

ISOLATION OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM MEDANG WOOD (*Neolitsea latifolia*)

Sunardi^{1,3)*}, Amelia Lestari¹⁾, Ahmad Budi Junaidi¹⁾, Wiwin Tyas Istikowati²⁾

¹⁾Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Science
Lambung Mangkurat University, Banjarbaru 70714, Indonesia

²⁾Faculty of Forestry, Lambung Mangkurat University, Banjarbaru 70714, Indonesia

³⁾Wetland-Based Materials Research Group, Lambung Mangkurat University
Banjarbaru 70714, Indonesia

* E-mail corresponding author: sunardi@ulm.ac.id

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Article history:	Research on the effect of the use of HCl concentrations in the hydrolysis process of cellulose from medang wood (<i>Neolitsea latifolia</i>) on the characteristics of microcrystalline cellulose has been studied. The purpose of this study was to determine the effect of HCl concentration on the characteristics of microcrystalline cellulose. The analysis carried out included yield, pH, color, functional group characterization using FTIR and crystallinity index using XRD. The hydrolysis process was carried out at 105 °C for 15 minutes with variations in HCl concentrations of 1.5 N, 2.5 N and 3.5 N. Based on the results of the research conducted, the results showed that the use of variations in the concentration of HCl in the hydrolysis process affected the yield, color, TCI (Total Crystallinity Index) value of FTIR data and crystallinity index of XRD data. The yield of microcrystalline cellulose produced from each variation of concentration was 64.41, 61.94 and 53.99. The color of microcrystalline cellulose is getting darker as the concentration of HCl is used. Based on FTIR data, the TCI value of microcrystalline cellulose from each variation of concentration was 0.861%, 0.907% and 0.976%. XRD data shows an increase in crystallinity index produced from each variation in concentration on microcrystalline cellulose amounted to 80.52%, 82.17% and 83.49%.
Received: 10-05-2019	
Received in revised form: 24-05-2019	
Accepted: 12-07-2019	
Published: 11-10-2019	
Keywords:	
Microcrystalline cellulose	
HCl concentration	
Hydrolysis	
Medang wood	

ISOLASI MIKROKRISTAL SELULOSA DARI KAYU MEDANG (*Neolitsea latifolia*)

Abstrak- Penelitian tentang pengaruh penggunaan konsentrasi HCl pada proses hidrolisis selulosa dari kayu medang (*Neolitsea latifolia*) terhadap karakteristik mikrokristal selulosa telah dilakukan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh konsentrasi HCl terhadap karakteristik dari mikrokristal selulosa. Analisis yang dilakukan meliputi rendemen, pH, warna, karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR dan indeks kristalinitas menggunakan XRD. Proses hidrolisis dilakukan pada suhu 105 °C selama 15 menit dengan variasi konsentrasi HCl sebesar 1,5 N, 2,5 N dan 3,5 N. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, diperoleh hasil bahwa penggunaan variasi konsentrasi HCl pada proses hidrolisis berpengaruh terhadap rendemen, warna, nilai TCI (Total Crystallinity Index) dari data FTIR dan indeks kristalinitas dari data XRD. Rendemen dari mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari setiap variasi konsentrasi adalah sebesar 64,41%, 61,94% dan 53,99%. Warna dari mikrokristal selulosa yang dihasilkan semakin gelap seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan. Berdasarkan data FTIR diperoleh nilai TCI mikrokristal selulosa dari setiap variasi konsentrasi adalah sebesar 0,861, 0,907 dan 0,976. Data XRD menunjukkan adanya peningkatan indeks kristalinitas dari mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari setiap variasi konsentrasi berturut-turut sebesar 80,52%, 82,17% dan 83,49%.

Kata kunci : Mikrokristal selulosa, konsentrasi HCl, hidrolisis, kayu medang

PENDAHULUAN

Selulosa merupakan polimer alam yang ketersediaannya sangat berlimpah di permukaan bumi. Mikrokrystal selulosa merupakan salah satu turunan selulosa yang dapat dibuat dengan cara hidrolisis terkontrol α -selulosa (Rowe *et al.*, 2009). Mikrokrystal selulosa dapat dibuat dari berbagai macam serat alam, seperti kulit kacang (Ohwoavworhua *et al.*, 2009), ampas tebu (Zulharmita *et al.*, 2017), tandan kosong kelapa sawit (Xiang *et al.*, 2016), dan tempurung biji sagu (Naduparambath and Purushothaman, 2016). Mikrokrystal selulosa memiliki beberapa kelebihan yaitu memiliki sifat alir, biokompabilitas dan kemampuan pengikatan yang baik (Bolhuis and Anthony Armstrong, 2006) sehingga material ini telah digunakan secara luas di berbagai bidang industri, isalnya farmasi, kosmetik dan makanan (Naduparambath and Purushothaman, 2016).

