

LAPORAN PENELITIAN
ISOLASI DAN KARAKTERISASI *MICROCRYSTALLINE*
CELLULOSE* (MCC) DARI AMPAS TEBU (*Saccharum
***officinarum*) DENGAN HIDROLISIS ASAM**



Disusun oleh :

WAHYU NUR ALFATH PRAYOGA (3335200048)
ADIT ABDUL AZIZ (3335200098)

JURUSAN TEKNIK KIMIA – FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA
CILEGON – BANTEN

2023

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

NAMA : WAHYU NUR ALFATH PRAYOGA
NIM : 3335200048
JURUSAN : Teknik Kimia
JUDUL : Isolasi dan karakterisasi *microcrystalline cellulose* (MCC) dari ampas tebu (*saccharum officinarum*) dengan hidrolisis asam

Bersedia

Dengan ini menyatakan bahwa penelitian dengan judul tersebut di atas adalah benar karya saya sendiri dengan arahan dari pembimbing dan tidak ada duplikasi dengan karya orang lain kecuali yang telah disebutkan sumbernya.

Apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam penelitian ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai peraturan perundangan-undangan yang berlaku.

Cilegon, 28 Mei 2024



Wahyu Nur Alfath Prayoga

LAPORAN PENELITIAN
ISOLASI DAN KARAKTERISASI *MICROCRYSTALLINE CELLULOSE*
(MCC) DARI AMPAS TEBU (*Saccharum officinarum*) DENGAN
HIDROLISIS ASAM

disusun oleh:

WAHYU NUR ALFATH PRAYOGA 3335200048
ADIT ABDUL AZIZ 3335200098

Telah Disetujui oleh Dosen Pembimbing dan Telah Dipertahankan Dihadapan

Dewan Penguji

Pada Tanggal 17 Oktober 2023

Dosen Pembimbing



Dr. Alia Badra Pitaloka, S.T., M.T
NIP. 197808022012122002

Dosen Penguji 1



Dr. Marta Pramudita, S.T., M.T
NIP.197601132009122001

Dosen Penguji 2



Dhen Ria Barleany, S.T., M.Eng
NIP.198203152005012003

Mengetahui

Ketua Jurusan Teknik Kimia



Prof. Dr. Jayanudin, S.T., M.Eng
NIP.197808112005011003

ABSTRAK
ISOLASI DAN KARAKTERISASI *MICROCRYSTALLINE CELLULOSE*
(MCC) DARI AMPAS TEBU (*Saccharum officinarum*) DENGAN
HIDROLISIS ASAM

Oleh:

Wahyu Nur Alfath Prayoga 3335200048

Adit Abdul Aziz 3335200098

Mikrokristalin selulosa (MCC) merupakan senyawa yang dihasilkan dari pemurnian alfa selulosa dengan jumlah mineral asam yang berlebih yang memiliki visual bewarna putih, tidak berbau dan dapat terurai secara alami. MCC sering digunakan sebagai eksipien dalam industri farmasi dan makanan. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui kandungan alfa selulosa dari ampas tebu dengan perlakuan pre-hidrolisis asam serta mengetahui kondisi optimum konsentrasi HCl dalam hidrolisis MCC. Penelitian diawali dengan mengeringkan dan menghaluskan ampas tebu. Selanjutnya ampas tebu didelignifikasi menggunakan larutan $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ dan dilanjutkan dengan larutan NaOH. Sampel yang diperoleh dibleaching menggunakan larutan NaClO untuk memperoleh alfa selulosa. Kemudian, alfa selulosa dihidrolisis menggunakan larutan HCl untuk memperoleh mikrokristalin selulosa. Kemurnian alfa selulosa yang dihasilkan dari *pretreatment* asam nitrat dan asam sulfat sebesar 37,63 % dan 79,76% serta kristalinitas MCC yang dihasilkan dari konsentrasi HCl 2M, 3M, 4M, dan 5M berturut-turut sebesar 63,2 %, 65,4 %, 64,19%, dan 63,82%.

Kata Kunci : *Alfa Selulosa, Hidrolisis Asam, Mikrokristalin selulosa*

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur dipanjatkan kehadiran Allah SWT atas limpahan berkah, rahmat, karunia, serta ridho-Nya, tim peneliti dapat menyelesaikan proposal penelitian yang berjudul: **“ISOLASI DAN KARAKTERISASI SELULOSA MIKROKRISTALIN (MCC) DARI AMPAS TEBU (*Saccharum officinarum*) DENGAN HIDROLISIS ASAM”**. Pada kesempatan ini kami mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Dr. Jayanudin S.T., M. Eng., selaku Kepala Jurusan Teknik yang telah memberikan kepercayaan dan dukungan dalam penyusunan proposal penelitian
2. Ibu Dr. Alia Badra Pitaloka, S.T., M.T., selaku dosen pembimbing penelitian yang telah meluangkan waktu nya serta memberikan bimbingan dalam menyusun Proposal Penelitian.
3. Bapak/Ibu dosen, senior, dan rekan-rekan sejawat di UNTIRTA yang telah memberikan dorongan dan dukungan kepada penulis dalam penyusunan proposal penelitian.
4. Kedua orang tua penulis yang telah memberikan doa agar penyusunan proposal penelitian dilakukan lancar tanpa hambatan.

Penulis menyadari bahwa proposal penelitian ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang bersifat konstruktif dari para pembaca sangat diharapkan untuk perbaikan dan penyempurnaan proposal penelitian ini. Penulis tidak lupa menyampaikan permohonan maaf bila dalam penulisan proposal penelitian ini terdapat kekeliruan serta kekurangan. Sekian dan terimakasih.

Cilegon, 15 Oktober 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LAPORAN PENELITIAN	ii
ABSTRAK	iii
KATA PENGANTAR	iv
DAFTAR ISI	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Ruang Lingkup Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Selulosa	4
2.1.1 Lignin	6
2.1.2 Hemiselulosa	8
2.1.3 Delignifikasi.....	8
2.1.4 Bleaching.....	9
2.2 Mikrokristalin Selulosa	10
2.2.1 Isolasi Mikrokristalin Selulosa	12
2.3 Tebu (<i>Baggase</i>)	13
2.3.1 Populasi Tanaman Tebu.....	14
2.4 Jenis Pelarut.....	15
2.4.1 Asam Sulfat.....	15
2.4.2 Asam Nitrat.....	16
BAB III METODE PERCOBAAN	17
3.1 Diagram Alir.....	17
3.1.1 Isolasi Alfa Selulosa	17
3.1.2 Isolasi MCC	18
3.2 Prosedur Penelitian.....	19

3.2.1	Prosedur Isolasi Alfa Selulosa	19
3.2.2	Prosedur Isolasi MCC.....	19
3.3	Alat dan Bahan	20
3.3.1	Bahan	20
3.3.2	Alat.....	20
3.3.3	Variabel Penelitian	21
3.4	Metode Pengumpulan dan Analisis Data	21
3.4.1	Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR).....	21
3.4.2	X-ray diffraction (XRD)	21
3.4.3	Scanning Electron Microscope (SEM).....	22
3.4.4	Uji Kemurnian Alfa Selulosa Berdasarkan SNI.....	22
3.4.5	Menghitung Yield MCC dan Alfa Selulosa	23
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1	Isolasi MCC Ampas Tebu	24
4.1.1	Pengaruh Jenis Pelarut Terhadap Kemurnian Alfa-selulosa.....	27
4.1.2	Yield pulp dan Mikrokrystalin Selulosa	28
4.2	Karakterisasi Mikroristalin Selulosa (MCC).....	30
4.2.1	Morfologi Mikrokrystalin Selulosa (MCC).....	30
4.2.2	Gugus Fungsi Pada Produk Mikrokrystalin Selulosa (MCC).....	33
4.2.3	Derajat Kristalinitas Mikrokrystalin Selulosa (MCC).....	35
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	39
5.1	Kesimpulan.....	39
5.2	Saran	39
DAFTAR PUSTAKA		40
LAMPIRAN.....		45
LAMPIRAN A	: PERHITUNGAN.....	45
LAMPIRAN B	: DOKUMENTASI	50
LAMPIRAN C	: HASIL UJI.....	52

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Jenis dan Aplikasi MCC Komersial.....	11
Tabel 2.2 Luas Perkebunan Tebu di Indonesia.....	13
Tabel 4.1 Kemurnian Alfa Selulosa Pada Pre-treatment Yang Berbeda.....	27
Tabel 4.2 Hasil Yield Alfa Selulosa Dengan Pre-Treatment Yang Berbeda.....	29
Tabel 4.3 Yield Mikrokrystalin Selulosa dari Alfa Selulosa.....	29
Tabel 4.4 Kristalinitas Sampel.....	37

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Penyusun Dinding Sel pada Tanama	4
Gambar 2.2 Struktur 3 Dimensi Selulosa	5
Gambar 2.3 Struktur 3 Dimensi Selulosa Alfa	5
Gambar 2.4 Struktur 3 Dimensi Selulosa Betha.....	6
Gambar 2.5 Struktur penyusun lignin A. p-hidroksifenil, B. <i>guaiacyl</i> dan C. <i>syringyl</i>	7
Gambar 2.6 Mekanisme Pemisahan Selulosa pada Lignoselulosa.....	9
Gambar 2.7 Struktur Kimia Mikrokristalin Selulosa.....	10
Gambar 2.8 Diagram Skematik Pemisahan Selulosa MCC Selama Hidrolisis Asam	12
Gambar 3.2 Diagram Alir Isolasi Alfa Selulosa.....	14
Gambar 3.3 Diagram Alir Isolasi MCC	15
Gambar 4.1 Sampel Hasil Proses Pre-treatment, (A) asam nitrat dan (B) asam sulfat.....	24
Gambar 4.2 Reaksi Delignifikasi Menggunakan NaOH.....	25
Gambar 4.3 Alfa Selulosa Setelah Proses Delignifikasi Sampel, (A) Asam Nitrat dan (B) Asam Sulfa.....	25
Gambar 4.4 Reaksi Proses Pemutihan Dengan larutan NaClO.....	26
Gambar 4.5 Alfa Setelah Proses Bleaching sampel, (A) asam nitrat dan (B) asam sulfat Asam.....	26
Gambar 4.6 Mikrokristalin Selulosa Pre-treatment, (A) Asam Nitrat dan (B) Asam Sulfat.....	27
Gambar 4.7 Uji SEM dengan perbesaran 500x. (A) MCC dengan HCl 3M; (B) alfa selulosa dengan HNO ₃ 5%; (C) Alfa selulosa dengan H ₂ SO ₄ 5%; (D) Ampas tebu.....	31
Gambar 4.8 Uji SEM dengan perbesaran 1000x. (A) Ampas Tebu; (B) MCC dengan HCl 3M; (C) Alfa Selulosa dengan H ₂ SO ₄ 5%; (D) Alfa Selulosa dengan HNO ₃	31

Gambar 4.9 (A) Mikrokrystalin selulosa Avicel PH-101 dan (B) Mikrokrystalin Selulosa Ampas Tebu.....	33
Gambar 4.10 Spektrum Hasil Uji FTIR. (A) Alfa Selulosa HNO ₃ ; (B) Alfa Selulosa H ₂ SO ₄ ; (C) MCC 3M; (D) Ampas Tebu.....	33
Gambar 4.11 Hasil Uji XRD Mikrokrystalin Selulosa Dari Ampas Tebu. (A) MCC 3M; (B) MCC 4M; (C) MCC 5M; (D) MCC 2M; (E) Alfa Selulosa (H ₂ SO ₄).....	35
Gambar 4.12 Hasil XRD Mikrokrystalin Selulosa Komersial (Avicel PH-101)...	36
Gambar 4.13 Mikrokrystalin Selulosa dengan HCl. (A) HCl 2 M; (B) 3 M; (C) 4 M; (D) 5 M.....	38

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang memiliki kekayaan sumber daya alam yang berlimpah. Salah satunya tanaman tebu. Menurut badan statistik Indonesia luas area perkebunan yang berada di Indonesia sekitar 418 ribu hektar dengan produksi gula sebanyak 2,1 juta ton pada tahun 2020. Ampas tebu merupakan bahan yang mengandung substrat kompleks yang cukup tinggi yang terdiri dari selulosa (40-50%), hemiselulosa (20-35%), dan lignin (10-30%) (Mokhena dkk., 2018). Selama ini limbah tebu belum dilakukan pemanfaatan secara optimal dan efisien. Limbah tersebut hanya ditumpuk di lahan terbuka dan dimusim hujan akan menjadi basah, berbau busuk, dan akan mencemari lingkungan (Dharma dkk., 2017). Meninjau dari jumlah limbah tebu yang berlimpah dan kandungan selulosa yang cukup tinggi, maka pemanfaatan limbah tebu sebagai bahan baku pembuatan mikrokristalin selulosa .

Mikrokristalin selulosa (MCC) merupakan hasil dari olahan lebih lanjut dari alfa selulosa yang diperoleh dari berbagai sumber baik tumbuhan atau fermentasi mikroorganisme dengan cara menghidrolisis dalam larutan asam pada suhu tinggi. (Rahmawati., 2010). MCC adalah padatan kristalin berwarna putih yang tak berbau dengan derajat polimerisasi kurang dari 350 (Edison., 2019), memiliki panjang sekitar 1-100 μm dan derajat kristalinitas 55-85% (Nuraini., 2017). MCC memiliki keunggulan yaitu tidak beracun, mudah terurai, sifat mekanik yang baik dan densitas rendah (Trache dkk., 2016). Mikrokristalin selulosa dimanfaatkan diberbagai macam industri diantaranya adalah industri farmasi, MCC dimanfaatkan sebagai bahan pengisi pada tablet yang bertujuan untuk meningkatkan kekompakan tablet dari campuran kompresi dan sifat alir massa cetak tablet (Carlin., 2008).

