

Research Paper

Pengaruh Konsentrasi dan Variasi Zat Pemutih terhadap Preparasi Mikrokrystal Selulosa dari Batang Ubi Kayu

The Effect of Concentration and Variation of Bleaching Agents on The Preparation of Microcrystal Cellulose from Cassava Stem

Lia Lismeri*, Agita Amy Rizky, Azhar, Yuli Darni

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung, Jl. Prof. Dr. Ir. Sumantri Brojonegoro No. 1, Gedong Meneng, Kec. Rajabasa, Kota Bandar Lampung, Lampung 35141, Indonesia.

Artikel Histori : Submitted 13 June 2023, Revised 7 April 2024, Accepted 15 May 2024, Online 31 May 2024

 <https://doi.org/10.33096/jcpe.v9i1.81>

ABSTRAK: Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (BPS) tahun 2018 produksi ubi kayu di Provinsi Lampung sebanyak 6.683.758 ton. Dari tinggi batang ubi kayu, hanya 10% yang dimanfaatkan untuk di tanam kembali. Batang ubi kayu mempunyai kandungan selulosa sebesar 39,17% sehingga berpotensi menjadi sumber selulosa yang dapat dimanfaatkan untuk menghasilkan mikrokrystal selulosa sehingga meningkatkan nilai tambah pemanfaatan batang ubi kayu dan diharapkan dapat mengurangi jumlah limbah pertanian. Proses pembuatan mikrokrystal selulosa meliputi isolasi α -selulosa (delignifikasi dan *bleaching*) dan perlakuan hidrolisis asam. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui perubahan konsentrasi NaOCl dan H_2O_2 selama reduksi kadar lignin pada alfa-selulosa batang ubi kayu serta mengetahui karakteristik mikrokrystal selulosa batang ubi kayu, meliputi indeks kristalinitas dan ukuran partikel. Hasil penelitian menunjukkan bahwa perlakuan *bleaching* dengan pemutih NaOCl 4% v/v merupakan preparasi mikrokrystal terbaik. Variasi mikrokrystal selulosa ini memiliki kandungan selulosa hingga 78%, kristalinitas 80% dan volume partikel < 25% sebesar 26,30 μm . Oleh karena itu, peningkatan konsentrasi pemutih dapat meningkatkan kristalinitas dan memperkecil ukuran partikel mikrokrystalin selulosa.

Kata Kunci: Batang Ubi Kayu; *Bleaching*; Mikrokrystal Selulosa

ABSTRACT: Based on data from the Central Statistics Agency (BPS) in 2018, cassava production in Lampung Province was 6,683,758 tons. Only 10% of the cassava stem height is used for replanting. Cassava stems have a cellulose content of 39.17% which has the potential to be a source of cellulose which can be utilized in making cellulose microcrystals and increasing the added value of using cassava stems and is expected to reduce agricultural waste. The process of making cellulose microcrystals includes α -cellulose isolation (delignification and *bleaching*) and acid hydrolysis treatment. The aim of this research was to determine changes in NaOCl and H_2O_2 concentrations during the reduction of lignin content in cassava stem alpha-cellulose and to determine the characteristics of cassava cellulose microcrystals, including crystallinity index and particle size. The research results showed that *bleaching* treatment with 4% v/v NaOCl bleach was the best microcrystal preparation. This cellulose microcrystal variation has a cellulose content of up to 78%, crystallinity of 80% and a particle volume < 25% of 26.30 μm . Therefore, increasing the bleach concentration can increase the crystallinity and reduce the size of microcrystalline cellulose particles.

Keywords: Cassava Stems; *Bleaching*; Cellulosa Microcrystals

1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara agraris yang sebagian besar penduduknya bekerja di bidang pertanian. Salah satu hasil pertanian terbesar adalah ubi kayu (singkong). Pada tahun 2018, produksi ubi kayu di Indonesia sebanyak 19 juta ton menurut data badan pusat statistik (BPS). Namun di Provinsi Lampung, produksi ubi kayu sebanyak 6.683.758 ton. Sebagian besar ubinya digunakan untuk kebutuhan pangan dan produksi bioetanol. Dari tinggi batang ubi kayu, hanya 10% yang dimanfaatkan untuk di tanam kembali (bibit) [1].