Metode umum yang dapat digunakan untuk proses sintesis mikrokrystal selulosa dari selulosa adalah metode hidrolisis asam. Metode hidrolisis asam banyak digunakan karena waktu reaksi yang cukup singkat dibandingkan dengan metode lainnya (Trache *et al.*, 2016). Penelitian-penelitian terdahulu yang telah menggunakan metode hidrolisis asam untuk memperoleh mikrokrystal selulosa dari selulosa diantaranya adalah penelitian yang dilakukan oleh (Haafiz *et al.*, 2013, Naduparambath and Purushothaman, 2016, Xiang *et al.*, 2016) dengan menggunakan selulosa berbagai sumber alam. Asam yang digunakan untuk proses hidrolisis adalah asam klorida (HCl). Menurut (Kharismi and Suryadi, 2018) HCl digunakan karena memiliki reaktifitas yang sesuai untuk proses hidrolisis dibandingkan dengan asam sulfat. Konsentrasi asam klorida yang digunakan untuk proses hidrolisis dapat berkisar antara 1 N sampai dengan 4 N (Effendi *et al.*, 2018).

Kayu cepat tumbuh kurang dikenal adalah spesies kayu yang memiliki waktu pertumbuhan yang lebih cepat dan relatif singkat untuk panen (Adi *et al.*, 2014). Salah satu kayu cepat tumbuh kurang dikenal yang berasal dari Kalimantan Selatan adalah kayu medang (*Neolitsea latifolia*). Kayu medang memiliki ketersediaan yang sangat berlimpah dan tersebar secara alami di hutan sekunder Kalimantan Selatan. Menurut (Istikowati *et al.*, 2016) kandungan selulosa yang terdapat dalam kayu medang adalah sebesar 55%. Meskipun penelitian tentang isolasi mikrokrystal selulosa telah banyak dikaji, akan tetapi pemanfaatan kayu cepat tumbuh kurang dikenal sebagai bahan baku mikrokrystal selulosa masih jarang dilakukan. Pada penelitian ini dilakukan isolasi mikrokrystal selulosa dari kayu medang menggunakan metode hidrolisis

asam ada beberapa variasi untuk mengetahui pengaruh konsentrasi asam tersebut terhadap karakteristik dari mikrokrystal selulosa yang dihasilkan.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas laboratorium, seperangkat alat soxhlet, ayakan, oven, kertas saring, pengaduk magnetik, *waterbath*, *hotplate stirrer*, pompa vakum, termometer, kalorimeter, pH meter, neraca analitik, spektrofotometer FTIR dan spektrofotometer XRD. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kayu medang, aseton, etanol, toluena, NaClO_2 , NaOH , HCl , CH_3COOH dan akuades.

Prosedur Kerja

Preparasi Sampel

Sampel kayu medang yang akan digunakan dalam penelitian ini dikeringkan di udara terbuka selama 2-3 hari. Kayu medang yang telah kering dihaluskan dengan menggunakan mesin penggilingan dan diayak dengan saringan sehingga dipeoleh serbuk dengan ukuran 40-80 *mesh*.

Isolasi Selulosa

Delignifikasi

Sebanyak 2,5 gram serbuk sampel diekstrak dalam soxhlet menggunakan 120 mL campuran pelarut etanol dan toluena (2:1) selama 6 jam. Residu yang didapatkan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C sampai beratnya konstan. Ekstrak sampel yang dihasilkan dari proses ekstraksi ditimbang sebanyak 1,25 gram, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 200 mL dan ditambahkan dengan 75 mL akuades, kemudian ditambahkan dengan 0,1 mL CH_3COOH 10% dan 0,5 gram NaClO_2 dan dipanaskan dalam *waterbath* pada suhu 70°C selama 4 jam (penambahan NaClO_2 dilakukan 4 kali), kemudian disaring dan dicuci dengan 250 mL akuades dan 25 mL aseton. Residu (holoselulosa) dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C sampai didapatkan berat yang konstan.

Perlakuan alkali

Holoselulosa yang dihasilkan dari proses ditimbang sebanyak 0,5 gram dan dimasukkan ke dalam *beaker glass* 30 mL kemudian ditambahkan dengan 12,5 mL NaOH 17,5%. Sampel didiamkan selama 4 menit kemudian diaduk selama 5 menit, setelah 21 menit ditambahkan dengan 12,5 mL akuades dan didiamkan kembali selama 5 menit. Sampel disaring dan dicuci dengan 200 mL akuades. Residu yang didapatkan dicuci lagi dengan

20 mL CH₃COOH 10% dan didiamkan selama 5 menit. Residu (α -selulosa) dicuci kembali dengan menggunakan 500 mL akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C sampai didapatkan berat yang konstan.

Sintesis Mikrokrystal Selulosa

Sebanyak 0,5 gram α -selulosa dihidrolisis menggunakan 7,5 mL HCl dengan konsentrasi 1,5 N, 2,5 N dan 3,5 N dalam *beaker glass* pada suhu 105 °C selama 15 menit kemudian dituangkan ke dalam 25 mL air dingin kemudian diaduk dan didiamkan selama 1 malam. Mikrokrystal selulosa yang didapatkan kemudian disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C sampai didapatkan berat yang konstan.