Pada umumnya bahan baku mikrokristalin selulosa komersial diperoleh dari tumbuhan berkayu seperti *konifer* dan kapas. Namun penggunaan jenis tumbuhan berkayu dapat menurunkan ketersediaan kayu karena meningkatnya permintaan pulp diberbagai negara Asia, Afrika dan Amerika latin (Agustin dkk., 2021). Selain itu kayu diperoleh dari penebangan hutan secara besar-besaran yang dapat menyebabkan ketidakseimbangan ekologi. Maka dalam rangka mengurangi penggunaan tanaman berkayu secara berlebihan, maka perlu adanya sumber bahan baku alternatif untuk pembuatan MCC di Indonesia.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Katakojwala dan Mohan 2019 mengisolasi MCC dari ampas tebu diawali dengan delignifikasi larutan berbeda yaitu HNO_3 dan H_2SO_4 dilanjutkan dengan delignifikasi menggunakan NaOH dan dihidrolisis menggunakan H_2O_2 menghasilkan MCC 0,28 gr/gr ampas tebu untuk delignifikasi HNO_3 dan 0,32 gr/gr ampas tebu untuk delignifikasi H_2SO_4 . sementara di penelitian lainnya proses isolasi MCC dari ampas tebu hanya dilakukan delignifikasi dengan menggunakan NaOH dilanjutkan dengan hidrolisis menggunakan larutan HCl menghasilkan rendemen sebesar 55% (Thiangtham., 2019). Pada penelitian ini akan dilakukan pembuatan MCC dengan menggunakan larutan HNO_3 dan H_2SO_4 sebagai pelarut pada proses delignifikasi ampas tebu dan larutan HCl sebagai pelarut pada proses hidrolisis alfa selulosa.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian yang dilakukan adalah

1. Bagaimana pengaruh *pre-treatment* larutan asam yang berbeda terhadap kandungan alfa selulosa yang dihasilkan?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi HCl terhadap karakteristik MCC yang dihasilkan ?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian dari penelitian yang dilakukan adalah

1. Mengetahui kandungan alfa selulosa yang dihasilkan dari *pre-treatment* larutan asam yang berbeda.

2. Mendapatkan kondisi optimum konsentrasi HCl pada proses hidrolisis alfa selulosa dari ampas tebu.

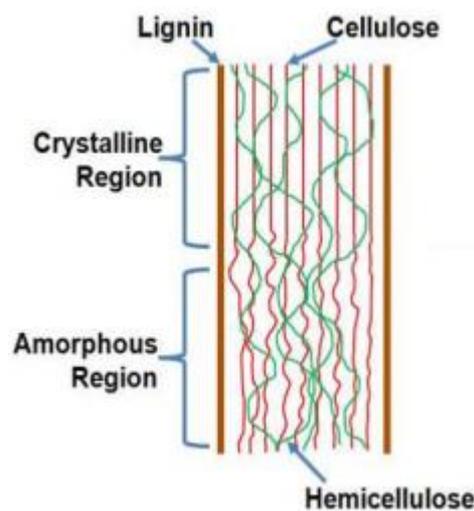
1.4 Ruang Lingkup Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan bahan ampas tebu kuning (Tebu *Morris*) di Provinsi Banten khususnya di daerah Kota Cilegon. Metode yang dilakukan dengan beberapa tahapan antara lain *delignifikasi*, *bleaching* dan hidrolisis asam. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Valorisasi Biomassa di Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Selulosa

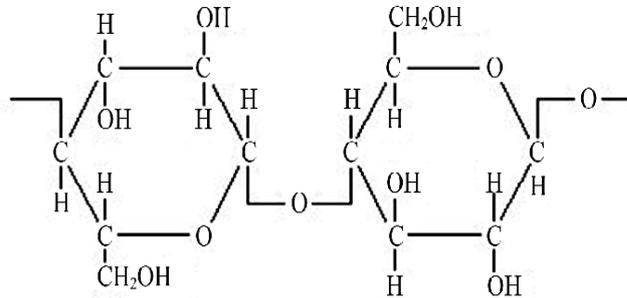
Selulosa adalah bagian utama yang menyusun bagian dinding sel tumbuhan. Selulosa merupakan polimer yang ketersediaannya banyak di alam, akan tetapi selulosa yang ada di alam tidak ada yang dalam keadaan murni. Biasanya selulosa yang ditemui di alam akan berbentuk lignoselulosa. Lignoselulosa adalah gabungan dari berbagai komponen yakni, lignin, hemiselulosa dan selulosa yang merupakan komponen penyusun dinding sel tanaman yang dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1 Penyusun Dinding Sel pada Tanaman

Selulosa merupakan suatu polimer glukosa dengan bentuk rantai yang linier dengan dihubungkan oleh ikatan β -1,4 glikosidik. Selulosa senyawa polimer yang mudah larut dalam air karena memiliki gugus -OH yang akan membentuk ikatan hidrogen dengan air. Selulosa ($C_6H_7O_2[OH]_3$) merupakan polimer yang terdiri dari unit glukosa yang berulang. Selulosa biasanya terdapat dalam tumbuhan yang dipanen sebagai serat komersial, salah satunya adalah kayu yang terdiri dari selulosa yang berkombinasi dengan polimer jaringan kompleks yang disebut lignin (Sari., 2021). Selulosa merupakan polimer linear yang bersifat *thermosetting* yaitu

membentuk struktur permanen dan terikat yang tidak dapat dilonggarkan oleh panas tanpa menyebabkan penguraian kimia, struktur tersebut dapat dilihat pada gambar 2.1

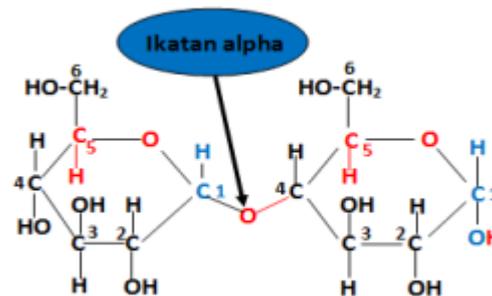


Gambar 2.2 Struktur 3 Dimensi Selulosa

Selulosa tidak memiliki rasa, tidak berbau, bersifat hidrofilik dengan sudut kontak 20-30 derajat. tidak larut dalam air, bersifat kiral dan dapat terurai secara hayati yang dibuktikan mencair pada suhu 467 °C dalam tes pulsa yang dilakukan oleh (Dauenhauer dkk., 2016). Ini dapat dipecah secara kimia menjadi unit glukosa dengan memperlakukannya dengan asam mineral pekat pada suhu tinggi.

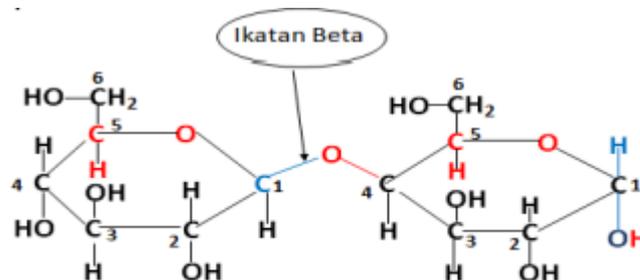
Ditinjau dari derajat polimerisasi dan kelarutan pada senyawa NaOH selulosa dapat dibagi pada 3 jenis yaitu :

1. Selulosa alfa (α) yaitu, selulosa yang memiliki rantai paling panjang. selulosa alfa tidak larut pada NaOH 17,5% atau basa yang kuat pada derajat polimerisasi 600-15000. Selulosa alfa biasa digunakan pada industri kertas atau kain apabila tingkat kemurniannya dibawah 96%. Pada tingkat kemurnian > 96% alfa selulosa bisa digunakan sebagai bahan peledak atau *propelan* (Mulyadi., 2019). Dibawah ini adalah rumus dari struktur selulosa alfa :



Gambar 2.3 Struktur 3 Dimensi Selulosa Alfa

2. Selulosa beta (β) yaitu, selulosa yang memiliki rantai pendek. selulosa ini akan larut pada basa yang memiliki derajat polimerisasi 15-90 atau larut pada larutan NaOH 17,5%. selulosa ini dapat mengendap apabila dilakukan penetralan (Mulyadi., 2019).Dibawah ini adalah gambar rumus struktur dari selulosa beta :



Gambar 2.4 Struktur 3 Dimensi Selulosa *Beta*

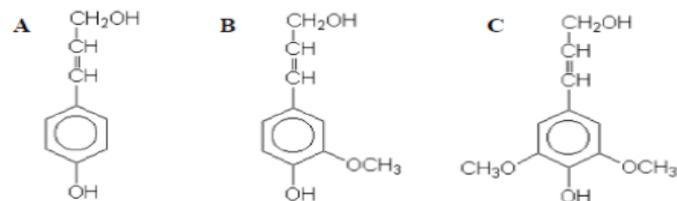
3. Selulosa gamma (γ) yaitu, selulosa yang memiliki rantai pendek seperti selulosa gamma. Selulosa ini akan larut pada basa yang derajat polimerisasinya < 15 atau NaOH dengan kadar 17,5% (Mulyadi., 2019).

2.1.1 Lignin

Lignin merupakan komponen dinding sel yang dapat ditemukan di semua tumbuhan. lignin merupakan komponen penyusun tanaman bersama dengan selulosa dan hemiselulosa membentuk bagian struktural dan sel tumbuhan. Lignin merupakan polimer penyusun biomassa tanaman yang kelimpahannya menduduki urutan kedua setelah selulosa. Lebih dari 30% tanaman tersusun atas lignin dan bertindak sebagai lem yang menghubungkan selulosa dan

hemiselulosa (Elsa dan Sena., 2017). Lignin sulit untuk terdegradasi karena memiliki struktur yang kompleks, sehingga memberikan bentuk kokoh terhadap tanaman serta melindungi polisakarida dari degradasi mikroba dan membentuk struktur lignoselulosa (Elsa dan Sena., 2017).

Lignin tersusun dari tiga unit-unit fenilpropana aromatik yaitu *guacyl* (G) dari prekursor *trans*-koniferil alkohol, *p*-hidroksifenil (H) dari prekursor *trans*-*p*-kumaril alkohol dan *syringyl* (S) dari prekursor *trans*-sinapil alkohol (Nur., 2021). Gambar struktur penyusun lignin ditunjukkan pada gambar dibawah ini :



Gambar 2.5 Struktur penyusun lignin A. *p*-hidroksifenil, *guaiacyl* dan C.*syringyl*

Sebagai perbandingan antara penyusun utama lignoselulosa. Pada struktur selulosa merupakan yang paling dasar yang hanya terdiri dari unit glukosa anhidrat sehingga bersifat kristalin, sedangkan hemiselulosa mengandung banyak monomer gula yang berbeda, mengakibatkan mempunyai struktur acak (amorf). Berbeda dari selulosa dan hemiselulosa, lignin merupakan struktur paling kompleks dan bersifat hidrofobik serta aromatik sehingga lebih sulit terdegradasi dibandingkan dengan selulosa dan hemiselulosa (Elsa dan Sena., 2017).

Untuk merusak struktur lignin dapat digunakan dengan melarutkannya dalam larutan alkali atau basa dengan suhu tertentu (Ika Kurniati dkk., 2017). Larutan alkali dapat menyerang dan merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan Sebagian hemiselulosa (Elsa dan Sena., 2017). Sehingga penggunaan

larutan basa seperti NaOH dapat digunakan untuk pemisahan lignin dari serat selulosa

2.1.2 Hemiselulosa

Merupakan salah satu komponen penting dari sel tumbuhan yang tersusun dari berbagai macam monosakarida yang terdiri dari gula berkarbon 5 (C-5) dan 6 (C-6), seperti *xylosa*, *arabinosa*, *mannosa*, *glukosa*, *galaktosa*, *manosa*, dan juga sejumlah kecil rhamnosa, asam glukoronat, asam metil glukoronat dan asam galakturonat (Elsa dan Sena., 2017). Hemiselulosa mengandung banyak monomer gula yang berbeda, seperti D-glukosa, D-manosa, D-galaktosa, D-silosa dan L-arabinosa, sehingga memiliki struktur amorf yang relatif mudah dihidrolisis menjadi monomer gula.

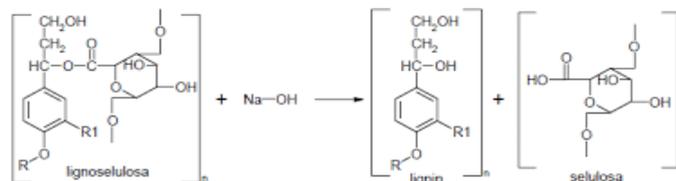
Hemiselulosa merupakan karbohidrat dengan berat molekul yang lebih rendah dari selulosa yang bersifat non kristalin dan tidak bersifat serat, Hemiselulosa berfungsi sebagai bahan pendukung dinding sel dan sebagai perekat antara sel tinggal yang terdapat pada batang pisang dan tanaman lainnya (Elsa dan Sena, 2017).

Hemiselulosa jauh lebih larut dan labil terhadap degradasi secara kimia dengan larutan NaOH, dari pada selulosa dikarenakan memiliki struktur yang amorf dan bersifat non kristalin. Sehingga dapat digunakan untuk pemisahan hemiselulosa dari serat selulosa (Ika Kurniaty dkk., 2017)

2.1.3 Delignifikasi

Delignifikasi merupakan proses pemisahan selulosa dengan lignin. *Delignifikasi* merupakan tahap awal yang bertujuan untuk mengurangi kandungan lignin di dalam bahan berlignoselulosa. Lignin merupakan suatu molekul kompleks yang besar dan berfungsi sebagai dinding polimer dari sel tanaman yang melindungi selulosa dan hemiselulosa. Maka dari itu untuk mendapatkan serat selulosa perlu dilakukan perusakan pada struktur lignin dengan melarutkannya ke dalam larutan asam atau basa untuk membuka struktur selulosa

agar mudah dilakukan pemisahan (Ika Kurniaty dkk., 2017). Mekanisme pemisahan lignin dari lignoselulosa dapat dilihat pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Mekanisme Pemisahan Selulosa pada Lignoselulosa

Penggunaan larutan basa atau asam mampu merusak struktur lignin pada pelepah pohon pisang seperti yang telah dilakukan Ika Atsari dkk (2019), melakukan proses delignifikasi menggunakan pelarut NaOH didapatkan persentase penurunan kadar lignin sebesar 5,4%. berat. Pada tahun 2017, Ika kurniaty juga menggunakan larutan NaOH 9% berat untuk merusak struktur lignin pada tempurung kelapa dan didapatkan persentase kadar lignin sebesar 8% berat dan selulosa sebesar 81% berat. Desy Nawangsari (2019) menggunakan asam asetat sebagai pre-hidrolisis asam, sebelum proses delignifikasi dengan NaOH 25% berat pada ampas tebu, didapatkan kandungan lignin 4,052% berat.

2.1.4 Bleaching

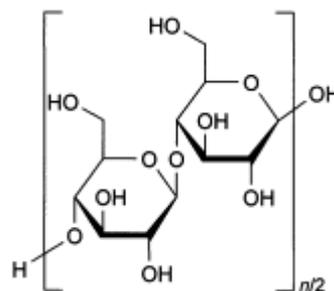
Bleaching atau pemutihan adalah proses penghilangan sisa-sisa lignin dari proses sebelumnya dan membuat warna bahan menjadi lebih cerah (Ridho dan Sijabat., 2019). Proses pemutihan dilakukan agar kemurnian selulosa yang diperoleh menjadi lebih tinggi dengan meminimalkan degradasi serat selulosa (Harpendi dan Yelmida., 2019). Proses pemutihan harus dilakukan menggunakan bahan yang reaktif dalam melarutkan lignin yang terkandung di bahan dan tidak merusak selulosa (Harpendi dan Yelmida., 2019).

Bahan kimia yang dapat digunakan sebagai agen *bleaching* adalah oksidator dan alkali diantaranya hidrogen peroksida,

hipoklorit, natrium perkarbonat dan xilanase (Ridho dan Sijabat., 2019). Oksidator akan berfungsi sebagai zat yang mendegradasi lignin yang tersisa dari gugus kromofor sedangkan alkali akan mendegradasi lignin yang tersisa dengan hidrolisis (Harpendi dan Yelmida., 2019). Beberapa contoh dari bahan kimia yang umum digunakan dalam proses pemutihan selulosa adalah klorin, natrium klorat, ozon, klorin dioksida, asam perasetat dan hidrogen peroksida (Harpendi dan Yelmida., 2019).

