

Preparasi dan karakterisasi mikrokristalin selulosa dari limbah batang ubi kayu

Lia Lismeri, Elisa Agustina, Yuli Darni, Nuke Agustin, Nadia Damara

Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung
Jalan Prof. Dr. Sumantri Brojonegoro No.1 Bandar Lampung 35145
Email :lismeri@yahoo.co.id

Abstrak

Batang ubi kayu merupakan salah satu kekayaan hayati Indonesia, terutama di Provinsi Lampung yang memiliki kadar selulosa sebesar 39,29%. Besarnya kandungan selulosa tersebut membuat batang ubi kayu berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku mikrokristalin selulosa (MCC). Pembuatan mikrokristalin selulosa terdiri dari empat tahap yaitu, prahidrolisis, delignifikasi, *bleaching* dan hidrolisis asam. Tahap prahidrolisis dilakukan dengan merendam batang ubi kayu di dalam *aquadest*. Tahap delignifikasi menggunakan larutan Natrium Sulfit (Na_2SO_3) 20%, selanjutnya tahap *bleaching* dengan menggunakan larutan Hidrogen Peroksida (H_2O_2) 2% dan tahap hidrolisis asam menggunakan larutan HCl dengan konsentrasi 1,5N, 2N, 2,5N dan 3N. Kemudian dilakukan analisis α -selulosa untuk mengetahui kadar kemurnian selulosa dan dikarakterisasi dengan uji FTIR, SEM dan XRD. Dari hasil analisis didapatkan kadar kemurnian selulosa sebesar 99,68% dan analisis XRD didapatkan kristalinitas sebesar 78,12% dengan menggunakan larutan HCl dengan konsentrasi 3N.

Kata kunci : Batang Ubi Kayu, Mikrokristalin Selulosa, α -Selulosa, Hidrolisis Asam

1. Pendahuluan

Salah satu daerah penghasil ubi kayu di Indonesia adalah Provinsi Lampung, dengan produksi sebanyak 8.038.963 ton. Limbah batang ubi kayu adalah salah satu tanaman yang dapat dijadikan sumber alternatif untuk pembuatan mikrokristalin selulosa. Limbah batang ubi kayu mengandung selulosa 39,29%, hemiselulosa 24,34% dan lignin 13,42%. Kandungan selulosa yang cukup tinggi tersebut dapat berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan baku pembuatan mikrokristalin selulosa. α -selulosa merupakan selulosa berantai panjang, tidak larut

dalam larutan natrium hidroksida (NaOH) 17,5% atau larutan basa kuat. Adapun fungsi dari α -selulosa yaitu sebagai penentu tingkat kemurnian selulosa. Jika semakin tinggi kadar α -selulosa maka semakin baik mutu bahannya. (Ina Widia dan Nasrul Wathoni, 2018).

Mikrokristalin selulosa merupakan selulosa murni yang diisolasi dari α -selulosa yang berasal dari tanaman berserat dan merupakan serbuk yang terdiri dari partikel berpori, dengan sifat yang tidak larut dalam air, namun mengambang ketika kontak dengan air. (Ina Widia dan Nasrul Wathoni, 2018).

Proses isolasi α -selulosa dari limbah batang ubi kayu meliputi proses prahidrolisis, delignifikasi, *bleaching* dan hidrolisis asam. Prahidrolisis merupakan proses awal menggunakan *aqudest* selama 1 jam pada suhu 100°. Prahidrolisis bertujuan untuk menghilangkan hemiselulosa yang terdapat di dalam bahan baku. Proses delignifikasi menggunakan larutan Na₂SO₃ selama 2 jam pada suhu 105°C, bertujuan untuk melarutkan kandungan lignin dalam kayu sehingga mempermudah pemisahan lignin dengan serat. *Bleaching* dilakukan dengan menggunakan larutan H₂O₂ 2% pada suhu 60°C selama 2 jam. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan sisa lignin dengan memutuskan rantai-rantai pendek lignin. Hidrolisis asam bertujuan untuk melarutkan pati secara sempurna menggunakan larutan HCl selama 15 menit pada suhu 100°C dengan variasi 1,5N, 2N, 2,5N dan 3N.