Batang ubi kayu memiliki kandungan lignoselulosa yang relative tinggi, terdiri dari 39,17% selulosa, 36,06% lignin dan 20,24% hemiselulosa. Berdasarkan kandungan selulosanya, batang ubi kayu memiliki potensi sebagai sumber selulosa yang dapat digunakan dalam proses pembuatan mikrokrystal selulosa. Hal

Published by
Department of Chemical Engineering
Faculty of Industrial Technology
Universitas Muslim Indonesia, Makassar

Address

Jalan Urip Sumohardjo km. 05 (Kampus 2 UMI) Makassar- Sulawesi Selatan
e-mail : jcpe@umi.ac.id

Corresponding Author *
lia.lismeri@eng.unila.ac.id



ini dapat meningkatkan nilai tambah dalam pemanfaatan batang ubi kayu untuk menghasilkan produk akhir yang bernilai tinggi dan diharapkan dapat mengurangi limbah pertanian.

Selulosa alami yang diperoleh dari jenis biomassa ini dapat diubah menjadi bahan skala mikro dan nano, menghasilkan produk seperti selulosa mikrokristalin, selulosa mikrofibril atau selulosa mikrokristal [2][4] dengan sifat yang sangat baik sebagai penguat, sekaligus memungkinkan eksploitasi residu lignoselulosa yang lebih baik. Mikrokristal selulosa merupakan selulosa murni atau turunan selulosa dengan panjang sekitar 100-200 μm dan sifat kristalin dengan indeks kristalinitas sekitar 55-80% [5]. Mikrokristal selulosa banyak diminati dan dikembangkan karena mempunyai sifat mekanik, optik, kimia, reologi, *biodegradable* dan terbarukan [6][8]. Mikrokristal selulosa banyak digunakan dalam berbagai bidang seperti teknik biomedis, ilmu material, elektronika, bahan tambahan makanan, katalis, biokomposit, pengemasan dan lain-lain [9].

Berdasarkan penelitian yang berjudul preparasi dan karakterisasi mikrokristalin selulosa (MCC) berbahan baku tandan kosong kelapa sawit (TKKS). Pada penelitian ini delignifikasi menggunakan NaOH, pada *bleaching* dilakukan sebanyak dua kali dimana pada *bleaching* pertama menggunakan NaOCl dan *bleaching* kedua menggunakan H_2O_2 . Pada proses hidrolisis menggunakan HCl, MCC yang diperoleh memiliki ukuran 0,5281 μm dengan tingkat kristalinitas 86,79% [10]. Pada penelitian yang berjudul preparasi dan karakterisasi mikrokristalin selulosa dari limbah batang ubi kayu dengan memanfaatkan batang ubi kayu, hasil dari penelitian tersebut yaitu indeks kristalinitas 78,12% [1].

Pada penelitian ini, akan dilakukan ekstraksi serat selulosa dari batang ubi kayu. Proses dilakukan meliputi delignifikasi, *bleaching* dan hidrolisis asam. Dilakukan variasi konsentrasi zat pemutih (NaOCl) dan H_2O_2 pada proses *bleaching* untuk memperoleh tingkat kecerahan warna yang lebih baik pada mikrokristal selulosa serta tingkat kristalinitas lebih tinggi dan mikrokristal selulosa berukuran lebih kecil.

2. METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan yaitu serbuk batang ubi yang telah dikeringkan. Bahan kimia yang digunakan untuk ekstraksi yaitu, batang ubi kayu, akuades, NaOH (*Pudak Scientific* 98%), NaOCl (*OneMed* 5%), HCl (*Chemical Product* 35%-37%), H_2O_2 (*Bixxon Chemical* 50%). Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu, *hot plate* (*Thermo Scientific*), gelas beker (*Pyrex*), *drying oven* (*Memmert*), *freeze dryer* (*Labfreeze*).