2.2 Mikrokrystalin Selulosa

Komponen utama dari semua sel tumbuhan adalah selulosa. Selulosa juga adalah makromolekul alami yang sangat banyak ditemui di bumi. Secara umum MCC dapat diproduksi dari bahan yang memiliki kandungan selulosa yang tinggi seperti kulit kacang tanah, jerami, ampas tebu, dan sekam padi (Trache dkk., 2016). Struktur mikrokrystalin terdiri dari gugus oksigen dan hidrogen yang saling berikatan yang dapat dilihat pada gambar 2.7 :



Gambar 2.7 Struktur Kimia Mikrokrystalin Selulosa

Mikrokrystalin selulosa atau MCC diperoleh dari pemurnian dari alfa selulosa dengan jumlah mineral asam yang berlebih. Sehingga mikrofibril yang terbentuk terdiri dari fasa para kristalin dan kristalin. Daerah para kristalin merupakan kumpulan massa rantai selulosa amorf, sedangkan daerah kristalin terdiri dari kumpulan mikrokrystal yang tersusun secara linear yang kaku (Leppanen dkk., 2009). Daerah kristalin merupakan daerah yang terbentuk karena interaksi *van der waals* dan ikatan hidrogen. Proses pemurnian selulosa dilakukan dengan hidrolisis asam yang menyebabkan

daerah amorf terdegradasi sehingga menghasilkan fragmen yang lebih pendek dan kuat yaitu MCC. Kemudian MCC yang berkualitas baik harus memiliki syarat sebagai berikut (British., 2009) :

- 1) Memiliki kandungan air kurang dari 5%
- 2) Memiliki rentang pH pada kisaran 5-7,5
- 3) Berwarna putih dan tidak berbau

Mikrokristalin selulosa memiliki Panjang 1-100 μm dengan persentase kristalinitas sebesar 55-85% (Nuraini., 2017). MCC dapat dikeringkan menjadi bentuk partikel halus murni untuk dijadikan bubuk atau diproses bersama dengan polimer yang larut dalam air untuk menghasilkan bentuk koloid. Dalam bentuk koloid, MCC digunakan sebagai penstabil suspensi, penahan air, pengatur viskositas, dan pengemulsi dalam berbagai pasta dan krim. MCC juga dapat digunakan sebagai *filler* pada industri farmasi, sumber lemak pada industri makanan, material komposit dalam industri plastik (Shatkin., 2014).

Mikrokristalin selulosa komersial yang banyak digunakan saat ini adalah avicel PH-101. MCC ini memiliki drajat kriticalinitas sebesar 59,88% (Husni dan Budhiyanti, 2022). Mikrokristalin selulosa komersial memiliki beberapa jenis. Setiap jenis memiliki aplikasinya masing-masing. Berikut ini adalah jenis dan aplikasi dari mikrokristalin selulosa komersial.

Tabel 2.1 Jenis dan Aplikasi MCC Komersial

Jenis MCC	Aplikasi
PH-101	Sering digunakan sebagai pengisi kapsul, <i>wet granulation</i> , <i>spheronization</i> dan <i>compression tableting</i>
PH-102	Digunakan sebagai pengisi kapsul, <i>wet granulation</i> , <i>spheronization</i> dan <i>compression tableting</i> dengan ukuran yang lebih besar

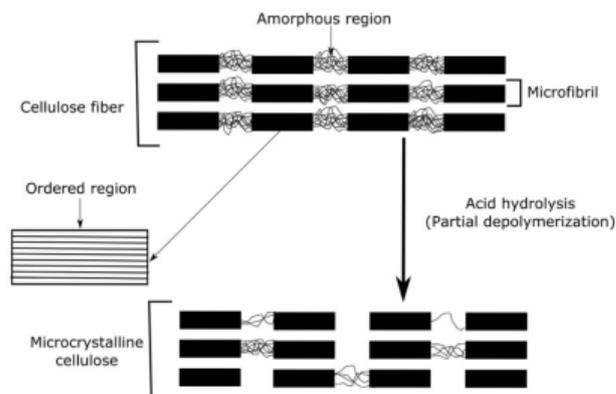
PH-103	Jenis ini memiliki kadar air yang lebih rendah dari PH-101 (3%), digunakan sebagai pengisi kapsul, <i>wet granulation</i> , <i>spheronization</i> dan <i>compression tableting</i> pada bahan yang sensitif terhadap kelembaban
PH-105	Jenis ini adalah yang paling <i>compressible</i> karena ukurannya yang lebih kecil, biasa digunakan sebagai bahan granular dan <i>roller compaction</i> .
PH-112	Memiliki aplikasi yang sama dengan PH-102 akan tetapi memiliki kadar air yang lebih rendah (1,5%) biasa digunakan pada bahan aktif dengan tingkat sensitifitas akan kelembaban yang tinggi.
PH-113	Memiliki aplikasi yang sama dengan PH-101 akan tetapi memiliki kadar air yang lebih rendah (1,5%) biasa digunakan pada bahan aktif dengan tingkat sensitifitas akan kelembaban yang tinggi.
PH-200	Memiliki ukuran partikel yang paling besar dan memiliki kemampuan mengalir yang baik. PH-200 biasa digunakan untuk meningkatkan keseragaman dan <i>wet granulation</i> .
PH-301	Memiliki ukuran yang sama dengan PH-101 tetapi lebih padat sehingga memiliki kemampuan mengalir yang lebih baik. Biasa digunakan untuk membuat tablet lebih kecil dan <i>filler</i>

Sumber : (Chaerunisaa dkk., 2019)

2.2.1 Isolasi Mikrokristalin Selulosa

Mikrokristalin selulosa didapatkan dengan cara mengisolasi alfa selulosa sehingga akan merusak struktur amorf dari selulosa dan menghasilkan bentuk yang lebih kecil dan bersifat kristal. Proses perusakan struktur amorf dapat dilakukan proses hidrolisis dengan menggunakan larutan asam.

Hidrolisis asam merupakan metode pada isolasi selulosa yang pertama kali diperkenalkan oleh Nickerson. Penggunaan asam saat hidrolisis karena membutuhkan waktu yang lebih cepat dibanding lainnya. Secara umum mikrofibril selulosa terdiri dari daerah kristal dan domain tidak teratur atau *paracrystalin* yang terletak pada permukaan. Larutan asam akan menghidrolisis struktur daerah amorf menjadi lebih mudah dirusak sedangkan domain kristal akan tetap utuh karena memiliki ketahanan yang tinggi terhadap larutan asam (Trache dkk., 2016). Secara umum larutan yang digunakan pada hidrolisis asam yaitu HCl dan H₂SO₄ seperti yang telah dilakukan oleh El-Sakhway dan Hasan tahun 2007 untuk mengisolasi MCC dari residu pertanian. Mekanisme perusakan struktur amorf pada hidrolisis asam dapat dilihat pada gambar 2.8



Gambar 2.8 Diagram Skematik Pemisahan Selulosa MCC Selama Hidrolisis Asam

2.3 Tebu (*Baggase*)

Tebu merupakan salah satu tanaman yang sering dimanfaatkan dalam berbagai bidang industri salah satunya di industri gula sebagai bahan baku gula. Industri gula menghasilkan limbah ampas tebu (blotong) yang merupakan limbah padat yang dihasilkan dari proses ekstraksi (pemerahan) cairan tebu sebesar 3,8% dari bobot tebu yang dihasilkan dari proses

penggilingan batang tebu menjadi gula (Ismayana dkk., 2012) .Tebu merupakan bahan yang mengandung substrat kompleks yang cukup tinggi yang terdiri dari selulosa (40-50%), hemiselulosa (20-35%), dan lignin (10-30%) (Mokhena dkk., 2018).

2.3.1 Populasi Tanaman Tebu

Menurut Badan Statistik Indonesia 2020, perkebunan tebu di Indonesia memiliki total luas area perkebunan sebesar 418.996 Ha. Jumlah ini lebih tinggi dari pada 2 tahun sebelumnya. Dengan luas perkebunan yang besar pastilah penggunaan tebu dan ampas tebu yang dihasilkan juga tinggi. BPS indonesia mendata perkembangan perkebunan di Indonesia sebagai berikut:

Tabel 2.2 Luas Perkebunan Tebu di Indonesia

Tahun	Status Perusahaan			Total Luas Area (Ha)
	Perkebunan Besar Negara (Ha)	Perkebunan Besar Swasta (Ha)	Perkebunan Rakyat (Ha)	
2010	74691	111913	247960	436570
2011	84601	107888	242473	434962
2012	80890	114018	247750	442658
2013	89015	119646	262280	470941
2014	88056	121624	262966	472676
2015	80648	136679	238492	455819
2016	76979	131189	239182	447450
2017	68549	123750	227847	420146
2018	68928	110977	235758	415663

2019	56858	116965	239231	413054
2020	56684	124461	237851	418996

Sumber : (Badan Pusat Statistik, 2020)

2.4 Jenis Pelarut

Penggunaan pelarut asam efektif dalam merusak struktur lignin, hemiselulosa dalam selulosa (Dewi dkk., 2018). Berbagai jenis pelarut asam dapat digunakan seperti HNO_3 , H_2SO_4 , HCl , CH_3COOH , dan lainnya. Namun secara umum sering menggunakan larutan asam nitrat dan asam kuat seperti yang telah dilakukan oleh Putri dkk tahun 2008 dengan menghidrolisis pati ubi dengan asam nitrat pada suhu 120°C dan tahun 2016 dilakukan penelitian dengan menghidrolisis pati ubi talas dengan H_2SO_4 pada suhu 90°C menghasilkan yiled sebesar 37,93%. Berikut ini spesifikasi dari pelarut asam nitrat dan asam sulfat antara lain :

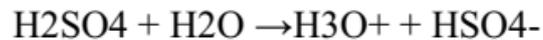
2.4.1 Asam Sulfat

Merupakan salah satu asam mineral (anorganik) yang kuat yang mudah larut didalam air (Aura dan Zainul., 2020). Asam sulfat pada umumnya berkonsentrasi 98% yang dikenal dengan asam sulfat pekat. Asam sulfat merupakan cairan yang bersifat polar dengan titik didih sebesar 337°C , titik lebur 10°C dan massa molar 98,08 g/mol (Aura dan Zainul., 2020).

Asam sulfat merupakan salah satu asam kuat yang memiliki ion hydronium yang besar sehingga mampu menghidrolisis selulosa dengan efektif (Safitri dkk.,2018). Proses hidrolisis akan semakin cepat jika konsentrasi asam yang digunakan semakin tinggi.

Penggunaan asam sulfat pada proses hidrolisis akan menghasilkan ion sulfoniat (HSO_4^-). Hal tersebut menyebabkan proses reaksi menggunakan H_2SO_4 menjadi lebih cepat, karena ion sulfoniat dapat menjadi katalisator asam. Penggunaan H_2SO_4 pada proses hidrolisis dapat menyebabkan penarikan dan penggugusan

gugus hidroksil dari selulosa yang membuat sifat kimia dan fisiknya berubah.



Gambar 2. Reaksi Asam Sulfat Dengan Air

2.4.2 Asam Nitrat

Asam nitrat merupakan salah satu larutan asam yang kuat yang bersifat korosif yang tidak berwarna. Asam nitrat mempunyai nilai pKa sebesar -2 yang memiliki berat jenis $1,522 \text{ kg/m}^3$. Asam nitrat dapat bereaksi dengan alkali, oksida basa, dan karbonat untuk membentuk garam. Asam nitrat memiliki tetapan disosiasi asam (pKa) sebesar 1,4. Larutan asam akan mudah terionisasi didalam air sehingga akan menghasilkan ion hydronium cukup tinggi sehingga larutan asam ini mampu menghidrolisis selulosa.

Penggunaan HNO_3 akan menghasilkan ion nitronium ($-\text{NO}_2$) yang bersifat elektrofilik dan dapat menyerang ikatan glikosidik dalam selulosa. Reaksi HNO_3 kemungkinan akan lebih lambat dibandingkan dengan H_2SO_4 karena sifat elektrofilik ion nitronium. Reaksi menggunakan HNO_3 akan mengubah sifat fisik dan kimia dari selulosa yang dihasilkan (Supranto dkk., 2015).

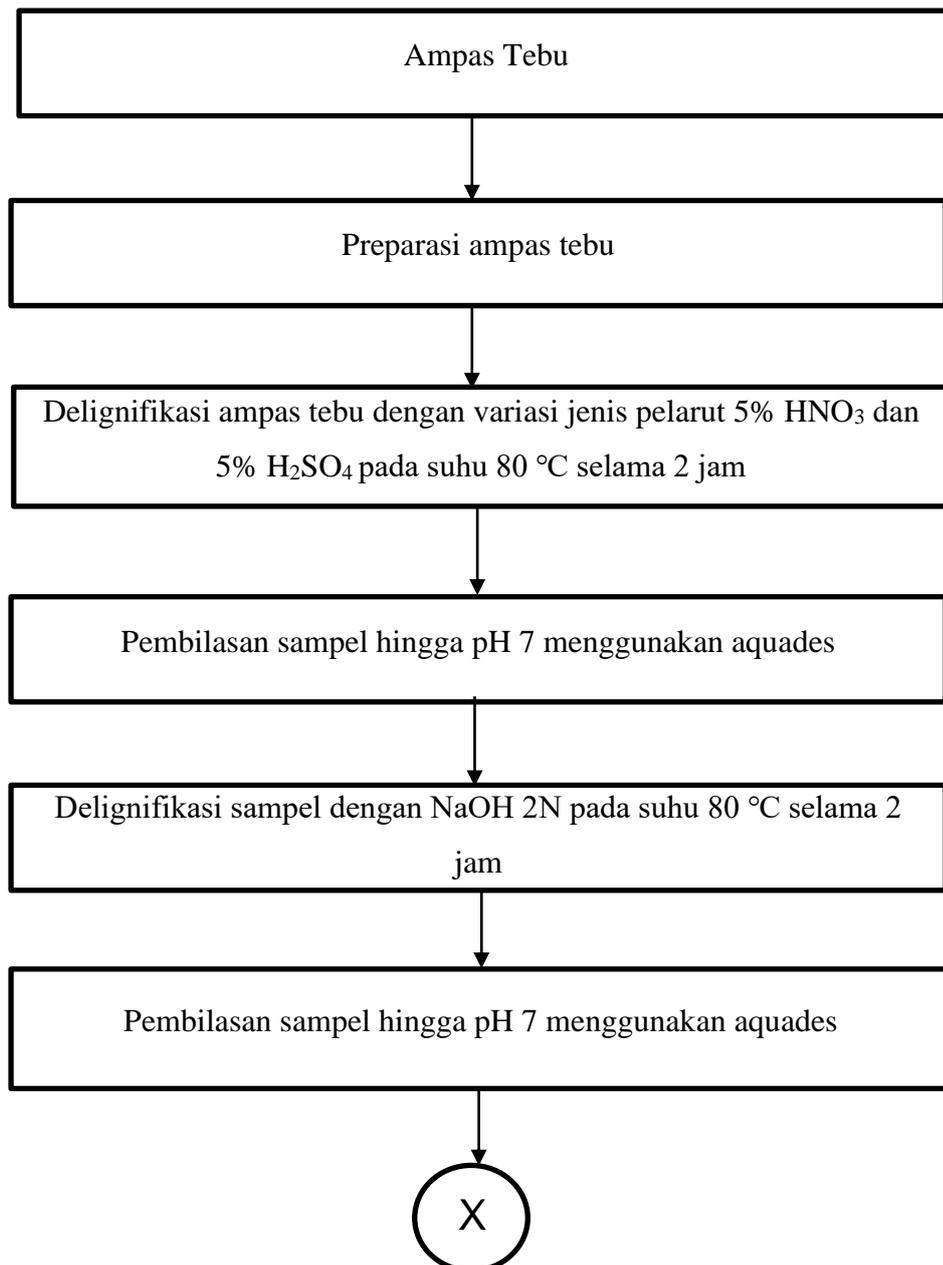
BAB III

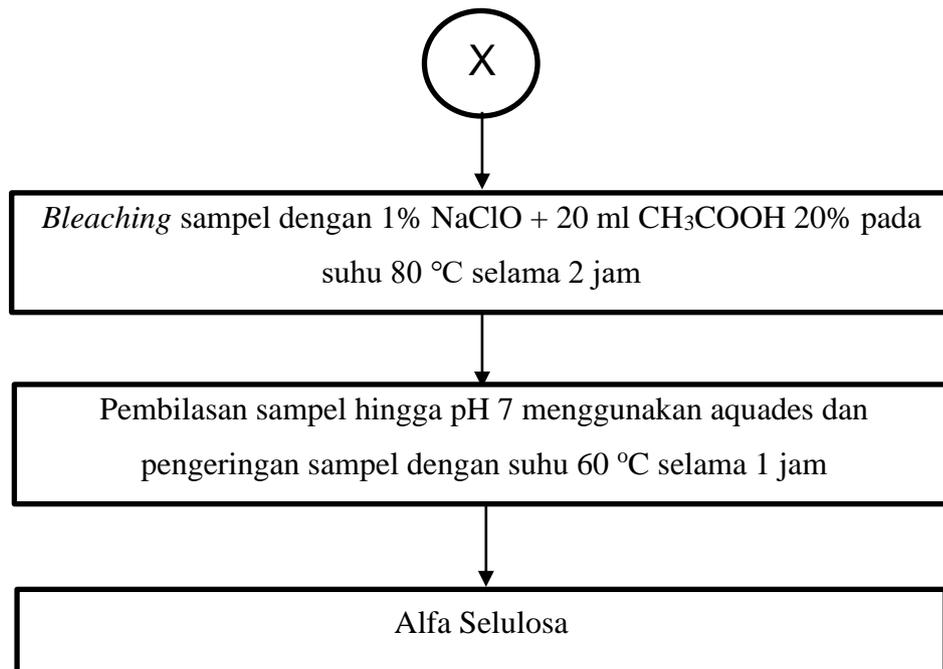
METODE PERCOBAAN

3.1 Diagram Alir

Berikut ini diagram alir penelitian yang dilakukan dalam pembuatan mikrokristalin selulosa dari ampas tebu :