Telah dilakukan penelitian pembuatan mikrokristalin selulosa rotan manau serta karakterisasinya oleh Steven, Mardiyati dan Suratman (2014). Pembuatan mikrokristalin selulosa yang dilarutkan dalam larutan asam sulfat 0,5M selama 10 jam dengan perbandingan berat hasil ekstraksi serbuk rotan dan larutan asam adalah 1 : 100 didapatkan kristalinitas sebesar 72,42%.

Mardiyati, Rizkiansyah, et all (2016) meneliti tentang serat kapuk sebagai bahan baku

pembuatan mikrokristalin selulosa. Pada proses hidrolisis menggunakan larutan asam sulfat (NaOH) dengan konsentrasi 0,1M selama 8 jam pada suhu 100°C didapatkan kristalinitas mikrokristalin selulosa sebesar 84,13%.

Effendi, Elvia dan Amir (2018) meneliti tentang preparasi dan karakterisasi mikrokristalin selulosa berbahan baku tandan kosong kelapa sawit (TTKS). Rendemen yang diperoleh melalui proses hidrolisis menggunakan larutan HCl 3M dengan waktu pemanasan selama 30 menit sebesar 80,73%. Mikrokristalin selulosa yang diperoleh memiliki ukuran diameter sebesar 0,5281 μ m dengan tingkat kristalinitas sebesar 86,79%.

2. Metodologi

2.1. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat penggilingan (*hammer mill*), ayakan 1,18 mm dan 2,36 mm, hot plate stirrer, Loyang, pH meter, Oven corong, kertas saring, gelas ukur, labu ukur, labu leher tiga, pipet tetes, termometer, aluminium foil, refluks, neraca digital, spatula besi dan magnetic stirrer. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serat batang ubi kayu, *aquadest*, natrium sulfit (Na₂SO₃) 20%, hidrogen peroksida (H₂O₂) 2% dan asam klorida (HCl) 36%.

2.2. Pengeringan dan Preparasi Serat

Batang ubi kayu yang digunakan pada penelitian ini berasal dari Gunung Sugih, Lampung Tengah. Batang ubi kayu awalnya dipotong, dikupas kulitnya, dikeringkan dan disimpan pada suhu ruang. Batang ubi kayu dikeringkan selama kurang lebih 4 hari di bawah sinar matahari. Batang ubi kayu yang telah kering kemudian digiling lalu disaring dengan menggunakan ayakan 1,18 mm dan 2,36 mm. Serat batang ubi kayu yang telah diayak dikeringkan kembali pada suhu 100°C sampai beratnya konstan.

2.3. Proses Prahidrolisis

Sebanyak 50 gram serat batang ubi kayu yang telah kering dimasak dengan aquadest dengan perbandingan serat dan aquades 1 : 20 pada suhu 100°C selama 1 jam. Kemudian larutan dipisahkan dari cairan pemasak, disaring, dicuci dengan aquades sampai pH netral, dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C.

2.4. Proses Delignifikasi

Tahap selanjutnya pada delignifikasi menggunakan natrium sulfat (Na_2SO_3) 20% dengan perbandingan serat : larutan, 1:20 pada suhu 105°C selama 2 jam. Kemudian selulosa yang didapatkan dipisahkan dari pelarut dan dicuci dengan aquades hingga bersih. Setelah pencucian, selulosa basah selanjutnya dikeringkan di oven pada suhu 100°C. Kemudian di analisis komposisi α -selulosa.

2.5. Proses Bleaching

Residu yang dihasilkan dari proses delignifikasi selanjutnya ditambahkan larutan hidrogen peroksida (H_2O_2) dengan rasio serat : larutan, 1:20 selama 2 jam pada suhu 60°C. Selanjutnya dilakukan penyaringan dan residu yang diperoleh dicuci sampai netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C. Kemudian di analisis α -selulosa, FTIR dan XRD.