Analisis Rendemen Mikrokrystal Selulosa

Rendemen mikrokrystal selulosa dihitung dengan menggunakan perbandingan antara berat mikrokrystal selulosa hasil dari proses hidrolisis dengan menggunakan konsentrasi asam yang bervariasi dibagi dengan berat bahan awal berupa α -selulosa dengan menggunakan perhitungan yang terdapat dalam persamaan (1) berikut:

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat residu}}{\text{Berat } \alpha\text{-selulosa}} \times 100\% \quad (1)$$

Analisis Warna Mikrokrystal Selulosa

Serbuk mikrokrystal selulosa yang diletakkan di atas plat kaca kemudian ditembakkan dengan menggunakan kolorimeter sehingga dihasilkan nilai CIELab: L^* , a^* dan b^* yang tertera pada layar. Nilai L^* menunjukkan warna gelap-terang, nilai a^* menunjukkan warna merah-hijau dan nilai b^* menunjukkan warna kuning-biru. Nilai L^* , a^* dan b^* yang dihasilkan dapat digunakan untuk menghitung perubahan warna total (ΔE) yang dihitung dengan menggunakan persamaan (2) (Jahed *et al.*, 2017):

$$\Delta E = [(L_{\text{standar}} - L_{\text{sampel}})^2 + (a_{\text{standar}} - a_{\text{sampel}})^2 + (b_{\text{standar}} - b_{\text{sampel}})^2]^{0.5} \quad (2)$$

Analisis pH Mikrokrystal Selulosa

Sebanyak 0,2 gram serbuk mikrokrystal selulosa dimasukkan ke dalam 10 mL akuades dan diaduk selama 5 menit. Alat pH meter dikalibrasi terlebih dahulu dengan menggunakan larutan *buffer* pH 4 dan 7, kemudian elektroda dari pH meter yang telah dikalibrasi dicelupkan ke dalam larutan sampel sampai diperoleh nilai yang stabil.

Analisis FTIR (Fourier Transform Infrared)

Analisis menggunakan FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada mikrokrystal selulosa hasil dari proses hidrolisis

dengan menggunakan konsentrasi asam yang bervariasi. Sampel dicampurkan dengan KBr dan dibuat dalam bentuk pelet. Analisis dilakukan pada daerah bilangan gelombang sekitar 500-4000 cm⁻¹. Spektra yang dihasilkan akan menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang tertentu.

Analisis Difraksi sinar-X

Analisis menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) dilakukan untuk mengetahui indeks kristalinitas dari mikrokrystal selulosa yang dihasilkan dari proses hidrolisis dengan menggunakan konsentrasi HCl yang bervariasi. Sampel dimasukkan pada plat plastik dan dioperasikan pada 40 kV dan 35 mA, kemudian dipindai melalui difraksi sudut (2θ) = 5-80°. Indeks kristalinitas (CrI) dihitung dengan menggunakan metode (Segal *et al.*, 1959) yang terdapat pada persamaan (3) berikut:

$$\text{CrI} = \frac{I(002) - I_{\text{am}}}{I(002)} \times 100\% \quad (3)$$

Analisis Statistik

Analisis statistik yang dilakukan adalah analisis variasi satu arah (*one-way ANOVA*) yang dilanjutkan dengan uji *Tukey*, sehingga akan dihasilkan nilai HSD (*Honestly Significant Difference*) yang digunakan untuk mengetahui perbedaan signifikan yang timbul diantara rerata. Analisis statistik dilakukan dengan menggunakan SPSS versi 20.0. Parameter yang dianalisis meliputi rendemen, warna dan pH.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Selulosa

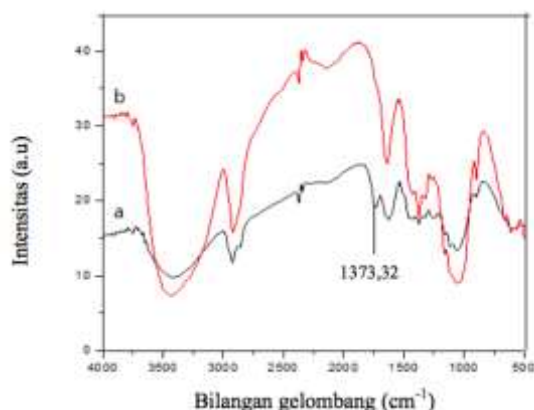
Proses isolasi selulosa terdiri dari beberapa tahapan, tahapan pertama yaitu ekstraksi sampel menggunakan ekstraktor soxhlet dengan pelarut etanol dan toluena. Tahapan ini bertujuan untuk melarutkan zat-zat ekstraktif yang terdapat dalam sampel, sehingga nantinya dapat diperoleh ekstrak sampel bebas zat ekstraktif. Zat-zat ekstraktif ini dapat berupa lemak, protein, lilin, terpen dan fenolik (Kharismi and Suryadi, 2018). Tahapan selanjutnya yaitu proses delignifikasi. Tahapan ini bertujuan untuk memperoleh holoselulosa dengan cara menghilangkan lignin yang terdapat dalam sampel. Lignin dapat dihilangkan dengan menggunakan bahan kimia pemutih seperti NaClO₂. Hal tersebut dikarenakan larutan NaClO₂ dapat menyebabkan degradasi rantai lignin yang panjang menjadi rantai-rantai yang lebih pendek yang mengakibatkan lignin dapat larut pada saat proses pencucian (Fengel and Wegener, 1995). Holoselulosa yang dihasilkan dari penelitian ini ditunjukkan pada gambar 1a.