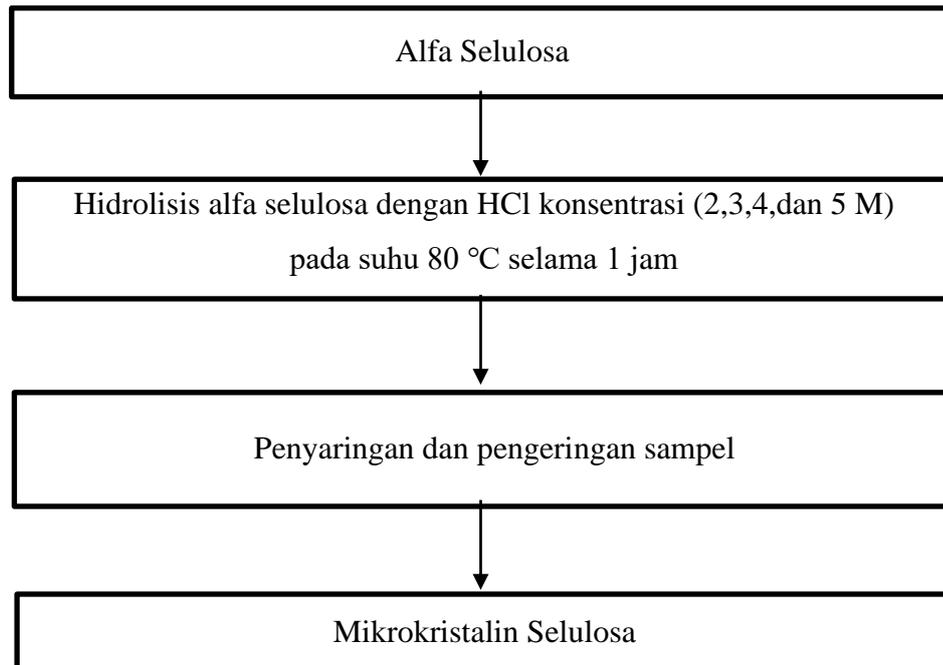
3.1.1 Isolasi Alfa Selulosa





Gambar 3.1 Diagram Alir Isolasi Alfa Selulosa

3.1.2 Isolasi MCC



Gambar 3.2 Diagram Alir Isolasi MCC

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Prosedur Isolasi Alfa Selulosa

Penelitian ini dimulai dengan prosedur persiapan bahan baku ampas tebu. Pertama, ampas tebu dicuci dengan menggunakan air mengalir sampai bersih dari kotoran-kotoran yang menempel. Kemudian, ampas tebu yang sudah dibersihkan dijemur dibawah sinar matahari sampai kering. Ampas tebu yang sudah kering dipotong-potong sampai berukuran 1-2 cm, kemudian dilanjutkan dengan menggiling ampas tebu menjadi 60 mesh.

Setelah persiapan bahan ampas tebu selesai, selanjutnya dilakukan proses isolasi selulosa. Pertama, ampas tebu sebanyak 50 gram delignifikasi dengan variasi larutan 5% HNO_3 dan 5% H_2SO_4 masing-masing 1000 ml pada suhu 80 °C selama 2 jam. Kemudian, ampas tebu diambil dari rendaman dengan disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai pH 7. Ampas tebu selanjutnya didelignifikasi menggunakan larutan NaOH 2N 1000 ml pada suhu 80 °C selama 2 jam maka akan didapatkan serbuk padatan berwarna kecoklatan. Lalu padatan disaring kembali dan dicuci menggunakan aquades sampai pH netral. Padatan yang didapat selanjutnya di *bleaching* atau pemutihan. Pemutihan dilakukan dengan merendam residu dengan 1% NaClO + 20 ml CH_3COOH 400 ml pada suhu 80 °C selama 2 jam. Kemudian, padatan tadi disaring dan dicuci sampai pH netral. Selanjutnya, padatan dikeringkan dengan suhu 60 °C selama 1 jam dan didapatkanlah alfa selulosa berupa serbuk putih.

3.2.2 Prosedur Isolasi MCC

Sebanyak 10 gram alfa selulosa yang diperoleh dari proses sebelumnya direndam dengan 200 ml HCl dengan variasi 2, 3, 4, dan 5 M pada suhu 80 °C selama 1 jam. Kemudian sampel disaring dan dikeringkan menggunakan oven semalaman dengan suhu 60 °C. Hasil yang didapat berupa serbuk kristal putih yaitu *Microcrystal cellulose* (MCC).

3.3 Alat dan Bahan

Berikut ini alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain

3.3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

- a. Ampas Tebu
- b. Aquades
- c. H_2SO_4 5%
- d. HNO_3 5%
- e. NaClO 1%
- f. NaOH 2N
- g. CH_3COOH 20%
- h. HCl 2;3;4; dan 5M

3.3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

- a) Botol Duran 1000 ml
- b) Gelas Beker 500 ml
- c) Gelas Ukur 250 ml
- d) Grinder
- e) Kain Saring
- f) Neraca Digital
- g) Oven
- h) pH Meter
- i) Spatula
- j) Cawan Petri
- k) Pipet Volume 25 ml
- l) Pipet Volume 10 ml
- m) Labu Pengencer 1000 ml
- n) Termometer
- o) Hot Plate
- p) Panci *Stainless Steel*
- q) Minyak Goreng 2 Liter

r) Batang Statif

3.3.3 Variabel Penelitian

Pada penelitian ini terdapat tiga variabel yaitu variabel bebas, variabel terikat dan variabel tetap. Variabel bebasnya adalah jenis pelarut perlakuan pre-hidrolisis asam pada proses delignifikasi yaitu HNO_3 dan H_2SO_4 serta konsentrasi pelarut HCl 2, 3, 4 dan 5 M. Variabel terikatnya adalah karakteristik dari MCC yang didapatkan. Sedangkan variabel tetapnya adalah ampas tebu, waktu proses, temperatur proses, konsentrasi larutan NaOH dan konsentrasi larutan NaClO.

3.4 Metode Pengumpulan dan Analisis Data

Teknik pengumpulan dan analisis data penelitian ini dilakukan dengan menganalisis kandungan alfa selulosa serta menganalisis karakteristik MCC melalui analisis gugus fungsi FTIR, morfologi SEM dan kristalinitas XRD

3.4.1 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

Karakterisasi menggunakan FT-IR mempunyai tujuan untuk menentukan gugus fungsi dari MCC. Sampel dianalisis menggunakan alat Fourier Transforms Infrared Spectroscopy (FTIR) merek thermo Scientific, type nicolet is5, transmisi id5 atr, detector DTGS KBr, source IR yang digunakan untuk mengamati spektrum yang dihasilkan sesuai dengan puncak spektrum yang dibentuk oleh suatu gugus fungsi dari alfa selulosa dan mikrokristalin selulosa.

3.4.2 X-ray diffraction (XRD)

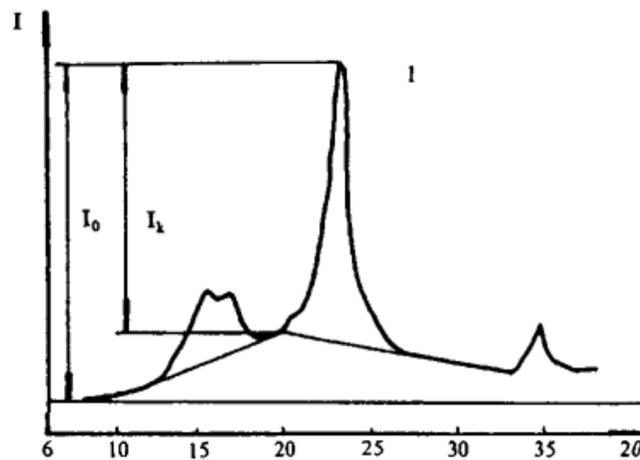
Uji kristalinitas *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengidentifikasi fasa bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang ukuran sel satuan (struktur bangun) pada MCC yang dihasilkan. Pengujian XRD menggunakan jenis alat Empryean Series 3 Panalytical. Indeks kristalin dapat diketahui dengan menarik garis linear sejajar dengan kedua puncak diantara peak dari sudut terkecil dan peak tertinggi sehingga menghasilkan garis

perpotongan yang dapat dilihat pada gambar 3.3. Kemudian Indeks kristalinitas dapat dihitung dengan persamaan berikut (Zhang dkk., 1993) :

$$CrI = n \frac{I_k}{I_o}, n = 0,75 \dots \dots \dots (3.1)$$

Keterangan :

- I_k = Intensitas Perpotongan Garis
- I_o = Intensitas Puncak Tertinggi



Gambar 3.3 Penentuan Derajat Kristalinitas Pada Mikrokrystalin Selulosa (Zhang dkk., 1993)

3.4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Uji sem biasa digunakan untuk mengetahui struktur mikro atau morfologi sebuah bahan hingga skala mikro/nano dan untuk mengukur komposisi bahan secara kuantitatif. MCC yang dihasilkan akan diuji untuk mengetahui struktur mikro dan komposisi bahan secara kuantitatif. Pengujian dilakukan dengan menggunakan alat eds Carl Zeiss EVO MA10.

3.4.4 Uji Kemurnian Alfa Selulosa Berdasarkan SNI

Pengujian kemurnian selulosa menurut SNI 0444:2009 dilakukan pada pulp yang telah diputihkan atau pulp yang telah terdelignifikasi. Penentuan kadar selulosa alfa, beta dan gamma dalam pulp berguna untuk menunjukkan kandungan selulosa dengan

berat molekul tinggi (selulosa alfa), kandungan selulosa yang terdegradasi (selulosa beta) dan kandungan hemiselulosa (selulosa gamma).

Penentuan kadar selulosa dilakukan dengan pencampuran sampel dengan 10 ml larutan kalium dikromat 0,5 N dan 50 mL H₂SO₄ serta indikator *ferroin* 2- 4 tetes, kemudian dilakukan titrasi dengan 0,1 N Amonium Sulfat dan melakukan titrasi blangko dengan mengganti sampel dengan larutan NaOH 17,5% 12,5 ml dan aquades 12,5 ml. Penentuan kadar alfa selulosa dapat ditentukan dengan persamaan sebagai berikut :

$$X = 100 - \frac{6,85 (V_1 - V_2) \times N \times 20}{A \times W} \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan :

- X : α - Selulosa (%)
- V₁ : Volume titrasi blangko (mL)
- V₂ : Volume titrasi filtrat sampel (mL)
- N : Normalitas larutan ferro ammonium sulfat
- A : Volume filtrat sampel yang dianalisa (mL)
- W : Berat kering sampel (g)

3.4.5 Menghitung Yield MCC dan Alfa Selulosa

Yield dari α -selulosa dan MCC ditentukan dengan persamaan sebagai berikut:

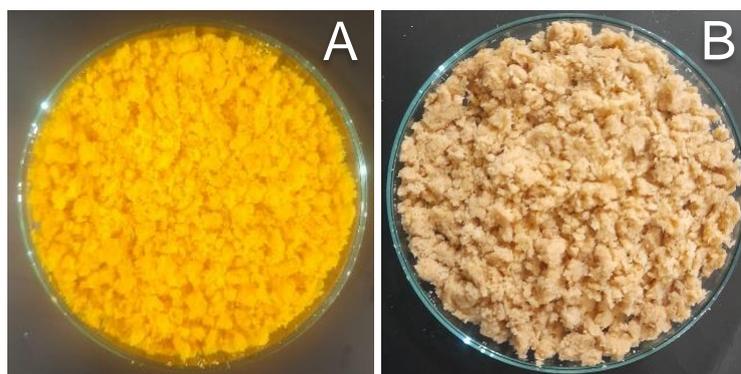
$$Yield\ alfa\ selulosa = \frac{berat\ \alpha\ selulosa}{berat\ ampas\ tebu} \times 100\% \quad (3.3)$$

$$Yield\ MCC\ selulosa = \frac{berat\ MCC}{berat\ sampel\ alfa\ selulosa} \times 100\% \quad (3.4)$$

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

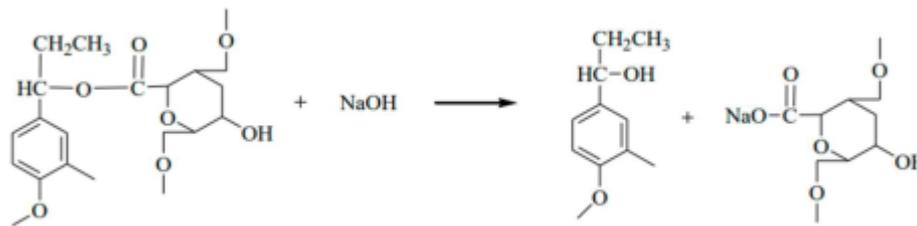
4.1 Isolasi MCC Ampas Tebu

Isolasi alfa selulosa diawali dengan proses pre-treatment dengan menggunakan larutan asam nitrat dan asam sulfat yang berfungsi untuk merusak struktur lignin pada ampas tebu (Dewi dkk., 2018). Perusakan terjadi dikarenakan larutan asam akan bereaksi dengan air sehingga akan menghasilkan ion hidronium yang mampu merusak struktur lignin pada struktur ampas tebu (Safitri dkk., 2018). Hasil sampel pada proses pre-treatment dapat dilihat pada gambar 4.1



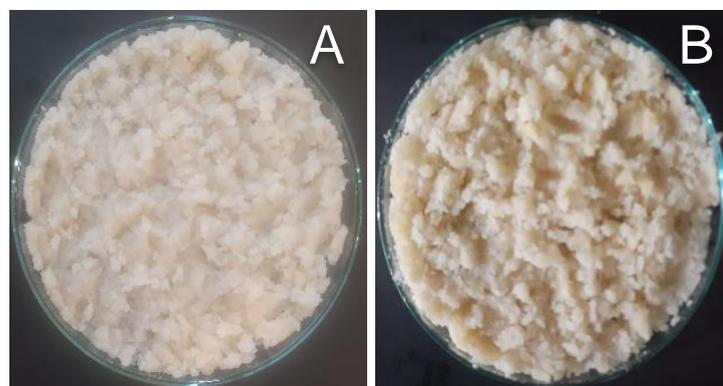
Gambar 4.1 Sampel Hasil Proses Pre-treatment, (A) asam nitrat dan (B) asam sulfat