2.6. Proses Hidrolisis

Selanjutnya tahap terakhir yaitu hidrolisis menggunakan asam klorida (HCl) dengan konsentrasi 36% pada suhu 105°C selama 15 menit dengan variasi HCl 1,5N, 2N, 2,5N dan 3N. Hasil dari proses ini selanjutnya dipisahkan dari asamnya kemudian dicuci hingga netral dan dikeringkan menggunakan sinar matahari hingga konstan. Kemudian di analisis α -selulosa, SEM, FTIR dan XRD.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. α -selulosa

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan mengenai pembuatan mikrokristalin selulosa dengan menggunakan larutan asam klorida (HCl) dengan berbagai konsentrasi pelarut terdapat perubahan warna yang terjadi seperti pada Gambar 1.



Gambar 1. Perubahan warna pada batang ubi kayu

Keterangan :

- (a) : Bahan baku
- (b) : Hasil delignifikasi
- (c) : Hasil *bleaching*
- (d) : Hidrolisis HCl 3N
- (e) : Hidrolisis HCl 2,5N
- (f) : Hidrolisis HCl 2N
- (g) : Hidrolisis HCl 1,5N

Pada Gambar 1. Menunjukkan penampilan fisik dari bahan baku sebelum proses pengolahan sampai menjadi produk mikrokristalin selulosa, mengalami perubahan warna hal ini disebabkan oleh banyaknya senyawa lignin yang terlarut dalam proses menyebabkan perubahan warna dengan cara mendegradasi rantai lignin yang panjang oleh bahan-bahan kimia pemutih menjadi rantai-rantai yang lebih pendek, sehingga lignin dapat larut pada saat pencucian dalam air atau alkali.

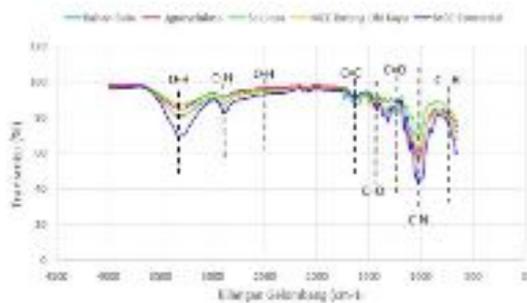


Gambar 2. Hasil analisis α - selulosa

Dari gambar 2. dapat dilihat bahwa pembentukan α - selulosa yang tertinggi terjadi pada pemakaian larutan HCl 3N dengan terbentuknya kadar α - selulosa sebesar 99,68%. Hal yang sama telah dilakukan oleh (I G. N. J. A, Prasetia, Yuliandari, dkk, 2018) menggunakan bahan baku jerami padi. Tahap hidrolisis menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan, maka kadar α-selulosa akan semakin tinggi. Ketika proses delignifikasi berlangsung, konsentrasi yang digunakan mampu melarutkan lignin dan merusak struktur selulosa. Hal tersebut mengakibatkan serat-serat selulosa semakin longgar sehingga selulosa semakin mudah untuk di hidrolisis. Pada proses hidrolisis menggunakan HCl, selulosa yang sudah dalam keadaan tidak terikat akibat proses delignifikasi akan dihilangkan bagian amorfnya. Sehingga yang tersisa hanya bagian kristal selulosa. (I G. N. J. A, Prasetia, Yuliandari, dkk, 2018).