2.1 Preparasi Sampel Bahan Baku

Batang ubi kayu yang diambil dari lahan perkebunan kemudian dicuci dan dicacah. Batang ubi kayu kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari selama ± 7 hari. Setelah kering, serat kayu dari batang ubi kayu digiling menjadi ukuran serbuk menggunakan mesin *hammer mill*. Serbuk halus tersebut kemudian diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 120 *mesh*. Kemudian, serbuk tersebut disimpan dalam tempat penyimpanan. Isolasi α -selulosa dilakukan dengan dua tahapan yaitu sebagai berikut:

a. Delignifikasi

Isolasi α -selulosa dilakukan dalam beberapa tahap. Tahapan awal yang dilakukan yaitu delignifikasi menggunakan NaOH. Serbuk batang ubi kayu di delignifikasi menggunakan NaOH 17,5% b/v dipanaskan pada suhu 90°C selama 3 jam dengan pengadukan terus-menerus, perbandingan antara sampel dan NaOH adalah 1:10 [11]. Pada tahap ini, terjadi pembentukan bubuk *pulp* selulosa dimana α -selulosa terisolasi sebagai residu. Serat tanaman kemudian dipisahkan kembali dari larutan melalui proses penyaringan dan pemerasan. *Pulp* yang dihasilkan dicuci beberapa kali hingga mencapai pH antara 6-7.

b. Bleaching

Hasil *Pulp* dari proses delignifikasi selanjutnya dilakukan proses *bleaching*. Proses ini dilakukan dengan merendam *pulp* dalam 1600 ml larutan NaOCl dengan variasi konsentrasi (2%, 3%, 4%) v/v. Kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 45 menit (diulangi hingga 2 kali). Kemudian, larutan tersebut disaring dan residu yang diperoleh dibilas secara berulang menggunakan air suling hingga tercapai pH netral.

Selanjutnya, *pulp* dikeringkan dalam *oven* pada suhu 50°C hingga mencapai berat konstan. Hal yang sama dilakukan menggunakan 1600 ml larutan H₂O₂ dengan variasi konsentrasi (2%, 3%, 4%) v/v kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 45 menit (diulangi hingga 2 kali). Setelah itu, larutan tersebut di saring dan residu yang diperoleh di bilas secara berulang menggunakan air suling hingga tercapai pH netral. Selanjutnya, *pulp* dikeringkan dalam *oven* pada suhu 50°C hingga mencapai berat konstan. *Pulp* kering yang dihasilkan disebut α -selulosa. Kemudian di analisi untuk mengetahui kandungan lignoselulosa.

2.2 Hidrolisis Asam

Alfa selulosa yang diperoleh selanjutnya dilakukan hidrolisis. Alfa selulosa selanjutnya ditambahkan larutan HCl 2,5 N (rasio 1:11) [11]. Kemudian campuran dididihkan pada suhu 105 °C selama 45 menit. Sampel hasil hidrolisis dicuci dengan air suling sampai pH larutan filtrat netral (pH≈7). Hasil yang diperoleh kemudian dikeringkan menggunakan *freeze dryer*. Hasil tersebut adalah mikrokristal selulosa. Kemudian mikrokristal selulosa dilakukan analisa kadar lignoselulosa, analisa XRD dan analisa *Particle Size Analyzer*.

2.3 Analisis Kadar Lignoselulosa

Menganalisa komponen lignoselulosa berupa kandungan lignin, selulosa dan hemiselulosa dapat menggunakan metode Chesson sebagai berikut [12]:

1. Sampel batang ubi kayu sebanyak 1 gram direfluks dengan 150 mL H₂O pada suhu 100°C selama 2 jam. Kemudian dimasukkan ke dalam *oven* pada suhu 105 °C dan dikeringkan hingga berat konstan.
2. Residu sampel yang telah kering direfluks kembali selama 2 jam pada suhu 100 °C dengan 150 mL larutan H₂SO₄ 0,5 M. kemudian dicuci dengan aquades hingga netral dan dikeringkan kembali hingga berat konstan.
3. Residu sampel yang telah kering direfluks selama 4 jam pada suhu kamar dengan 10 mL 72% (v/v) H₂SO₄, kemudian diencerkan dengan larutan H₂SO₄ 0,5 M dan direfluks kembali selama 2 jam pada suhu 100 °C.
4. Residu sampel yang telah kering kemudian diabukan dalam *furnace* pada suhu 575°C hingga berat konstan. Untuk menentukan kandungan komponen lignoselulosa dapat menggunakan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Hemiselulosa (\%)} = \frac{b-c}{a} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{Selulosa (\%)} = \frac{c-d}{a} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{Lignin (\%)} = \frac{d-e}{a} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