Kemudian sampel yang dihasilkan akan melalui proses delignifikasi dengan proses treatment dengan larutan NaOH 2N yang digunakan untuk memisahkan selulosa dan mengurangi kandungan lignin (Anggraini dkk., 2022). Lignin yang larut pada NaOH cukup banyak sehingga warna yang dihasilkan pada proses ini berupa pulp berwarna coklat. Lalu pulp disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral dan sampai filtrat menjadi tidak berwarna yang menandakan tidak ada pelarut yang tertinggal (Anggarini dkk., 2022). Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada gambar 4.2



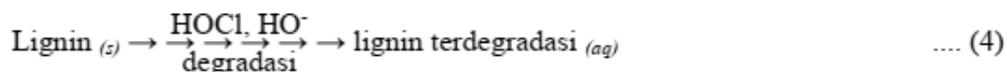
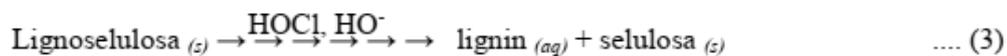
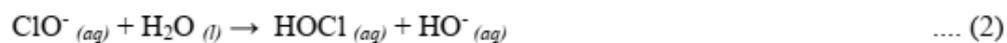
Gambar 4.2 Reaksi *Delignifikasi* Menggunakan NaOH

Proses delignifikasi juga digunakan untuk memisahkan alfa, betha dan gamma selulosa. Alpha selulosa tidak larut didalam larutan NaOH sedangkan beta dan gamma selulosa larut dalam larutan NaOH sehingga perlu dilakukan pencucian menggunakan aquadest untuk menghilangkan pelarut yang masih tertinggal dalam *pulp* sampai filtrat tidak berwarna yang dapat dilihat pada gambar 4.3



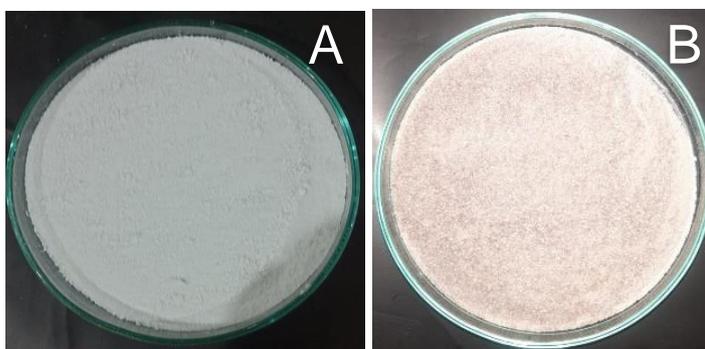
Gambar 4.3 Pulp Setelah Proses Delignifikasi Sampel, (A) Asam Nitrat dan (B) Asam Sulfat

Selanjutnya pulp yang didapat dilakukan proses *bleaching* menggunakan larutan NaClO 1% dengan menambahkan sedikit asam asetat 20 ml. fungsi dilakukan *bleaching* ini yaitu untuk menghilangkan sisa-sisa lignin dan hemiselulosa serta memutihkan sampel pulp yang dihasilkan. Pemutihan dilakukan dengan pencampuran larutan NaClO dengan asam asetat. Fungsi penambahan asam asetat ini agar dapat bereaksi dengan NaClO dan menghasilkan asam hipoklorit (HOCl) yang merupakan oksidator kuat dan dapat memutus ikatan lignoselulosa dan ikatan eter dalam struktur lignin (Pratama dkk., 2019). Reaksi yang terjadi pada saat proses pemutihan dengan larutan NaClO ditunjukkan pada gambar 4.4



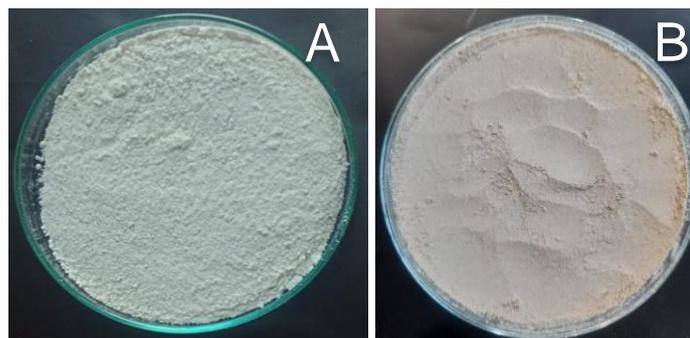
Gambar 4.4 Reaksi Proses Pemutihan dengan Larutan NaClO (Pratama dkk., 2019)

Pemutusan lignoselulosa dan reaksi oksidasi lignin menunjukkan lignin telah terpisah dari sampel berupa material padatan berwarna putih yang dapat dilihat pada gambar 4.5. Ini terjadi dikarenakan proses pemutihan akan memutus ikatan ester yang menghubungkan lignin dan hemiselulosa sehingga akan merusak ikatan tersebut dan memungkinkan komponen lignin untuk larut (Pratama dkk., 2019).



Gambar 4.5 Pulp Setelah Proses Bleaching sampel, (A) asam nitrat dan (B) asam sulfat

Selanjutnya merupakan proses isolasi Mikrokristalin selulosa yang bertujuan untuk merusak struktur amorf pada selulosa. Pada proses ini akan menggunakan pelarut asam kuat yaitu HCl, dikarenakan struktur amorf berupa serabut sehingga mudah terdegradasi oleh larutan asam dan akan menyisakan struktur kristalin pada selulosa (Trache dkk., 2016). Sampel yang dihasilkan akan memiliki ukuran partikel yang lebih kecil dan padat seperti kristal yang disebut mikrokristalin selulosa yang dapat dilihat pada gambar 4.6



Gambar 4.6 Mikrokrystalin Selulosa *Pre-treatment*, (A) Asam Nitrat dan (B) Asam Sulfat

4.1.1 Pengaruh Jenis Pelarut Terhadap Kemurnian Alfa-selulosa

Tabel 4.1 Menunjukkan hasil alfa selulosa dari ampas tebu dan pulp dengan menggunakan proses *pre-treatment* asam untuk proses isolasi alfa selulosa.

Tabel 4.1 Kandungan Alfa Selulosa Pada Pulp Dengan *Pre-treatment* yang Berbeda

No	Parameter	Bahan Baku Ampas Tebu	Pulp	
			Asam Nitrat	Asam Sulfat
1	Hemiselulosa	24,66 %	9%	4,54%
2	Alfa-selulosa	42,74 %	37,63%	79,76%

Sampel ampas tebu yang digunakan mengandung kadar alfa selulosa sekitar 42,74% dan hemiselulosa sebesar 24,66% yang sesuai dengan rentang yang dihasilkan oleh mokhena dkk tahun 2018. Untuk meningkatkan kadar alfa selulosa pada pulp yang tinggi dilakukan proses isolasi alfa selulosa menggunakan pelarut asam dengan jenis yang berbeda yang mampu menghidrolisis selulosa, hemiselulosa dan lainnya.

Penggunaan asam nitrat mampu menghidrolisis selulosa sehingga menjadi polisakarida dengan jumlah yang banyak (Dewi dkk., 2018). Hasil pulp setelah proses pretreatment HNO_3 memiliki kandungan hemiselulosa dan alfa selulosa sebesar 9% dan 37,63% serta sisanya merupakan pengotor dan kadar lignin yang masih tersisa sebagian. Reaksi menggunakan HNO_3 menyebabkan terbentuknya gugus $-\text{NO}_2$ pada struktur lignin. Selain itu, menurut Supranto, 2015. Substitusi

gugus hidroksil oleh gugus $-\text{NO}_2$ yang berasal dari HNO_3 dapat mengubah sifat fisik dan kimia dari selulosa yang dihasilkan serta dapat meningkatkan *hydrophilicity* pada selulosa yang sebagian larut oleh asam nitrat, sehingga menyebabkan kandungan selulosa lebih sedikit, dan menyisakan kandungan lainnya seperti lignin yang memiliki kandungan yang cukup besar. Ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Supranto dkk tahun 2015 menghasilkan selulosa yang lebih rendah dengan menggunakan asam nitrat.

Pre-treatment yang menggunakan asam sulfat menghasilkan alfa selulosa dan kandungan hemiselulosa sebesar 79,76% dan 4,54%. Hal ini terjadi karena reaksi asam sulfat menghasilkan ion sulfoniat yang dapat menjadi katalisator asam sehingga proses reaksi menjadi lebih cepat. Dengan cepatnya reaksi, proses perusakan struktur lignin menjadi lebih banyak dibandingkan dengan HNO_3 . Selain itu, menurut Nilawati, 2019 hidrolisis menggunakan asam sulfat akan memutus rantai selulosa dari lignin.

Selain menghasilkan ion sulfoniat, reaksi asam sulfat menghasilkan ion H_3O^+ dimana memiliki ion H^+ lebih banyak dari pada HNO_3 . Hal ini membuat proses penghilangan lignin dan hemiselulosa menjadi lebih banyak karena ion H^+ memiliki fungsi untuk menghidrolisis lignin dan hemiselulosa (Tang dkk., 2023). Dari proses yang sudah dilakukan, antara *pre-treatment* menggunakan H_2SO_4 dan HNO_3 . Alfa selulosa yang menggunakan H_2SO_4 yang kemudian dilanjutkan ketahap selanjutnya untuk dijadikan produk mikrokristalin selulosa (MCC).

4.1.2 Yield pulp dan Mikrokristalin Selulosa

Dalam proses isolasi alfa selulosa dan mikrokristalin selulosa menggunakan pelarut asam dan basa, menghasilkan penurunan massa sampel yang mengindikasikan bahwa terdapat pengaruh yang signifikan. Hasil yield pulp dari ampas tebu dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Yield Pulp Dengan Pre-Treatment Yang Berbeda

Jenis Pelarut <i>Pre-Treatment</i>	Berat Awal Bahan Baku (gr)	Berat Akhir (Pulp) (gr)	% Yield Pulp (Terhadap berat bahan baku)
Asam Nitrat	50	12,8	25,6
Asam Sulfat	50	15	30

Dari hasil pada tabel 4.2 pada proses pre-treatment menggunakan asam nitrat menghasilkan yield pulp yang lebih kecil dibandingkan dengan pelarut asam sulfat. Hal tersebut disebabkan reaksi menggunakan asam nitrat menghasilkan gugus $-NO_2$ yang menyebabkan sifat fisik dan kimia dari selulosa yang dihasilkan berubah serta meningkatkan sifat *hydrophilicity* pada selulosa yang mengakibatkan selulosa menjadi larut oleh reaktan sehingga kandungan selulosanya berkurang (Supranto dkk., 2015). Hal tersebut menyebabkan yield yang dihasilkan dari proses menggunakan asam nitrat lebih sedikit dari pada proses yang menggunakan asam sulfat dapat dilihat pada Tabel 4.2. Proses isolasi mikrokristalin selulosa menggunakan pelarut HCl dengan berbagai variasi konsentrasi menghasilkan yield yang dapat dilihat pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Yield Mikrokristalin Selulosa dari Alfa Selulosa

Konsentrasi HCl (M)	Berat Awal Alfa Selulosa (gr)	Berat Ekstraksi MCC (gr)	Yield% (Terhadap Alfa Selulosa)	% Kristalinitas
2	10	8,6	86	63,20
3	10	7,448	74,88	65,40
4	10	7,3	73	64,19
5	10	6,88	68,8	63,82

Dari tabel 4.3 nilai yield mikrokristalin selulosa yang tertinggi dihasilkan sebesar 86% yang dihidrolisis dengan HCl 2M, sedangkan yield terendah dihasilkan pada hidrolisis dengan HCl 5 M sebesar 68,8%. Ini terjadi karena larutan HCl

merupakan larutan asam kuat yang bersifat monoprotik dan reaktif, dimana proses pembentukan H^+ terjadi dalam 1 tahap sehingga reaksi hidrolisis berlangsung lebih cepat (Dewi dkk., 2018). Sehingga dengan cepat merusak struktur amorf pada pulp dan menyisakan struktur kristalinitas ditandai dengan peningkatan nilai kristalinitas yang dihasilkan.

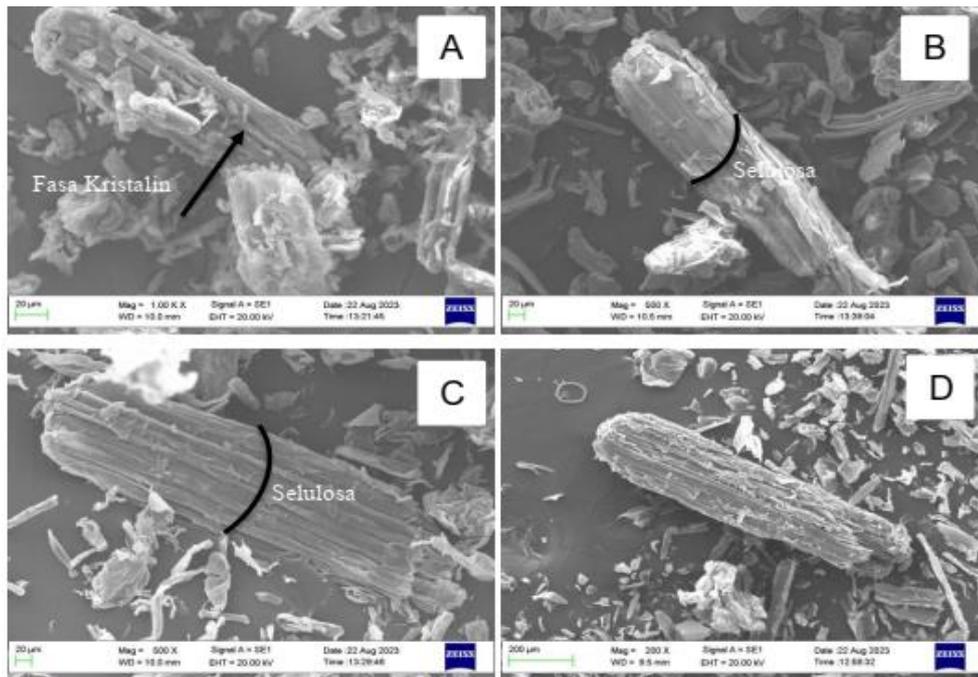
Dari hasil tersebut konsentrasi asam klorida yang digunakan mempengaruhi nilai yield yang dihasilkan, semakin tinggi konsentrasi HCl maka akan semakin rendah yield yang dihasilkan (Edison dkk., 2019). Dengan semakin meningkat konsentrasi HCl, maka semakin banyak pemecahan ikatan-ikatan dalam selulosa sehingga struktur amorf pada selulosa akan terdegradasi dan larut dalam pelarut HCl, sehingga akan mengurangi yield MCC yang dihasilkan (Kurniawan dkk., 2018).