3.2. Analisis Gugus Fungsi dengan FTIR (*Fourier-transform infrared spectroscopy*)

Hasil analisis gugus fungsi FTIR bahan baku, lignoselulosa, selulosa dan MCC batang ubi kayu, dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Grafik spektrum FTIR bahan baku, lignoselulosa, selulosa dan MCC batang ubi kayu

Pada gambar 3, terdapat perubahan puncak-puncak yang muncul antara bahan baku batang singkong, lignoselulosa, selulosa dan MCC. Puncak dengan intensitas kuat pada panjang gelombang $3380,0 \text{ cm}^{-1}$ yang terdapat pada bahan baku. Pada lignoselulosa panjang gelombang sebesar $3386,9 \text{ cm}^{-1}$, selulosa sebesar $3384,7 \text{ cm}^{-1}$ dan pada MCC sebesar $3379,8 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan gugus O-H dengan *stretching vibration*. Gugus O-H pada kisaran panjang gelombang tersebut juga menunjukkan adanya ikatan hidrogen intramolekular dan merupakan gugus utama pada selulosa, karena selulosa merupakan rantai panjang dari β glukosa (Lismeri, dkk, 2016). Terlihat perbedaan puncak serapan O-H pada MCC batang ubi kayu dan MCC komersial, dimana intensitas serapan MCC batang ubi kayu lebih tajam, yang menunjukkan adanya peningkatan selulosa. Gugus C=C *stretching vibration* merupakan karakteristik dari kerangka lignin yang muncul di sekitar $1500 - 2000 \text{ cm}^{-1}$. Pada gugus ini bahan baku dengan lignoselulosa dan selulosa menunjukkan adanya peningkatan lignin selama proses berlangsung,

hal itu ditunjukkan juga pada MCC komersial. Tetapi, pada MCC batang ubi kayu, puncak gugus C=C mengalami penurunan, hal ini menunjukkan adanya penghilangan lignin selama proses terjadi. Berbeda dengan gugus C=C, puncak pada bilangan gelombang $1400-1450 \text{ cm}^{-1}$ yang berhubungan dengan gugus C=O *stretching vibration*, bilangan tersebut menunjukkan peningkatan pada lignoselulosa dan selulosa. Hal ini disebabkan masih adanya kadar hemiselulosa. Sedangkan, pada MCC komersial mengalami penurunan.

Panjang gelombang sekitar $1000 - 1250 \text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus ester C-N yang menunjukkan adanya kandungan amines. MCC batang ubi kayu dan MCC komersial mengalami penurunan, sedangkan pada selulosa terjadinya peningkatan yang sangat terlihat. Namun pada gugus alkena C-H pada panjang gelombang $675 - 995 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan selulosa mengalami peningkatan dibandingkan dengan lignoselulosa, MCC batang ubi kayu dan bahan baku. Hal ini mengindikasikan semakin banyaknya daerah kristalin pada MCC.

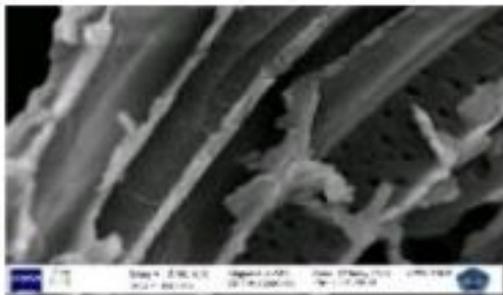
3.3. Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui struktur permukaan material dari bahan baku batang singkong dan hasil hidrolisis.



Gambar 4. Analisis SEM struktur permukaan material dari bahan baku batang singkong dan hasil hidrolisis.

Pada Gambar 4. dengan perbesaran 5000 kali, terlihat bahwa struktur morfologi serat dari bahan baku masih rapat, padat dan memiliki granula. Hal ini disebabkan karena struktur lignin yang masih terikat.



Gambar 5. Struktur morfologi MCC batang ubi kayu dengan banyak pori dan renggang.

Sedangkan pada Gambar 5. Struktur morfologi MCC batang ubi kayu terlihat cukup banyak pori dan renggang pada hasil hidrolisis lignoselulosa menggunakan HCl. Hasil ini menunjukkan bahwa larutan HCl yang tergolong dalam asam kuat, sangat mendorong perubahan morfologi dinding sel tanaman dan mengurangi lignin

secara signifikan. (Lismeri, dkk, 2016).