Tahapan terakhir adalah perlakuan alkali terhadap holoselulosa yang dihasilkan dari proses delignifikasi. Tahapan ini bertujuan untuk menghilangkan hemiselulosa yang tersusun dalam selulosa, sehingga nantinya dapat diperoleh selulosa murni berupa α -selulosa. Hemiselulosa dapat dilarutkan dengan menggunakan larutan basa kuat seperti NaOH 17,5%. Hal tersebut dikarenakan hemiselulosa dapat larut dalam NaOH 17,5%, sedangkan α -selulosa tidak larut dalam NaOH 17,5% (Kharismi and Suryadi, 2018). *Alpha*-selulosa yang dihasilkan dari penelitian ini ditunjukkan pada gambar 1b.



Gambar 1. Holoselulosa (a) dan α -selulosa (b)

Analisis menggunakan spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada holoselulosa dan α -selulosa. Spektra FTIR yang dihasilkan menampilkan puncak yang menunjukkan adanya gugus fungsi tertentu pada daerah bilangan gelombang yang khas yang ditunjukkan pada gambar 2.



Gambar 2. Spektra FTIR holoselulosa (a) dan α -selulosa (b)

Spektra yang terdapat pada gambar 2 menunjukkan adanya puncak pada bilangan gelombang 1735,93 cm^{-1} pada holoselulosa, sedangkan pada α -selulosa tidak didapatkan adanya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1735,93 cm^{-1} . Adanya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1735 cm^{-1} menunjukkan regangan C=O yang terdiri dari ester (Kale *et al.*, 2018), aldehida, keton atau asam karboksilat dalam hemiselulosa

(Zhao *et al.*, 2018). Hal tersebut menunjukkan hilangnya komponen hemiselulosa pada α -selulosa. Hilangnya komponen non selulosa seperti hemiselulosa ini dapat disebabkan oleh proses perlakuan alkali menggunakan basa kuat seperti NaOH 17,5% (Liu *et al.*, 2018). Hal yang sama terdapat pada penelitian yang dilakukan (Trache *et al.*, 2014) dimana pada holoselulosa didapatkan adanya puncak pada bilangan gelombang 1732 cm^{-1} sedangkan pada α -selulosa tidak didapatkan adanya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1732 cm^{-1} .

Sintesis Mikrokristal Selulosa

Sintesis mikrokristal selulosa dilakukan dengan menghidrolisis α -selulosa dengan menggunakan variasi konsentrasi HCl sebesar 1,5 N, 2,5 N dan 3,5 N. Tujuan dari penggunaan variasi konsentrasi HCl ini adalah untuk mengetahui pengaruh perbedaan konsentrasi asam tersebut terhadap karakteristik dari mikrokristal selulosa yang dihasilkan. Mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari berbagai variasi konsentrasi HCl ditunjukkan pada gambar 3.



Gambar 3. Foto mikrokristal selulosa dengan konsentrasi HCl 1,5 N (a), 2,5 N (b) dan 3,5 N (c)

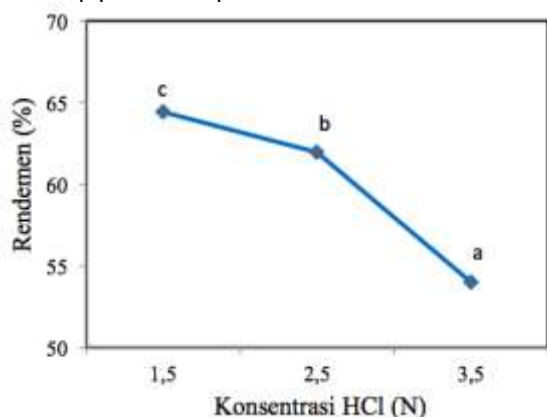
Rendemen Mikrokristal Selulosa

Rendemen mikrokristal selulosa yang dihasilkan pada penelitian ini ditunjukkan pada gambar 4, dimana dari data tersebut menunjukkan bahwa rendemen dari mikrokristal selulosa semakin rendah seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan. Menurut (Suratman, 2014) semakin besarnya konsentrasi asam yang digunakan pada saat proses hidrolisis menyebabkan pemotongan daerah amorf pada selulosa akan semakin besar, sehingga selulosa yang terhidrolisis menjadi serat-serat yang lebih kecil akan semakin banyak yang ditandai dengan adanya penurunan rendemen dari mikrokristal selulosa (Zhao *et al.*, 2018).