4.2 Karakterisasi Mikrokristalin Selulosa (MCC)

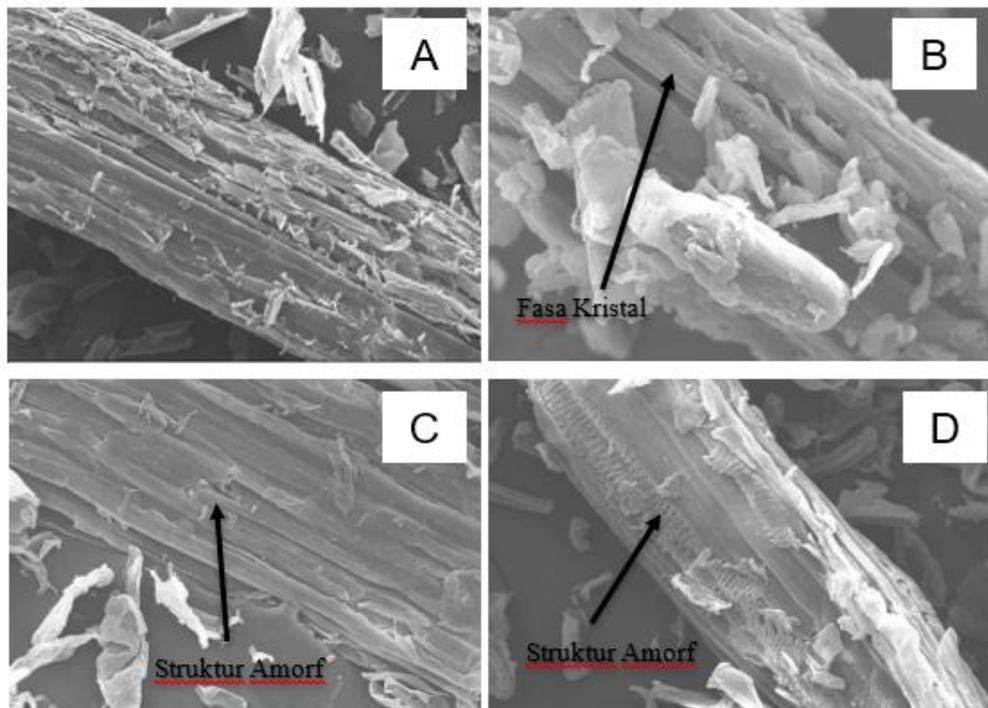
Mikrokristalin selulosa merupakan hasil olahan alfa selulosa yang dihasilkan dengan proses hidrolisis sebagian pada suhu tertentu (Edison dkk., 2019). Mikrokristalin selulosa yang dipergunakan di bidang industri memiliki karakteristik tertentu meliputi bentuk morfologi, kandungan kristalinitas serta yield yang dihasilkan. Berikut ini karakteristik mikrokristalin selulosa yang dihasilkan antara lain:

4.2.1 Morfologi Mikrokristalin Selulosa (MCC)

Mikrokristalin selulosa didapat dari hidrolisis sebagian dengan menggunakan larutan asam (Lestari., 2022). Sehingga mikrokristalin selulosa memiliki sifat mekanik yang kuat yang ditandai dengan nilai kristalinitas yang cukup tinggi sebesar 55-85% (Nuraini., 2017). Peningkatan sifat mekanik MCC terjadi dikarenakan proses perusakan struktur amorf dari alfa selulosa yang telah diproses dari ampas tebu. Hasil morfologi mikrokristalin selulosa, alfa selulosa, dan ampas tebu dapat dilihat pada gambar 4.7



Gambar 4.7 Uji SEM dengan perbesaran 500x. (A) MCC dengan HCl 3M; (B) alfa selulosa dengan HNO₃ 5%; (C) Alfa selulosa dengan H₂SO₄ 5%; (D) Ampas tebu



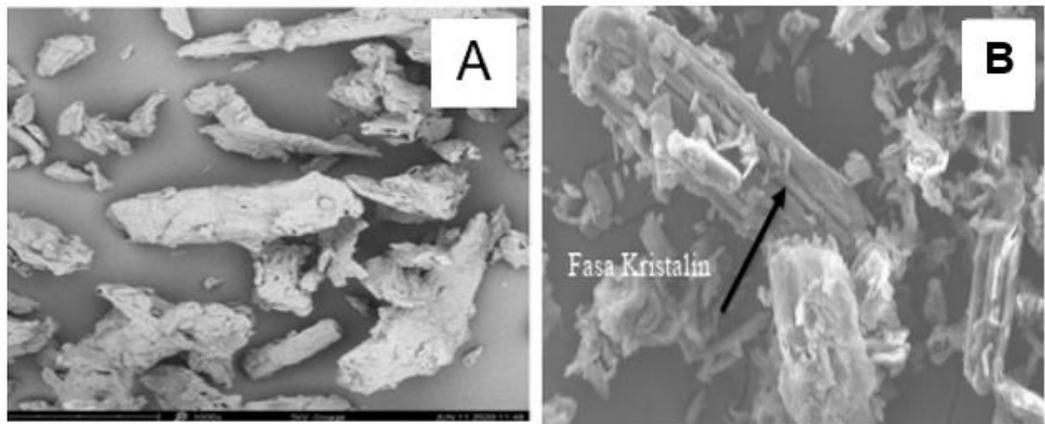
Gambar 4.8 Uji SEM dengan perbesaran 1000x. (A) Ampas Tebu; (B) MCC dengan HCl 3M; (C) Alfa Selulosa dengan H₂SO₄ 5%; (D) Alfa Selulosa dengan HNO₃ 5%.

Dari gambar 4.7 (D) morfologi ampas tebu tampak berbentuk silinder dengan panjang 20 mikrometer yang memiliki permukaan tampak kasar yang disebabkan adanya lignin dan hemiselulosa yang melekat pada serat selulosa (Abu-Thabit dkk., 2020; Haafiz dkk., 2013). Untuk mendapatkan kemurnian selulosa yang tinggi, maka komponen lain seperti lignin dan hemiselulosa akan dihilangkan dengan proses delignifikasi. Sehingga menghasilkan selulosa dengan permukaan yang lebih halus (Haafiz dkk., 2013). Dapat dilihat pada gambar 4.8 (C) dan (D), dimana morfologi alfa selulosa terlihat lebih halus yang mengindikasikan bahwa komponen lignin dan hemiselulosa telah sepenuhnya hilang yang masih menyisakan sedikit serat yang merupakan struktur amorf pada selulosa. Ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Annisa tahun 2018 dalam pembuatan MCC yang menghasilkan morfologi MCC yang masih terdapat struktur kecil yang terdiri dari serat (fibril).

Namun pada morfologi alfa selulosa 1 terlihat dipermukaan terdapat serat amorf yang lebih banyak dibandingkan dengan alfa selulosa 2, ini terjadi dikarenakan pada alfa selulosa 2 menggunakan larutan asam sulfat yang merupakan asam yang lebih efektif untuk menghidrolisis dibandingkan dengan menggunakan asam nitrat sehingga kemurnian alfa selulosa 2 yang didapat sebesar 79,76% lebih besar dibandingkan dengan alfa selulosa 1 sebesar 37,63%.

Kemudian pada mikrokristalin selulosa memiliki panjang 20 mikrometer ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Nuraini dkk tahun 2017. Kemudian secara morfologi permukaan MCC memiliki permukaan lebih halus yang disebabkan oleh perlakuan bahan kimia selama proses hidrolisis MCC. Perlakuan asam ini akan merusak struktur amorf pada selulosa sehingga menghasilkan struktur kristal berbentuk panjang yang dapat dilihat pada gambar 4.7 (A).

Bentuk morfologi MCC yang dihasilkan sesuai dengan mikrokristalin selulosa komersil (Avicel PH-101) (Cowe dkk., 2009), yang sering digunakan di industri yang dapat dilihat pada gambar 4.9

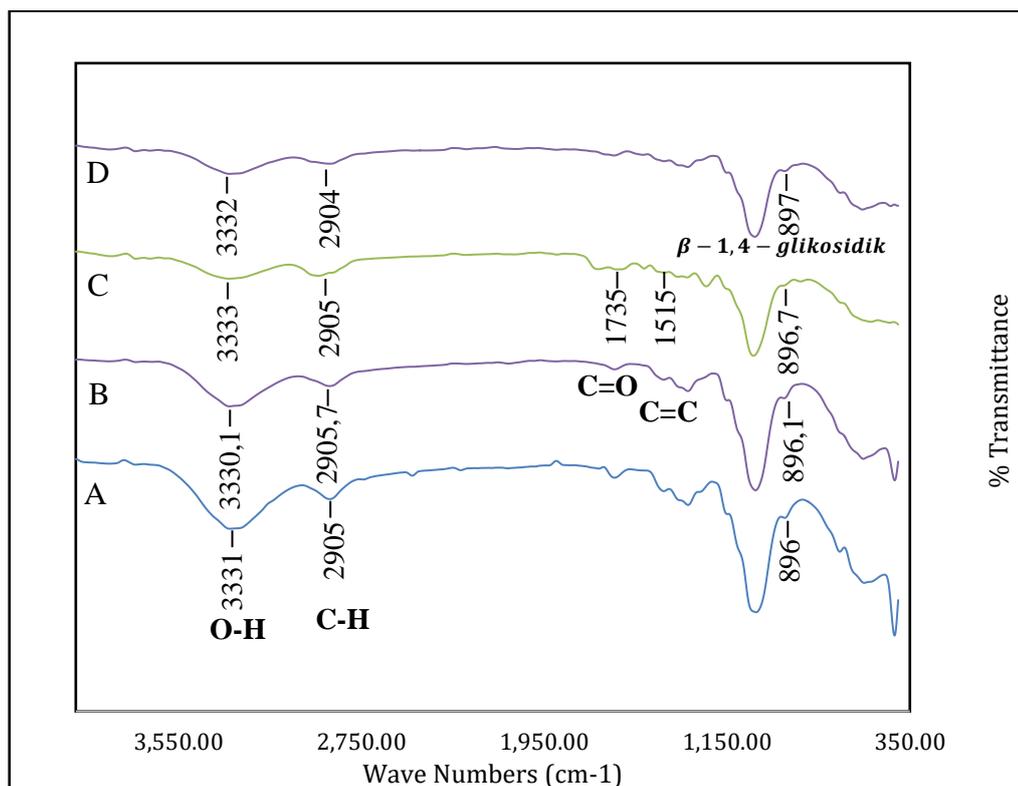


Gambar 4.9 (A) Mikrokrystalin selulosa Avicel PH-101 dan (B) Mikrokrystalin Selulosa Ampas Tebu

Bentuk MCC *Avicel PH-101* berbentuk beraneka ragam ada yang silinder, sudut runcing, dan permukaan merata dengan panjang 10 mikrometer. Sedangkan hasil morfologi MCC ampas tebu berbentuk silinder, sudut runcing dan permukaan rata dengan panjang 20 mikrometer. Sehingga berdasarkan morfologi mikrokrystalin selulosa sesuai dengan standar literatur salah satu jenis mikrokrystalin selulosa komersial

4.2.2 Gugus Fungsi Pada Produk Mikrokrystalin Selulosa (MCC)

Analisa spektroskopi inframerah (FTIR) digunakan untuk menentukan gugus fungsi yang terkandung didalam sampel yang digunakan, hasil uji FTIR dapat dilihat pada gambar 4.10



Gambar 4.10 Spektrum Hasil Uji FTIR. (A) Alfa Selulosa HNO₃; (B) MCC 3M; (C) Ampas Tebu; (D) Alfa Selulosa H₂SO₄

Berdasarkan gambar diatas terjadi penyerapan puncak di daerah 3450-3300 cm⁻¹ dan 2900-2800 cm⁻¹ yang mengindikasikan setiap sampel memiliki gugus O-H dan C-H (Zhao dkk., 2018). Gugus O-H dan C-H menunjukkan adanya ikatan hidrogen intramolekuler dan merupakan gugus utama dari selulosa (Lismeri dkk., 2020). Kemudian penyerapan puncak terjadi pada sekitar puncak 897 cm⁻¹ yang merupakan gugus fungsi dengan ikatan selulosa β-glikosidik (Zhao dkk., 2018). Pada gambar 4.10 memiliki puncak dengan ikatan selulosa β-glikosidik yang mengindikasikan bahwa ke-4 sampel yang diuji mengandung selulosa yang diinginkan.

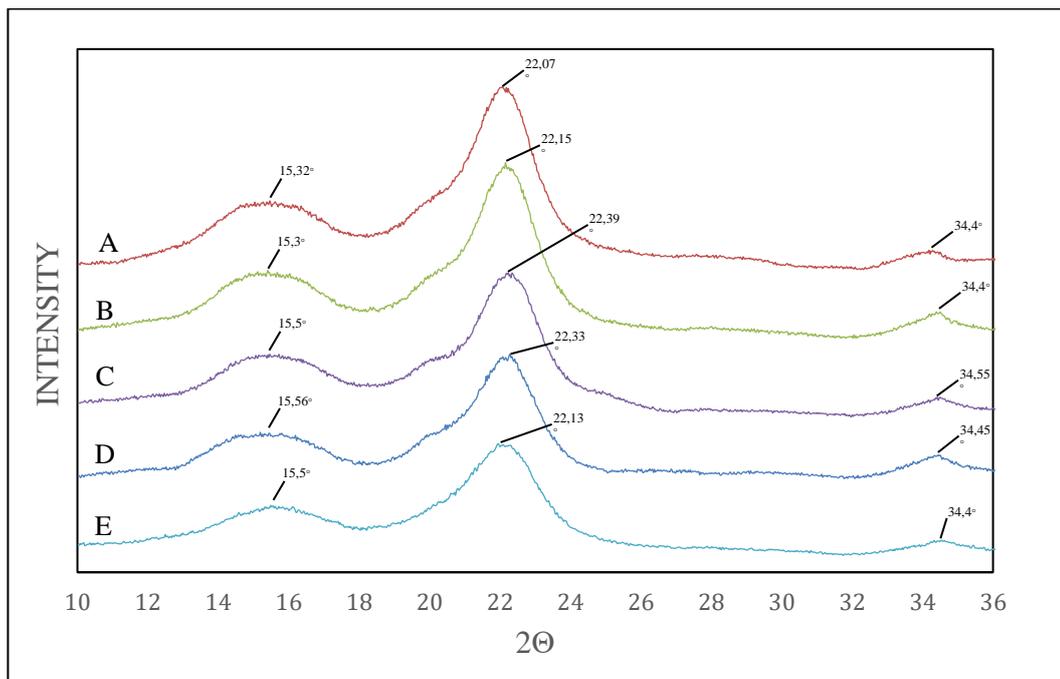
Lalu penyerapan puncak pada 1735 cm⁻¹ yang artinya terdapat gugus C=O yang merepresentasikan gugus aldehyd, ketone, dan asam karboksilat yang merupakan kandungan yang ada di hemiselulosa (Zhao dkk., 2018). Dari gambar 4.10 pada sampel bahan baku ampas tebu terdapat puncak serapan di 1735 cm⁻¹ terdapat gugus C=O yang artinya sampel ampas tebu terdapat kandungan

hemiselulosa, sedangkan pada sampel MCC, alfa selulosa 1 dan 2 tidak terdapat puncak serapan di 1735 cm^{-1} yang artinya berkurangnya kandungan hemiselulosa yang disebabkan proses hidrolisis oleh larutan asam dan basa.

Puncak serapan di 1515 cm^{-1} yang memiliki ikatan C=C yang merepresentasikan kandungan lignin pada sampel tersebut (Zhao dkk., 2018). Pada sampel ampas tebu terdapat puncak serapan di 1515 cm^{-1} yang artinya ampas tebu mengandung lignin yang cukup besar, namun pada sampel mikrokristalin selulosa, alfa selulosa 1 dan 2, tidak terdapat puncak serapan di 1515 cm^{-1} yang artinya tidak kandungan lignin pada sampel tersebut, ini terjadi dikarenakan proses hidrolisis dengan pelarut asam dan basa pada suhu tertentu sehingga dapat merusak struktur lignin pada sampel tersebut (Zhao dkk., 2018).