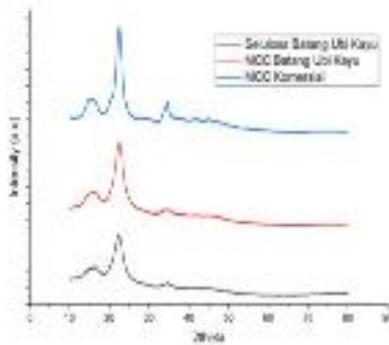


Gambar 6. Morfologi MCC komersial berbentuk kristal.

Dari gambar 6. morfologi MCC komersial sudah berbentuk kristal secara menyeluruh, hal ini disebabkan karena daerah amorf telah hilang dan hanya tersisa bagian kristal, dan memiliki struktur berlapis, kompleks dan seperti pita. (Kambli Nishant D, dkk, 2017).

3.4 Analisis X-Ray Diffraction

Analisis ini dilakukan untuk mengetahui derajat kristalinitas yang dihasilkan. Derajat kristalinitas menunjukkan ukuran kerapatan suatu bahan. Berdasarkan hasil analisis difraksi sinar X seperti ditunjukkan pada gambar 7. yang menunjukkan pola XRD dari MCC komersial dan sampel MCC yang disintesis dari limbah pertanian yaitu batang ubi kayu.



Gambar 7. Difraksi XRD pada masing-masing sampel.

Pola kristalin yang terjadi pada selulosa dan MCC batang ubi kayu memiliki tingkat kristalin yang sama terhadap MCC komersial. Satu-satunya perbedaan yang terjadi pada MCC komersial yaitu ketika intensitas sedikit memuncak pada nilai $2\theta = 22^\circ$. Adanya sedikit peningkatan di MCC komersial pada $2\theta = 21,1^\circ$, hal ini memungkinkan bahwa pada MCC komersial pada penyinaran $2\theta = 21,1^\circ$ terbentuk kristalin. Jika dibandingkan dengan selulosa dan MCC batang ubi kayu, MCC komersial memiliki tingkat kristalin yang lebih tinggi walaupun pola yang dihasilkan sama. Kemungkinan selulosa dan MCC batang ubi kayu pada $2\theta = 21,1^\circ$ memiliki tingkat kristalin yang rendah sehingga tidak terlihat jelas.

Gambar 7 menunjukkan semua sampel memiliki pola identik dengan struktur kristal yang dimiliki oleh MCC komersial. Selulosa dan MCC batang ubi kayu memiliki nilai puncak kristalinitas yang hampir sama terhadap MCC komersial. Puncak kristalinitas MCC komersial tertinggi pada $2\theta = 22,25^\circ$, sedangkan pada selulosa

$2\theta = 22,15^\circ$ dan MCC batang ubi kayu $2\theta = 22,10^\circ$. Pada $2\theta = 21,1^\circ$ MCC komersial menunjukkan adanya puncak kristal, hal yang sama ditunjukkan pada MCC batang ubi kayu, namun tidak terlihat signifikan. Pada selulosa batang ubi kayu, hampir tidak terlihat puncak kristal dengan nilai yang sama dibandingkan dengan MCC batang ubi kayu dan MCC komersial.

Tabel 1. Hasil perhitungan ukuran kristal dan kristalinitas

	Ukuran kristal (nm)	Kristalinitas (%)
Selulosa	0,067	76,33
MCC batang ubi kayu	0,083	78,12
MCC komersial	0,085	84,03

Ukuran kristalin dihitung pada kisaran 0,067 – 0,085 nm seperti yang ditampilkan pada Tabel 1. Ukuran kristal memberikan informasi tentang sampel yang terbentuk. MCC komersial memberikan ukuran kristal tertinggi diikuti oleh MCC batang ubi kayu, sedangkan pada selulosa batang ubi kayu memiliki ukuran kristal terkecil. Dan untuk kristalinitas dapat memberikan ukuran kuantitatif dalam bubuk yang dapat dikaitkan dengan kekuatan dan kekakuan pada serat. Kristalinitas tinggi menunjukkan struktur molekul yang tertata rapih dimana menafsirkan partikel yang padat, sedangkan kristalinitas rendah menunjukkan struktur yang tidak teratur dan menghasilkan bubuk yang lebih amorf. MCC biasanya

ditandai dengan tingkat kristalinitas yang tinggi berkisar antara 65 - 85% (Rizkiansyah, dkk, 2015). MCC komersial pada penelitian ini memberikan nilai kristalinitas sebesar 84,03% dan sebanding dengan MCC yang dibuat dari limbah batang ubi kayu pada selulosa dan MCC batang ubi kayu.