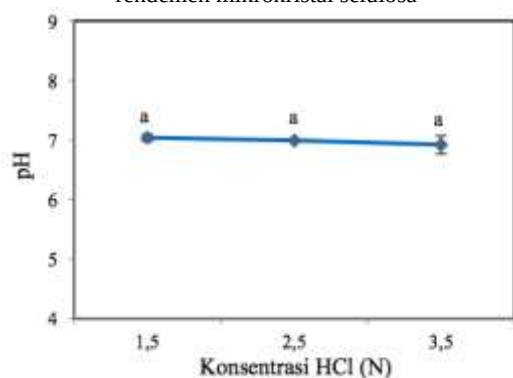
Analisis pH Mikrokristal Selulosa

Pengukuran pH digunakan untuk menentukan tingkat keasaman dari mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari proses hidrolisis dengan menggunakan konsentrasi asam yang bervariasi. Nilai pH mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari setiap variasi konsentrasi HCl ditunjukkan pada

gambar 8. Data yang terdapat pada gambar 5 menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi HCl tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap perubahan pH dari mikrokristal selulosa.



Gambar 4. Hubungan konsentrasi HCl terhadap rendemen mikrokristal selulosa



Gambar 5. Hubungan konsentrasi HCl terhadap pH mikrokristal selulosa

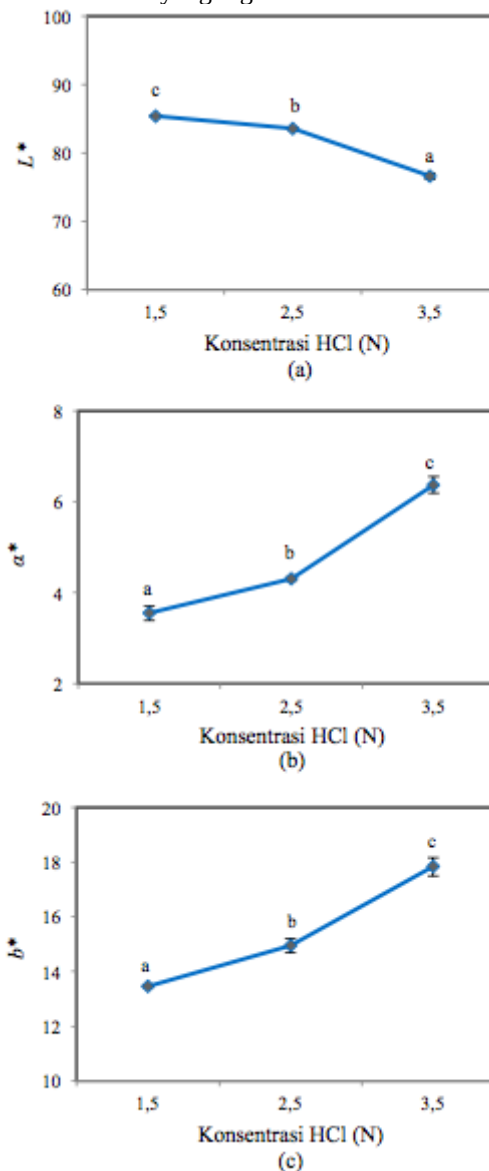
Analisis Warna Mikrokristal Selulosa

Pengukuran warna digunakan untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi konsentrasi HCl pada saat proses hidrolisis terhadap warna dari mikrokristal selulosa yang dihasilkan. Pengukuran warna dari mikrokristal selulosa dilakukan dengan menggunakan kolorimeter dengan sistem CIELab, yang hasilnya ditunjukkan pada gambar 6.

Data yang terdapat pada gambar 6 menunjukkan bahwa nilai L^* mengalami penurunan seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan, sedangkan nilai a^* dan b^* mengalami peningkatan yang signifikan seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan. Peningkatan nilai a^* dan b^* seiring dengan menurunnya nilai L^* menunjukkan bahwa mikrokristal selulosa yang dihasilkan semakin berwarna gelap (Pandey, 2005).

Berdasarkan nilai L^* , a^* dan b^* yang dihasilkan dari setiap variasi konsentrasi HCl dapat dihitung perubahan warna total (ΔE) mikrokristal selulosa dari berbagai variasi konsentrasi HCl yang

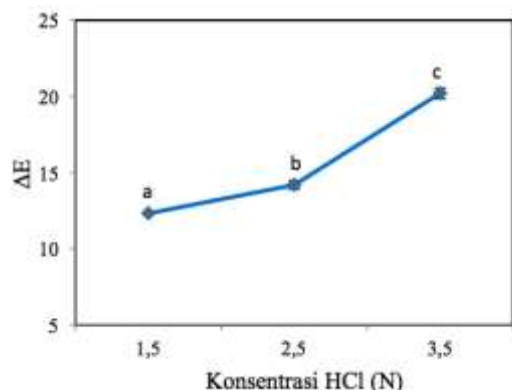
ditunjukkan pada gambar 7. Data yang terdapat pada gambar 7 menunjukkan bahwa penggunaan variasi konsentrasi HCl berpengaruh signifikan terhadap nilai ΔE , dimana nilai ΔE akan semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan.



Gambar 6. Hubungan konsentrasi HCl terhadap nilai L^* (a), a^* (b) dan b^* (c) mikrokristal selulosa

Analisis FTIR (Fourier Transform Infrared)

Analisis menggunakan spektrofotometer FTIR (Fourier Transform Infrared) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada α -selulosa dan mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari berbagai variasi konsentrasi HCl. Spektra FTIR dari α -selulosa dan mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari berbagai variasi konsentrasi HCl ditunjukkan pada gambar 8.