4.2.3 Derajat Kristalinitas Mikrokristalin Selulosa (MCC)

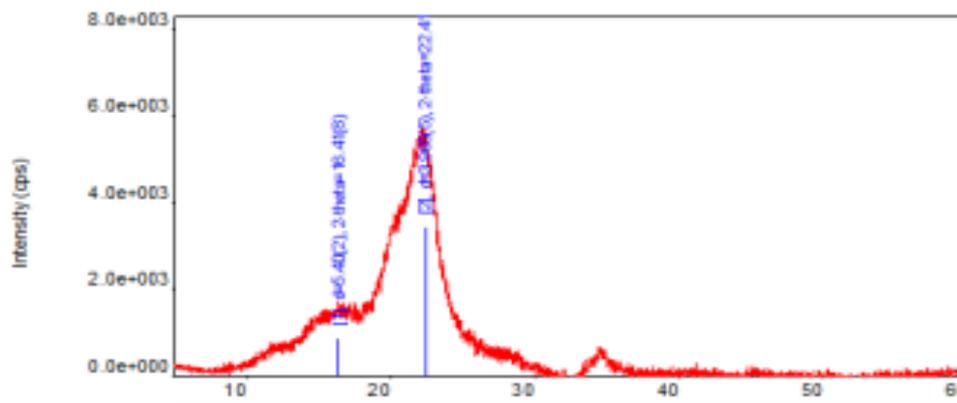
Kristalinitas merupakan salah satu parameter yang menunjukkan seberapa kuat mikrokristalin selulosa yang dihasilkan sebesar 55-85% yang digunakan di industri (Nuraini., 2017). Nilai derajat kristalinitas ditentukan menggunakan uji XRD (*X-Ray Diffraction*) yang mana akan menghasilkan puncak-puncak yang menunjukkan fasa kristalin dan selanjutnya dilakukan perhitungan dengan metode yang dilakukan Zhang dkk tahun 1993. Hasil uji XRD dapat dilihat pada gambar 4.11.



Gambar 4.11 Hasil Uji XRD Mikrokrystalin Selulosa Dari Ampas Tebu. (A) MCC 3M; (B) MCC 4M; (C) MCC 5M; (D) MCC 2M; (E) Alfa Selulosa (H_2SO_4)

Hasil pemeriksaan XRD memperlihatkan derajat kristalinitas dari suatu sampel. Mikrokrystalin selulosa merupakan serbuk yang tersusun atas 2 fasa yaitu fasa kristal dan fasa amorf (Ningsih dkk., 2020). Hasil uji XRD mikrokrystalin selulosa dari ampas tebu memperlihatkan puncak tajam pada 2θ yaitu sekitar 22° (Fasa kristal) dan puncak lebar pada 2θ yaitu sekitar 15° (Fasa Amorf). Hasil uji sampel memiliki kemiripan dengan mikrokrystalin selulosa komersial Avicel PH-101 yang dapat dilihat pada gambar 4.12.

Derajat kristalinitas dari mikrokrystalin selulosa MCC menandakan banyaknya fasa kristal pada mikrokrystalin selulosa. Semakin tinggi derajat kristalinitas mikrokrystalin selulosa, semakin tinggi fasa kristal dibandingkan dengan amorfnya (Homyuen dkk., 2023). Gambar 4.11 menunjukkan derajat kristalinitas dari 4 jenis MCC dan alfa selulosa. Dari gambar dapat terlihat bahwa derajat kristalinitas alfa selulosa lebih kecil dibandingkan dengan mikrokrystalin selulosa. Hal ini menandakan alfa selulosa memiliki struktur amorf yang lebih banyak dibandingkan dengan mikrokrystalin selulosa.



Gambar 4.12 Hasil XRD Mikrokrystalin Selulosa Komersial (Avicel PH-101) (Ningsih dkk., 2020)

Pengaruh konsentrasi HCl pada proses isolasi MCC menghasilkan peningkatan ketinggian dan ketajaman puncak yang dihasilkan yang dapat dilihat pada gambar 4.11, dimana larutan HCl mampu merusak struktur amorf alfa selulosa sehingga menyisakan fasa kristal dari sampel, ini ditandai dengan terjadi peningkatan ketinggian dan ketajaman puncak pada sampel MCC dibandingkan dengan sampel alfa selulosa (Singh dkk., 2019).

Mikrokrystalin selulosa yang dihasilkan dengan beberapa variasi konsentrasi HCl menghasilkan ketinggian dan ketajaman puncak grafik XRD yang yang berbeda-beda yang dapat dilihat pada gambar 4.11. Dengan adanya perbedaan puncak, sehingga menghasilkan nilai derajat kristalinitas yang berbeda-beda, berikut ini hasil nilai kristalinitas mikrokrystalin selulosa yang dapat dilihat pada tabel 4.4

Tabel 4.4 Nilai Kristalinitas Sampel MCC Ampas Tebu

No	Sampel	% Kristalinitas
1	Alfa Selulosa H ₂ SO ₄	61,92
2	MCC 2M	63,20
3	MCC 3M	65,40
4	MCC 4M	64,19
5	MCC 5M	63,82

Berdasarkan tabel 4.4 nilai kristalinitas yang dihasilkan terjadi peningkatan yang disebabkan peningkatan konsentrasi HCl, dimana nilai kristalinitas tertinggi dihasilkan oleh mikrokristalin selulosa dengan konsentrasi HCl sebesar 3 molar dengan derajat kristalinitas sebesar 65 %, ini sesuai yang dilakukan oleh Sunardi dkk tahun 2019 melakukan hidrolisis MCC dari rumput laut merah dengan variasi HCl 1,5 N, 2,5 N, dan 3,5 N menghasilkan nilai kristalinitas tertinggi pada konsentrasi 3,5 N sebesar 83,49%. Dimana nilai derajat kristalinitas yang dihasilkan oleh MCC ampas tebu dapat melebihi derajat kristalinitas pada MCC komersial Avicel PH-101 sebesar 59,88 % (Husni dan Budhiyanti, 2022). Hal tersebut menandakan MCC dari ampas tebu dapat digunakan sebagaimana MCC komersial.

Derajat kristalinitas menunjukkan seberapa besar fasa kristal dari selulosa atau mikrokristalin selulosa. Dengan derajat kristalinitas yang tinggi, mikrokristalin selulosa yang dihasilkan akan memiliki morfologi yang lebih teratur dan *compact* (Homyuen dkk., 2023). Sehingga dari gambar 4.8 (Hasil Uji SEM) menunjukkan perubahan morfologi dari alfa selulosa ke mikrokristalin selulosa. Perubahan yang terjadi pada sampel dapat dilihat dari permukaan yang semakin halus diikuti dengan meningkatnya derajat kristalinitasnya. Gambar 4.8 (A) Ampas Tebu terlihat permukaan yang masih dipenuhi oleh lignin dan amorf. Pada Gambar 4.8 (C) Alfa Selulosa H₂SO₄ permukaan menjadi lebih halus dengan derajat kristalinitas 61,92% dan pada Gambar 4.8 (B) MCC 3M struktur dan permukaan menjadi lebih halus diikuti dengan kenaikan kristalinitas menjadi sebesar 65,4%. Menurut Homyuen dkk (2023), morfologi dari mikrokristalin selulosa dapat dipengaruhi oleh derajat kristalinitasnya, semakin tinggi derajat kristalinitas semakin sedikit fasa amorf di partikel sehingga semakin halus permukaan partikelnya.

Konsentrasi HCl 3 molar mampu merusak struktur amorf secara optimal sehingga menghasilkan nilai kristalinitas yang tinggi didukung dengan puncak yang dihasilkan paling tinggi dibandingkan dengan variasi sampel lainnya. Namun pada saat sampel konsentrasi 4 molar dan 5 molar terjadi penurunan nilai kristalinitas disertai dengan perubahan warna menjadi lebih coklat yang dapat dilihat pada gambar 4.13, ini terjadi karena kadar asam yang terlalu tinggi, tidak hanya

menyebabkan kerusakan pada struktur amorf, tapi juga menyebabkan kerusakan struktur kristal pada selulosa (Wulandari dkk., 2016).



Gambar 4.13 Mikrokrystalin Selulosa dengan HCl. (A) HCl 2 M; (B) 3 M; (C) 4 M; (D) 5 M

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dari penelitian ini antara lain :

1. Selulosa yang dihasilkan dari proses isolasi alfa selulosa menggunakan H_2SO_4 memiliki kemurnian lebih tinggi dibandingkan dengan selulosa yang menggunakan HNO_3 . Dengan kemurnian yang dihasilkan 79,76% untuk H_2SO_4 dan 37,63% untuk HNO_3 .
2. MCC yang dihasilkan memiliki derajat kristalinitas tertinggi sebesar 65,4% dengan hidrolisis menggunakan HCL 3 M.

5.2 Saran

Berikut merupakan saran yang dapat dijadikan dasar untuk penelitian lebih lanjut guna mendalami dan mengembangkan pemahaman tentang MCC :

1. Melakukan penelitian selanjutnya dengan memvariasikan suhu pada proses hidrolisis alfa selulosa untuk mendapatkan derajat kristalinitas lebih baik.
2. Melakukan penelitian lebih lanjut untuk mengeksplorasi proses isolasi alfa selulosa dengan bahan kimia yang berbeda.
3. Membuat salah satu aplikasi MCC pada suatu produk dari sampel yang memiliki kondisi yang paling optimum

DAFTAR PUSTAKA

- Badan Pusat Statistik. 2020. 'Statistik Tebu Indonesia
- Badan Standarisasi Nasional. 2009. 'Pulp-Cara Uji kadar Selulosa Alfa, Beta dan Gamma'. SNI 0444:2009.
- Bhattacharya, D., Germinario, L.T. and Winter, W.T. (2008) 'Isolation, preparation and characterization of cellulose microfibrils obtained from bagasse', *Carbohydrate Polymers*, 73(3), pp. 371–377.
- British Pharmacopoeia. 2009. *Pharmaceutical Exipients* Ed ke-6. London (UK): Pharmaceutical Press
- BSN (2009) "Pulp – Cara Uji Kadar Selulosa Alfa, Beta, dan Gamma," Standar Nasional Indonesia, hal. 1–7.
- Choi, Y.S. et al. (2006) "3364," *Ultrasound in Medicine & Biology*, 32(5), hal. P252. doi:10.1016/j.ultrasmedbio.2006.02.1136.
- Dewi, I.A. et al. (2019) "Optimasi Proses Delignifikasi Pelepah Pisang Untuk Bahan Baku Pembuatan Kertas Seni," *Sebatik*, 23(2), hal. 447–454..
- D.P, Sari., Padil dan Yelmida. (2021) 'Pemurnian selulosa- α Hasil Hidrolisis Pelepah Sawit Menggunakan Enzim Xylanase dengan Variasi pH dan Sumber Enzim Xylanase', Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau.
- Edison., A. Diharmi., dan E.D.S. (2019) "Karakteristik Selulosa Mikrokrystalin dari Rumput Laut Merah *Eucheuma cottonii*," *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 22(3), hal. 483-489.
- Herpendi, R., Padil and Yelmida (2019) 'Proses Pemurnian Selulosa Pelepah Sawit Sebagai Bahan Baku Nitroselulosa Dengan Variasi pH dan Konsentrasi Asam Peroksida'.
- Homyuen, A. et al. (2023) "Microcrystalline Cellulose Isolation and Impregnation with Sappan Wood Extracts as Antioxidant Dietary Fiber for Bread Preparation," *ACS Omega* [Preprint]. doi:10.1021/acsomega.3c03043.
- Husni, A. dan Budhiyanti, S.A. (2022) "Effect of Isolation Method on Characterization of Microcrystalline Cellulose from Brown Seaweed

- Sargassum vulgare,” Indonesian Journal of Pharmacy, 33(1), hal. 42–51. doi:10.22146/ijp.3274.
- Kalita, R.D. et al. (2013) “Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from fodder grass; *Setaria glauca* (L) P. Beauv, and its potential as a drug delivery vehicle for isoniazid, a first line antituberculosis drug,” *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 108, hal. 85–89. doi:10.1016/j.colsurfb.2013.02.016.
- Katakojwala, R. and Mohan, S.V. (2020) ‘Microcrystalline cellulose production from sugarcane bagasse: Sustainable process development and life cycle assessment’, *Journal of Cleaner Production*, 249, p. 119342.
- Kian, L.K. et al. (2020) “Characterization of microcrystalline cellulose extracted from olive fiber,” *International Journal of Biological Macromolecules*, 156, hal. 347–353. doi:10.1016/j.ijbiomac.2020.04.015.
- Kurniasari, H.D., Fatma, R.A. dan Aldomoro S R, J. (2019) “Analisis Karakteristik Limbah Pabrik Gula (Blotong) Dalam Produksi Bahan Bakar Gas (Bog) Dengan Teknologi Anaerob Biodigester Sebagai Sumber Energi Alternatif Nasional,” *Jurnal Sains & Teknologi Lingkungan*, 11(2), hal. 102–113.
- Kurniaty, I. (2017) ‘Proses Delignifikasi Menggunakan Naoh Dan Amonia (Nh3) Pada Tempurung Kelapa’, *Jurnal Integrasi Proses*, 6(4), p. 197.
- Mardina, P. et al. (2013) ‘Tongkol Jagung Dengan Hidrolisis Asam Encer’, *Journal Konversi*, 2(2), pp. 17–23.
- Mimbar, M. and Adsyar, M. (2021) ‘UNTUK PENINGKATAN KUALITAS KAYU KEMIRI (*Aleurites moluccana*) PROGRAM STUDI KEHUTANAN’.
- Mohamad Haafiz, M.K. et al. (2013) “Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from oil palm biomass residue,” *Carbohydrate Polymers*, 93(2), hal. 628–634. doi:10.1016/j.carbpol.2013.01.035.
- Mokhena TC, Mochane MJ, Motaung TE, Liganiso LZ, Thekisoe OM, Songca SP (2018) Sugarcane bagasse and cellulose polymer composites. *Sugarcane Technol Res* 225–240

- Mulyadi, I. (2019) 'Isolasi Dan Karakteristik Selulosa', *Jurnal Sainika Unpam*, 1(2), pp. 177–180.
- Nilawati, N., Rahmi, R. dan Desiyana, L.S. (2019) "Effect of H₂SO₄ concentration on cellulose isolation from palm empty fruit bunches.," *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 523(1), hal. 4–10. doi:10.1088/1757-899X/523/1/012030.
- Nur Kartika, Y., Aisyah Lestari, N. and Nurmawati, A. (2021) 'Isolasi Alfa Sellulosa Dari Limbah Batang Tembakau Sebagai Bahan Baku Produksi Bioetanol', (2007), pp. 82–85.
- Putra, S.S.H. dan Nuraini, E. (2017) "Produksi Microcrystalline Cellulose (MCC) dari Limbah Serbuk Gergaji Kayu Sengon Melalui Proses Sonikasi dan Hidrotermal".
- Pratama, J.H. et al. (2019) 'Isolasi Mikroselulosa dari Limbah Eceng Gondok (*Eichornia crassipes*) dengan Metode Bleaching-Alkalinasi', *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, 15(2), p. 239.
- Park, S. et al. (2010) "Cellulose crystallinity index: Measurement techniques and their impact on interpreting cellulase performance," *Biotechnology for Biofuels*, 3, hal. 1–10. doi:10.1186/1754-6834-3-10.
- Ridho, M. and Sijabat, E.K. (2019) 'Perbandingan Penggunaan Natrium Perkarbonat, Hidrogen Peroksida, Hipoklorit, dan Xilanase terhadap Sifat Optik Deinked Pulp', *Jurnal Selulosa*, 9(02), p. 97.
- Segal, L. et al. (1959) "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer," *Textile Research Journal*, 29(10), hal. 786–794. doi:10.1177/004051755902901003.
- Shi, S. et al. (2018) "Extraction and characterization of microcrystalline cellulose from waste cotton fabrics via hydrothermal method," *Waste Management*, 82, hal. 139–146. doi:10.1016/j.wasman.2018.10.023.
- Singh, H.K. et al. (2020) "Isolation of microcrystalline cellulose from corn stover with emphasis on its constituents: Corn cover and corn cob," *Materials*

- Today: Proceedings, 27(xxxx), hal. 589–594.
doi:10.1016/j.matpr.2019.12.065.
- Supranto, S., Tawfieurrahman, A. dan Yunanto, D.E. (2015) “Sugarcane bagasse conversion to high refined cellulose using nitric acid, sodium hydroxide and hydrogen peroxide as the delignificating agents,” *Journal of Engineering Science and Technology*, 10, hal. 35–46.
- Suprihatin, Yuni Nur Kartika, Nur Aisyah Lestari dan Ardika Nurmawati. (2021). ‘Isolasi Alfa Sellulosa dari Limbah Batang Tembakau sebagai Bahan Baku Produksi Bioetanol’ Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Pembangunan Nasional.
- Tang, S. et al. (2023) “Extraction and Surface Functionalization of Cellulose Nanocrystals from Sugarcane Bagasse,” *Molecules*, 28(14). doi:10.3390/molecules28145444.
- Terinte, N., Ibbett, R., Schuster, K.C. (2011) “Overview on native cellulose microcrystalline cellulose I structure studied by X-ray diffraction (WAXD): Comparison between measurement techniques,” *Lenzinger Berichte*, 89, hal. 118–131.
- Thiangtham, S., Runt, J. and Manuspiya, H. (2019) ‘Sulfonation of dialdehyde cellulose extracted from sugarcane bagasse for synergistically enhanced water solubility’, *Carbohydrate Polymers*, 208(December 2018), pp. 314–322.
- Trache, D. et al. (2016) ‘Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review’, *International Journal of Biological Macromolecules*, 93, pp. 789–804.
- Ventura-Cruz, S. and Tecante, A. (2021) ‘Nanocellulose and microcrystalline cellulose from agricultural waste: Review on isolation and application as reinforcement in polymeric matrices’, *Food Hydrocolloids*, 118(December 2020), p. 106771.
- Wicaksono, Y. dan Syifa’, N. (2008) “Pengembangan Pati Singkong-Avicel PH 101 Menjadi Bahan Pengisi Co-Process Tablet Cetak Langsung,” *Majalah Farmasi Indonesia*, 19(4), hal. 165–171.