Dibandingkan dengan kristalinitas MCC komersial, MCC batang ubi kayu menunjukkan nilai terdekat dengan 78,12% diikuti selulosa batang ubi kayu yaitu sebesar 76,33%. Kristalinitas yang lebih tinggi dari MCC batang ubi kayu disebabkan oleh bahan baku dan kondisi hidrolisisnya. Asam klorida yang digunakan untuk proses hidrolisis asam telah menyerang daerah amorf selulosa dan meningkatkan nilai kristalinitas. Hidrolisis asam telah menghilangkan polisakarida non-selulosa seperti hemiselulosa dan matriks lignin yang dikelilingi dalam serat selulosa. (Sainorudin Hanif Muhammad, dkk, 2018).

4. Kesimpulan

1. Mikrokristalin selulosa dari batang ubi kayu dengan proses hidrolisis menggunakan HCl, menghasilkan kristalinitas sebesar 78,12% dan struktur kristal berbentuk trigonal (hexagon axes).

2. Kemurnian α - selulosa dengan hidrolisis HCl, pada kondisi suhu 100°C dan waktu 15 menit, didapatkan sebesar 99,68%.

5. Daftar Pustaka

Effendi, Elvia dan Amir, 2018, "Preparasi dan Karakterisasi Mikrokristalin Selulosa (MCC) Berbahan Baku Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)" :Jurnal Pendidikan dan Ilmu Kimia, 2018:2(1):52-57. Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP Universitas Bengkulu.

I G. N. J.A. Prasetia, I D. A. Yuliandari, D. G. Ulandari, C. I. S. Arisanti, dan A. A. I. S. H. Dewandari. 2018. "Evaluasi Kandungan Selulosa Mikrokristalin Dari Jerami Padi (*Oryza sativa* L.) Varietas IR64". FMIPA Universitas Udayana.

Ina Widia dan Nasrul Wathoni, 2018, "Review Artikel Selulosa Mikrokristalin :Isolasi, Karakterisasi

dan Aplikasi Dalam Bidang Farmasetik". Fakultas Farmasi Universitas Padjadjaran.

Nishant D. Kambli, V. Mageshwaran, Prashant G. Patil , Sutaja Saxena dan Rajendra R. Deshmukh. 2017. "Synthesis and characterization of microcrystalline cellulose powder from corn hush fibres using bio-chemical route. Springer Science+Business Media B.V. 2017.

Lismeri, Lia, Poppy Meutia Zari, Tika Novarani, Yuli Darni, 2016. Sintesis Selulosa Asetat dari Limbah Batang Ubi Kayu. Bandar Lampung : Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan.

- Mardiyati, Rizkiansyah, Steven, Basuki A dan Suratman, 2016. "Serat Kapuk Sebagai Bahan Baku Pembuatan Mikrokrystalin Selulosa" :Jurnal Sains Materi Indonesia Vol.17 , No.4, Juli 2016, hal 172 – 177. Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara – Institut Teknologi Bandung.
- Muhammad Hanif Sainorudin, Masita Mohammad, Nurul Huda Abd Kadir, Nur Athirah Abdullah dan Zahira Yaakob. 2018. "Characterization of Several Microcrystalline Cellulosa (MCC)-Based Agricultural Wastes via X-Ray Diffraction Method. Universitas Malaysia Terengganu.
- Steven, Mardiyati, R.Suratman, 2014 "Pembuatan Mikrokrystalin Selulosa Rotan Manau (Calamus manan sp.) Serta Karakterisasinya. Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung