengujian sebanyak 7 laboratorium (Lab. Kimia Kayu Teknologi Hasil Hutan UGM, Lab. Kimia Kayu Teknologi Hasil Hutan IPB, Laboratorium Balittas Malang dan Laboratorium Pusat Biomaterial LIPI Cibinong, Laboratorium P3HH-KLHK, Intertek, dan laboratorium Balai Besar Pulp dan Kertas, dan diberi kode 01, 02, 03, 04, 05, 06, dan 07 secara acak (tidak berurutan).

Pada setiap metode uji yang dilakukan, hasil yang diperoleh ditentukan dan dievaluasi melalui uji *Repeatability* dan *Reproducibility*. Perhitungan uji *Repeatability* dan *Reproducibility* dilakukan dengan mengacu pada Hadi A. (2019). Verifikasi dan validasi hasil pengujian untuk menentukan metode yang terpilih sebagai hasil kesepakatan berbagai Laboratorium terkait Nasional sebagai dasar metode uji yang akan diusulkan sebagai RSNI cara uji Holoselulosa.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Kajian Beberapa Prosedur Analisis Holoselulosa

Gambar 4. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* SNI 01-1303-1989/ASTM D1104-56

Gambar 5. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (Rowell, 1997)

Gambar 6. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (IPB)

Gambar 7. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (LIPI)

Gambar 8. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (BBPK)

Gambar 9. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (Rabemanolontsoa dan Saka, 2012)

Gambar 10. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (Jayme dan Wise dalam Browning 1967)

Hasil Verifikasi Uji Holoselulosa di BBPK

Tabel 3. Hasil verifikasi uji holoselulosa sesuai metode yang dilakukan di BBPK

Parameter statistika	Jenis sampel			
	<i>Eucalyptus</i> 5 tahun	Pinus 15 tahun	TKKS	Abaka
Rata-rata	77,45	72,66	75,28	91,72
Standar deviasi	0,99	0,83	0,56	1,18
RSD, %	1,27	1,14	0,75	1,29
2/3RSDr	1,39	1,41	1,40	1,36

Selanjutnya dilakukan pengujian holoselulosa lagi terhadap 2 sampel yaitu sampel *Eucalyptus* dan *Pinus merkusii* di 7 laboratorium diberi kode 01, 02, 03, 04, 05, 06, dan 07.

Estimasi Data *Repeatability* dan *Reproducibility* Hasil Uji Holoselulosa

Tabel 4. Estimasi data *repeatability* hasil uji holoselulosa

Sampel	Kadar holoselulosa rata-rata (%)	Simpangan baku <i>repeatability</i> S_r	Koefisien variasi <i>repeatability</i> , CV_r , %	Batas <i>repeatability</i> r
<i>Eucalyptus pellita</i>	79,77	0,30	1,04	0,83
<i>Pinus merkusii</i>	73,10	0,30	1,12	0,82

Tabel 5. Estimasi data *reproducibility* hasil uji holoselulosa

Sampel	Kadar holoselulosa rata-rata (%)	Simpangan baku <i>reproducibility</i> S_R	Koefisien variasi <i>reproducibility</i> , CV_R , %	Batas <i>reproducibility</i> R
<i>Eucalyptus pellita</i>	79,77	3,00	10,43	8,32
<i>Pinus merkusii</i>	73,10	3,00	15,01	10,97

Gambar 11. Bagan kerja *Chlorite Holocellulose* (Hasil kesepakatan pada FGD-1)

Kesepakatan pada FGD-2

- Pada laporan hasil uji perlu dicantumkan: Bentuk natrium klorit yang digunakan (padatan atau larutan), Jumlah penambahan natrium klorit
- Dibuat catatan pada prosedur. Untuk contoh kayudaun pada umumnya penambahan natrium klorit sebanyak 4 kali. Pada prosedur, penambahan natrium klorit, kata-kata "sampai residu kekuning-kuningan atau

keputih-putihan" diubah menjadi "sampai residu putih kekuningan".

- Penggunaan cawan masir G3, diubah menjadi cawan masir G2.

- Perhitungan kadar holoselulosa diubah dari:

$$\text{Kadar Holoselulosa terhadap contoh awal, \%} = \frac{W4-W3}{W2} \times (100 - w1)$$

W1= kandungan ekstraktif (%);
W2= Berat kering contoh bebas ekstraktif (g)
W3= Berat kering cawan (g)
W4= Berat kering cawan + residu (g)

Menjadi

$$\text{Kadar Holoselulosa, \%} = \frac{B}{A} \times 100$$

A = Berat kering contoh (g)

B = Berat kering holoselulosa (g)

- e. Standar SNI 7835:2012 spesifikasi serpih kayu untuk pulp yang terbit tahun 2012, perlu dikaji ulang karena sudah berumur lebih dari 5 tahun dan dalam spesifikasinya belum mencantumkan persyaratan mutu komponen kimia terutama holoselulosa. (ditindak lanjuti dengan mengirim surat ke Pustanlinghut - KLHK)

5. KESIMPULAN

Rancangan Standar Nasional Indonesia “cara uji holoselulosa dalam kayu dan non-kayu” hasil kajian yang sudah terverifikasi dan tervalidasi serta telah disepakati oleh laboratorium laboratorium terkait dapat diajukan sebagai Rancangan Standar Nasional Indonesia ke Badan Standardisasi Nasional (BSN). Standar SNI 7835:2012 spesifikasi serpih kayu untuk pulp yang terbit tahun 2012, perlu dikaji ulang karena sudah berumur lebih dari 5 tahun dan dalam spesifikasinya belum mencantumkan persyaratan mutu komponen kimia terutama holoselulosa

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Pusat Standardisasi Industri dan Balai Besar Pulp dan Kertas, Kementerian Perindustrian yang telah memfasilitasi terselenggaranya kegiatan kajian holoselulosa ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Asosiasi Pulp dan Kertas Indonesia. (2019). *Indonesian Pulp and Paper Industry Directory 2019*.
- ASTM D1104 -56. (1978). Method of Test for Holocellulose in wood
- Badan Standardisasi Nasional. (2005). SNI 08-7070-2005, Cara uji kadar air pulp dan

kayu dengan metode pemanasan dalam oven. Biermann, C. J. (1996). *Handbook of pulping and papermaking*. Elsevier.

- Badan Standardisasi Nasional. (2012). SNI 7835:2012. Spesifikasi serpih kayu.
- Badan Standardisasi Nasional. (2017). SNI ISO/IEC 17025 : 2017. Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi.
- Badan Standardisasi Nasional. (2017). SNI 8401 : 2017. Ekstraktif terlarut pada kayu dan pulp (T 204 cm-07, IDT).
- Dewan Standardisasi Nasional. (1989). SNI 01-1303-1989. Cara uji kadar holoselulosa kayu.
- Flynn, B. (2018). Forestry Trends in a Global Marketplace: Logs, Lumber and Woodchips. *RISI April*.
- Hadi, A., (2019). Ketidakpastian Pengujian Mendukung Penerapan ISO/IEC 17025-2017. IPB Press. Bogor.
- Browning, B. L. (1967). Methods of wood chemistry. Volumes I & II. *Methods of wood chemistry. Volumes I & II*.
- Nambiar, E. K. S., Harwood, C. E., & Mendham, D. S. (2018). Paths to sustainable wood supply to the pulp and paper industry in Indonesia after diseases have forced a change of species from acacia to eucalypts. *Australian Forestry*, 81(3), 148-161.
- Rabemanolontsoa, H., & Saka, S. (2012). Holocellulose determination in biomass. In *Zero-carbon energy Kyoto 2011* (pp. 135-140). Springer, Tokyo.
- Rowell, R. M., & Rowell, J. (1996). *Paper and composites from agro-based resources*. CRC press.
- Sjostrom, E. & Alen, R., (1999). Analytical Methods in Wood Chemistry, Pulping and Papermaking. Springer Series. Verlag Berlin Heidelberg.
- <http://www.fao.or>