- Wulandari, W.T., Rochliadi, A. dan Arcana, I.M. (2016) "Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse," IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 107(1). doi:10.1088/1757-899X/107/1/012045.
- Yohana Chaerunisaa, A., Sriwidodo, S. dan Abdassah, M. (2020) "Microcrystalline Cellulose as Pharmaceutical Excipient," Pharmaceutical Formulation Design - Recent Practices [Preprint]. doi:10.5772/intechopen.88092.
- Zhang, J. et al. (1993) "Solvent effect on carboxymethylation of cellulose," Journal of Applied Polymer Science, 49(4), hal. 741–746. doi:10.1002/app.1993.070490420.
- Zhao, T. et al. (2018) "Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) from tea waste," Carbohydrate Polymers, 184(September 2017), hal. 164–170. doi:10.1016/j.carbpol.2017.12.024.

LAMPIRAN

LAMPIRAN A : PERHITUNGAN

1. Pembuatan Larutan

- Larutan 5% HNO₃ Pada Proses Pre-treatment

$$K_1 V_1 = K_2 V_2$$

$$\text{Volume HNO}_3 \text{ 5\%} = \frac{1000 \text{ ml} \times 5\%}{70\%} = 71 \text{ ml}$$

Maka untuk menghasilkan 5% HNO₃ pada 1000 ml, diperlukan larutan HNO₃ 70% sebanyak 71 ml.

- Larutan 5% H₂SO₄

$$K_1 V_1 = K_2 V_2$$

$$\text{Volume H}_2\text{SO}_4 \text{ 5\%} = \frac{1000 \text{ ml} \times 5\%}{96\%} = 52 \text{ ml}$$

Maka untuk menghasilkan 5% H₂SO₄ pada 1000 ml, diperlukan larutan H₂SO₄ 96% sebanyak 52 ml

- Larutan NaOH 2N Untuk Proses Delignifikasi

$$\text{Massa NaOH} = \frac{\text{Normalitas} \times \text{Bm} \times 1000}{\text{Volume} \times a}$$

$$\text{Massa NaOH} = \frac{2N \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{ml}} \times 1000 \text{ ml}}{1000 \times 1} = 80 \text{ gram}$$

Maka untuk membuat larutan NaOH 2N 1000 ml memerlukan massa NaOH sebesar 80 gram

- Larutan NaClO 1% Untuk Proses *Bleaching*

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$\text{Volume NaClO} = \frac{400 \text{ ml} \times 1\%}{5,8\%} = 69 \text{ ml}$$

Maka Untuk membuat larutan NaClO dengan konsentrasi 1% dalam 400 ml aquades perlu 69 ml NaClO 5,8%

- Mencari molaritas awal larutan HCl

Konsentrasi HCl mula-mula sebesar 37%

$$M_0 = \frac{p \times \% \times 1000 \text{ ml}}{\text{Bm}} = \frac{1,18 \frac{\text{kg}}{\text{l}} \times 37\% \times 1000 \text{ ml}}{36,5 \text{ gr/mol}} = 12 \text{ M}$$

Maka Larutan asam klorida 37% sebanding dengan konsentrasi 12 M

- Larutan HCl 2 Molar

$$\text{Volume HCl} = \frac{200 \text{ ml} * 2 \text{ Molar}}{12 \text{ molar}} = 33 \text{ ml}$$

Maka untuk membuat konsentrasi larutan HCl sebesar 2 Molar dengan volume 200 ml, memerlukan volume HCl 12 Molar sebesar 33 ml

- Larutan HCl 3 Molar

$$\text{Volume HCl} = \frac{200 \text{ ml} * 3 \text{ Molar}}{12 \text{ molar}} = 50 \text{ ml}$$

Maka untuk membuat konsentrasi larutan HCl sebesar 3 Molar dengan volume 200 ml, memerlukan volume HCl 12 Molar sebesar 50 ml

- Larutan HCl 4 Molar

$$\text{Volume HCl} = \frac{200 \text{ ml} * 4 \text{ Molar}}{12 \text{ molar}} = 67 \text{ ml}$$

Maka untuk membuat konsentrasi larutan HCl sebesar 4 Molar dengan volume 200 ml, memerlukan volume HCl 12 Molar sebesar 67 ml

- Larutan HCl 5 Molar

$$\text{Volume HCl} = \frac{200 \text{ ml} * 5 \text{ Molar}}{12 \text{ molar}} = 83 \text{ ml}$$

Maka untuk membuat konsentrasi larutan HCl sebesar 5 Molar dengan volume 200 ml, memerlukan volume HCl 12 Molar sebesar 83 ml

2. Perhitungan Yield Alfa-selulosa Terhadap Bahan Baku

- Yield Alfa Selulosa Variasi Pretreatment Larutan HNO₃ 5%

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat Alfa selulosa}}{\text{Berat Amps tebu}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{12,8 \text{ gram}}{50 \text{ gram}} \times 100\% = 25,6 \%$$

- Yield Alfa Selulosa Variasi Pretreatment Larutan H₂SO₄ 5%

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat Alfa selulosa}}{\text{Berat Amps tebu}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{15 \text{ gram}}{50 \text{ gram}} \times 100\% = 30 \%$$

3. Perhitungan Yield Mikrokrystalin Selulosa Terhadap Berat Alfa Selulosa

- Yield Mikrokrystalin Selulosa Variasi Konsentrasi HCl 2 M

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat MCC}}{\text{Alfa Selulosa}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{8,6 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100\% = 86 \%$$

- Yield Mikrokrystalin Selulosa Variasi Konsentrasi HCl 3 M

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat MCC}}{\text{Alfa Selulosa}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{7,488 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100\% = 74,88 \%$$

- Yield Mikrokrystalin Selulosa Variasi Konsentrasi HCl 4 M

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat MCC}}{\text{Alfa Selulosa}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{7,3 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100\% = 73 \%$$

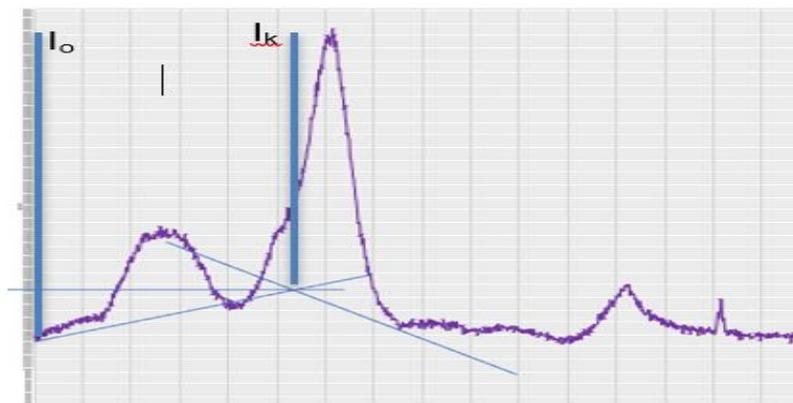
- Yield Mikrokrystalin Selulosa Variasi Konsentrasi HCl 5 M

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{Berat MCC}}{\text{Alfa Selulosa}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Yield} = \frac{6,88 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100\% = 68,8 \%$$

4. Perhitungan Derajat Kristalinitas Mikrokrystalin Selulosa

- Mikrokrystalin Selulosa Variasi Konsentrasi 2M



Gambar 1. Grafik XRD MCC 2M

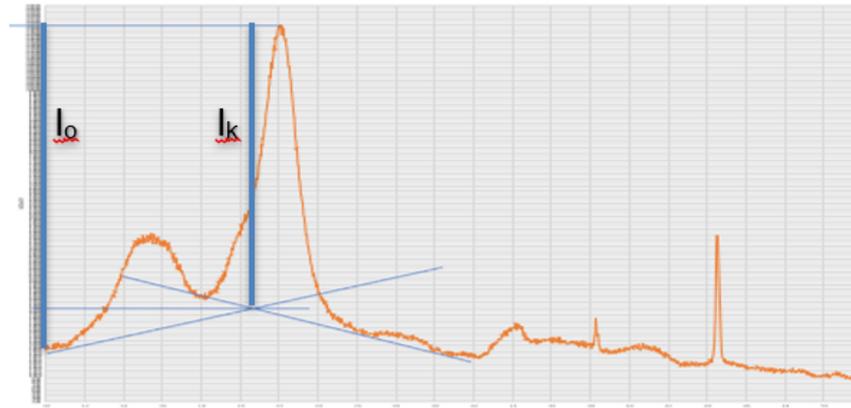
Dari grafik diatas didapat nilai $I_k = 5900$ dan $I_o = 7100$, maka nilai derajat kristalinitas dari MCC 2 M dapat dihitung dengan persamaan berikut

:

$$CrI = n \frac{I_k}{I_o} \times 100\%, n = 0,75$$

$$CrI = 0,75 \times \frac{5982,9}{7100} * 100\% = 63,2\%$$

- Mikrokristalin Selulosa Variasi Konsentrasi 3 M



Gambar 2. Grafik XRD MCC 3 M

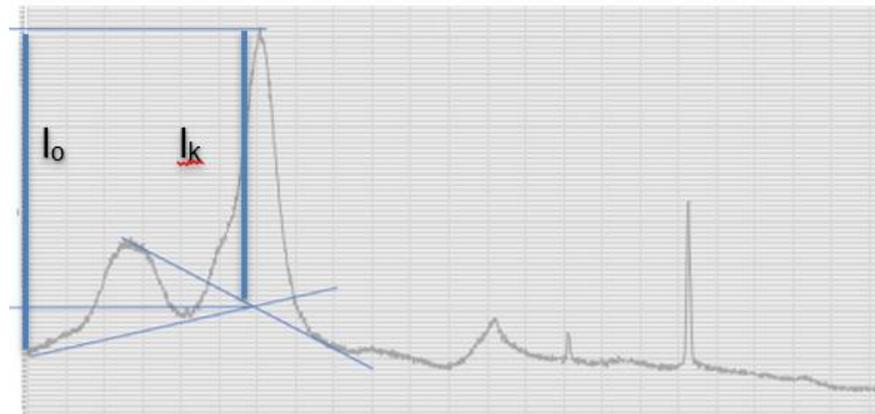
Dari grafik diatas didapat nilai $I_k = 8860$ dan $I_o = 10160$, maka nilai derajat kristalinitas dari MCC 2 M dapat dihitung dengan persamaan berikut

:

$$CrI = n \frac{I_k}{I_o} \times 100\%, n = 0,75$$

$$CrI = 0,75 \times \frac{8860}{10160} * 100\% = 65,4\%$$

- Mikrokristalin Selulosa Variasi Konsentrasi 4 M



Gambar 3. Grafik XRD MCC 4 M

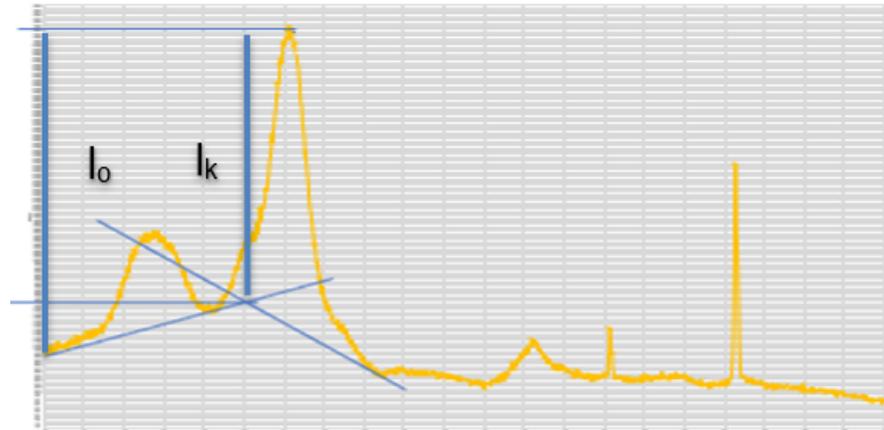
Dari grafik diatas didapat nilai $I_k = 8301,9$ dan $I_o = 9700$, maka nilai derajat kristalinitas dari MCC 2 M dapat dihitung dengan persamaan berikut

:

$$CrI = n \frac{I_k}{I_o} \times 100\%, n = 0,75$$

$$CrI = 0,75 \times \frac{8301,9}{9700} * 100\% = 64,19\%$$

- Mikrokrystalin Selulosa Variasi Konsentrasi 5 M



Gambar 4. Grafik XRD MCC 5 M

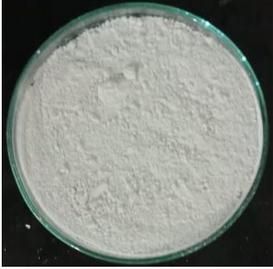
Dari grafik diatas didapat nilai $I_k = 6382$ dan $I_o = 7500$, maka nilai derajat kristalinitas dari MCC 2 M dapat dihitung dengan persamaan berikut :

$$CrI = n \frac{I_k}{I_o} \times 100\%, n = 0,75$$

$$CrI = 0,75 \times \frac{6382}{7500} * 100\% = 63,8\%$$

LAMPIRAN B : DOKUMENTASI

		
Proses Pembuatan Larutan	Proses Pencucian Sampel	Sampel Setelah Proses Delignifikasi
		
Sampel pre hidrolisis asam nitrat	Sampel setelah proses pre hidrolisis asam	Sampel setelah proses delignifikasi as.nitrat
		
Sampel setelah proses delignifikasi as. sulfat	Sampel As.Nitrat setelah bleaching	Sampel As.Sulfat setelah bleaching

 <p>MCC HNO₃ 5%</p>	 <p>MCC 3M</p>	 <p>MCC 5M</p>
 <p>MCC 2M</p>	 <p>MCC 4M</p>	 <p>Proses Penimbangan Sampel</p>

LAMPIRAN C : HASIL UJI

Uji SEM