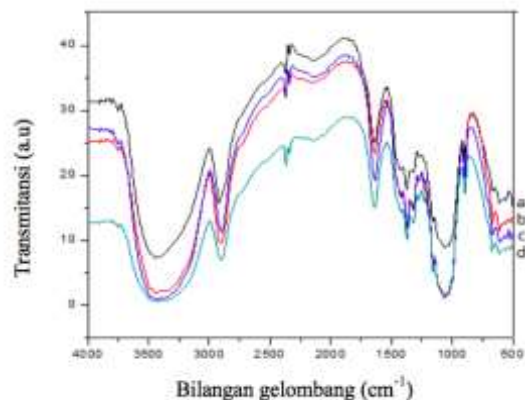


Gambar 7. Hubungan konsentrasi HCl terhadap perubahan warna total (ΔE) selulosa

Berdasarkan spectra FTIR yang terdapat pada gambar 8, pada kisaran bilangan gelombang 4000 cm^{-1} sampai dengan 500 cm^{-1} terdapat puncak pada bilangan gelombang 3441,01 cm^{-1} , 2924,09-2900,94 cm^{-1} , 1635,64 cm^{-1} , 1373,32 cm^{-1} , 1319,31 cm^{-1} , 1056,99-1033,85 cm^{-1} dan 894,97 cm^{-1} . Puncak sekitar 3400 cm^{-1} merupakan bilangan gelombang untuk regangan O-H pada selulosa (Liu *et al.*, 2018) yang menunjukkan adanya ikatan inter dan intra molekuler (Naduparambath and Purushothaman, 2016). Puncak pada bilangan gelombang sekitar 2921 cm^{-1} merupakan bilangan gelombang untuk regangan C-H pada selulosa (Naduparambath and Purushothaman, 2016). Pada puncak ini terjadi pergeseran bilangan gelombang, dimana pada α -selulosa terdapat puncak pada bilangan gelombang 2924,09 cm^{-1} , mikrokristal selulosa dengan menggunakan konsentrasi HCl 1,5 N terdapat puncak pada bilangan gelombang 2908,95 cm^{-1} dan mikrokristal selulosa dengan menggunakan konsentrasi HCl 2,5 N serta 3,5 N terdapat puncak pada bilangan gelombang 2900,94 cm^{-1} .

Menurut (Kian *et al.*, 2017) pergeseran pada bilangan gelombang ini menunjukkan daerah kristalin yang terbentuk semakin banyak. Adanya puncak pada bilangan gelombang sekitar 1632 cm^{-1} menunjukkan adanya molekul air yang terabsorpsi pada selulosa. Molekul air yang terabsorpsi pada selulosa ini dapat menyebabkan proses pengeringan sampel sebelum analisis FTIR tidak terlalu berpengaruh (Xiang *et al.*, 2016). Puncak pada bilangan gelombang sekitar 1374 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekukan C-H pada selulosa (Liu *et al.*, 2018). Puncak pada bilangan gelombang sekitar 1318 cm^{-1} menunjukkan adanya tekukan O-H pada (Naduparambath and Purushothaman, 2016). Puncak pada bilangan gelombang sekitar 1059 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi C-O-C dari kerangka cincin piranosa (Liu *et al.*, 2018), dimana pada bilangan gelombang ini terjadi pergeseran dari 1056,99 cm^{-1} untuk α -

selulosa dan 1033,85 cm^{-1} untuk mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari variasi konsentrasi HCl. Menurut (Colom *et al.*, 2003) adanya penurunan pada bilangan gelombang ini menunjukkan kristalinitas yang tinggi pada selulosa I. Puncak pada bilangan gelombang sekitar 894,97 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ikatan β -glikosidik pada selulosa (Kian *et al.*, 2017).



Gambar 8. Spektra FTIR α -selulosa (a), mikrokristal selulosa dengan konsentrasi HCl 1,5 N (b), 2,5 N (c) dan 3,5 N (d)

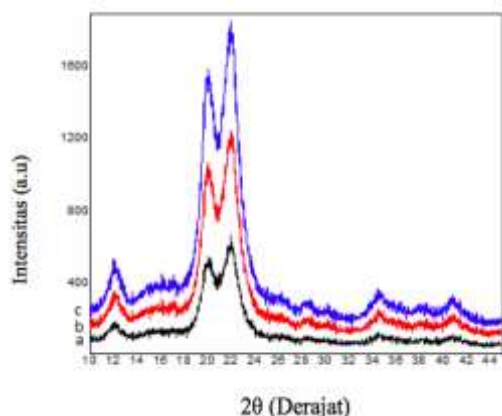
Tabel 1. Nilai TCI (Total Crystallinity Index)

Konsentrasi HCl (N)	TCI (A_{1375}/A_{2900})
1,5	0,861
2,5	0,907
3,5	0,976

Nilai TCI (Total Crystallinity Index) mikrokristal selulosa berdasarkan data FTIR ditunjukkan pada tabel 1. Berdasarkan data tersebut menunjukkan nilai TCI dari mikrokristal selulosa mengalami peningkatan seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan. Hal tersebut menunjukkan adanya peningkatan indeks kristalinitas dari mikrokristal selulosa. Peningkatan indeks kristalinitas tersebut dapat disebabkan oleh semakin banyaknya daerah amorf yang terhidrolisis seiring dengan semakin besarnya konsentrasi asam yang digunakan pada saat proses hidrolisis (Suratman, 2014), sehingga indeks kristalinitas dari mikrokristal selulosa semakin meningkat.

Analisis Difraksi sinarX

Analisis menggunakan XRD (X-Ray Diffraction) digunakan untuk mengetahui perubahan indeks kristalinitas dari mikrokristal selulosa akibat penggunaan konsentrasi HCl yang bervariasi pada saat proses hidrolisis. Difraktogram yang dihasilkan menampilkan intensitas pada sudut tertentu yang ditunjukkan pada gambar 9.



Gambar 9. Difraktogram XRD mikrokrystal selulosa dengan konsentrasi HCl 1,5 N (a), 2,5 N (b) dan 3,5 N (c)

Berdasarkan data difraktogram XRD yang ditunjukkan pada gambar 9 dari mikrokrystal selulosa yang dihasilkan dari proses hidrolisis dengan menggunakan konsentrasi HCl 1,5 N, 2,5 N dan 3,5 N menunjukkan adanya puncak pada sudut sekitar $2\theta = 12^\circ$, 20° dan 22° . Sudut sekitar $2\theta = 12^\circ$ merupakan sudut untuk daerah amorf, sedangkan sudut pada daerah sekitar $2\theta = 20^\circ$ - 22° merupakan sudut untuk daerah kristalin, dimana pada sudut sekitar $2\theta = 20^\circ$ merupakan tipe dari selulosa, sedangkan pada sudut sekitar $2\theta = 22^\circ$ merupakan tipe dari selulosa I.

Tabel 2. Indeks kristalinitas mikrokrystal selulosa

Konsentrasi HCl (N)	Cr (%)
1,5	80,52
2,5	82,17
3,5	83,49

Indeks kristalinitas mikrokrystal selulosa yang dihasilkan dari data XRD ditunjukkan pada tabel 2., dimana dari data tersebut menunjukkan adanya peningkatan indeks kristalinitas seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan (seperti yang didiskusikan pada subab FTIR). Peningkatan indeks kristalinitas tersebut dapat disebabkan oleh proses hidrolisis dengan menggunakan asam, dimana ion hidronium dari asam akan memotong ikatan glikosidik yang berada diantara 2 unit glukosa pada daerah amorf (Kale *et al.*, 2018). Pemotongan ikatan glikosidik tersebut akan semakin meningkat seiring dengan besarnya konsentrasi asam yang digunakan pada saat proses hidrolisis (Suratman, 2014) sehingga indeks kristalinitas selulosa I ataupun selulosa II mengalami peningkatan seiring dengan besarnya konsentrasi HCl yang digunakan.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan maka dapat ditarik kesimpulan bahwa hidrolisis dengan menggunakan konsentrasi HCl yang berbeda berpengaruh signifikan terhadap rendemen, warna, TCI (*Total Crystallinity Index*) dan indeks kristalinitas dari mikrokrystal selulosa. Rendemen dari mikrokrystal selulosa semakin rendah seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan, dimana rendemen yang dihasilkan seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl berturut-turut adalah sebesar 64,41%, 61,94% dan 53,99%. Warna dari mikrokrystal selulosa semakin gelap seiring dengan meningkatnya konsentrasi HCl yang digunakan. Berdasarkan data FTIR diperoleh nilai TCI mikrokrystal selulosa dari setiap variasi konsentrasi adalah sebesar 0,861, 0,907 dan 0,976. Data XRD menunjukkan adanya peningkatan indeks kristalinitas dari mikrokrystal selulosa yang dihasilkan dari setiap variasi konsentrasi berturut-turut sebesar 80,52%, 82,17% dan 83,49%.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Laboratorium Kimia Biomaterial Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lambung Mangkurat yang telah memberikan fasilitas penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- ADI, D. S., RISANTO, L., DAMAYANTI, R., RULLYATI, S., DEWI, L. M., SUSANTI, R., DWIANTO, W., HERMIATI, E. & WATANABE, T. 2014. Exploration of Unutilized Fast Growing Wood Species from Secondary Forest in Central Kalimantan: Study on the Fiber Characteristic and Wood Density. *Procedia Environmental Sciences*, 20, 321-327.
- BOLHUIS, G. K. & ANTHONY ARMSTRONG, N. 2006. Excipients for Direct Compaction—an Update. *Pharmaceutical Development and Technology*, 11, 111-124.
- COLOM, X., CARRILLO, F., NOGUÉS, F. & GARRIGA, P. 2003. Structural Analysis of Photodegraded Wood by Means of FTIR Spectroscopy. *Polymer Degradation and Stability*, 80, 543-549.
- EFFENDI, F., ELVIA, R. & AMIR, H. 2018. Preparasi Dan Karakterisasi Mikrokrystalin Selulosa (MCC) Berbahan Baku Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). *Alotrop*, 2, 52-57.

- FENGEL, D. & WEGENER, G. 1995. Kayu: Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-Reaksi. Diterjemahkan oleh Sastrohamidjojo, H. Terjemahan dari: Wood: Chemical, Ultrastructure. *Reactions. Gadjah Mada University Press, Yogyakarta*.
- HAAFIZ, M. M., EICHHORN, S., HASSAN, A. & JAWAID, M. 2013. Isolation and Characterization of Microcrystalline Cellulose from Oil Palm Biomass Residue. *Carbohydrate Polymers*, 93, 628-634.
- ISTIKOWATI, W. T., AISO, H., SUNARDI, SUTIYA, B., ISHIGURI, F., OHSHIMA, J., IIZUKA, K. & YOKOTA, S. 2016. Wood, Chemical, and Pulp Properties of Woods from Less-Utilized Fast-Growing Tree Species Found in Naturally Regenerated Secondary Forest in South Kalimantan, Indonesia. *Journal of Wood Chemistry and Technology*, 36, 250-258.
- JAHEID, E., KHALEDABAD, M. A., BARI, M. R. & ALMASI, H. 2017. Effect of Cellulose and Lignocellulose Nanofibers on the Properties of *Origanum Vulgare* Ssp. Gracile Essential Oil-Loaded Chitosan Films. *Reactive and Functional Polymers*, 117, 70-80.
- KALE, R. D., BANSAL, P. S. & GORADE, V. G. 2018. Extraction of Microcrystalline Cellulose from Cotton Sliver and Its Comparison with Commercial Microcrystalline Cellulose. *Journal of Polymers and the Environment*, 26, 355-364.
- KHARISMI, R. R. A. Y. & SURYADI, H. 2018. Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose Produced from Betung Bamboo (*Dendrocalamus asper*) through Acid Hydrolysis. *Journal of Young Pharmacists*, 10, S79.
- KIAN, L. K., JAWAID, M., ARIFFIN, H. & ALOTHMAN, O. Y. 2017. Isolation and Characterization of Microcrystalline Cellulose from Roselle Fibers. *International Journal of Biological Macromolecules*, 103, 931-940.
- LIU, Y., LIU, A., IBRAHIM, S. A., YANG, H. & HUANG, W. 2018. Isolation and Characterization of Microcrystalline Cellulose from Pomelo Peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 111, 717-721.
- NADUPARAMBATH, S. & PURUSHOTHAMAN, E. 2016. Sago Seed Shell: Determination of the Composition and Isolation of Microcrystalline Cellulose (MCC). *Cellulose*, 23, 1803-1812.
- OHWOAVWORHUA, F. O., ADELAKUN, T. A. & OKHAMAFE, A. O. 2009. Processing Pharmaceutical Grade Microcrystalline Cellulose from Groundnut Husk: Extraction Methods and Characterization. *International Journal of Green Pharmacy (IJGP)*, 3, 97-104.
- PANDEY, K. K. 2005. Study of the Effect of Photo-Irradiation on the Surface Chemistry of Wood. *Polymer Degradation and Stability*, 90, 9-20.
- ROWE, R. C., SHESKEY, P. & QUINN, M. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, Libros Digitales-Pharmaceutical Press.
- SEGAL, L., CREELY, J., MARTIN JR, A. & CONRAD, C. 1959. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal*, 29, 786-794.
- SURATMAN, R. 2014. Pembuatan Mikrokristalin Selulosa Rotan Manau (*Calamus Manan* Sp.) serta Karakterisasinya. *Jurnal Selulosa*, 4, 89-96.
- TRACHE, D., DONNOT, A., KHIMECHE, K., BENELMIR, R. & BROSE, N. 2014. Physico-Chemical Properties and Thermal Stability of Microcrystalline Cellulose Isolated from Alfa Fibres. *Carbohydrate Polymers*, 104, 223-230.
- TRACHE, D., HUSSIN, M. H., CHUIN, C. T. H., SABAR, S., FAZITA, M. N., TAIWO, O. F., HASSAN, T. & HAAFIZ, M. M. 2016. Microcrystalline Cellulose: Isolation, Characterization and Bio-Composites Application—a Review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93, 789-804.
- XIANG, L. Y., MOHAMMED, M. A. P. & BAHARUDDIN, A. S. 2016. Characterisation of Microcrystalline Cellulose from Oil Palm Fibres for Food Applications. *Carbohydrate Polymers*, 148, 11-20.
- ZHAO, T., CHEN, Z., LIN, X., REN, Z., LI, B. & ZHANG, Y. 2018. Preparation and Characterization of Microcrystalline Cellulose (Mcc) from Tea Waste. *Carbohydrate Polymers*, 184, 164-170.
- ZULHARMITA, Z., DEWI, S. N. & MAHYUDDIN, M. 2017. Pembuatan Mikrokristalin Selulosa Dari Ampas Tebu (*Saccharum Officinarum* L.). *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*, 17, 158-163.