2.4 Analisis X-Ray Diffraction (X-RD)

Analisis *X-Ray Diffraction* dilakukan terhadap suatu produk untuk memperoleh persen derajat kristalinitas dan ukuran dari kristal. Derajat kristalinitas mempengaruhi sifat mekanik dan sifat fisika suatu polimer. Persamaan yang digunakan untuk memperoleh nilai derajat kristalinitas adalah [13]:

$$CI(\%) = \frac{I_c}{I_c + I_a} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

2.5 Analisis Particle Size Analyzer (PSA)

Plastic Size Analyzer (Particle Size Analyzer) adalah alat yang digunakan untuk mengidentifikasi penyebaran ukuran partikel berukuran micrometer hingga nanometer. Kondisi hasil pengukuran sampel yang diambil dapat diasumsikan sebagai representasi dari keseluruhan kondisi sampel [13].

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Pengaruh Variasi Konsentrasi Zat Pemutih NaOCl dan H₂O₂ terhadap Penurunan Kadar Lignin pada α -Selulosa dari Batang Ubi Kayu

Batang ubi kayu mengandung komponen yang terdiri dari selulosa 39,17%, hemiselulosa 20,24% dan lignin 36,06%. Sebanyak 80 gramserbuk batang ubi kayu di delignifikasi menggunakan NaOH 17,5% b/v selama 3 jam pada suhu 90°C. Tahap delignifikasi bertujuan untuk menguraikan polimer lignin yang terdapat dalam batang ubi kayu sehingga lignin akan larut bersama air [10][14]. Natrium hidroksida digunakan karena dapat masuk ke dalam serbuk batang ubi kayu dan memecah lignin sehingga lignin lebih larut, sehingga menurunkan kadar lignin. Perubahan yang terjadi sebelum dan setelah tahap delignifikasi dapat dilihat pada gambar dibawah ini:



Gambar 1. Serbuk Batang Ubi Sebelum di Isolasi dan tahap Delignifikasi

Pulp hasil tahap delignifikasi selanjutnya di proses di tahap *bleaching*. Pada tahap ini, zat pemutih yang digunakan yaitu NaOCl dan H₂O₂ dimana pada variasi konsentrasi yang digunakan yaitu 2%, 3%, dan 4% (v/v). Tahap *bleaching* digunakan untuk memutihkan *pulp* yang berwarna coklat dari tahap delignifikasi. Pada tahap *bleaching* terjadi perubahan warna yaitu menjadi lebih terang dan perubahan pada tekstur, yakni dari tekstur kasar menjadi halus [14]. *Pulp* yang sudah dinetralkan dengan aquades lalu di *bleaching* menggunakan NaOCl dan H₂O₂ dengan konsentrasi bervariasi 2%, 3%, dan 4% (v/v) pada suhu 80°C selama 45 menit diulangi sebanyak 2 kali. Gambar berikut menunjukkan hasil dari tahap *bleaching* yang dilakukan pada penelitian ini.

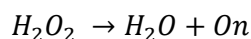


Gambar 2. Serbuk *Pulp* Kering Hasil *Bleaching* yang Menggunakan Zat Pemutih NaOCl Variasi Konsentrasi 2%,3% dan 4%.

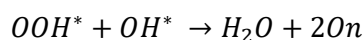
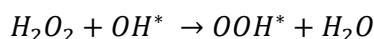
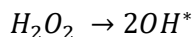


Gambar 3. Serbuk *Pulp* Kering Hasil *Bleaching* dengan Zat Pemutih H_2O_2 Variasi Konsentrasi 2%, 3% dan 4%.

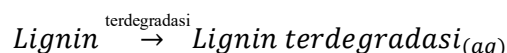
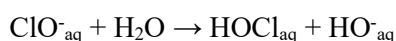
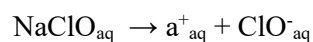
Pada tahap *bleaching* menggunakan H_2O_2 didapatkan selulosa berwarna kuning, hal ini terjadi dikarenakan kandungan lignin yang terdapat di dalam sampel masih mengikat selulosa. Pada proses *bleaching*, penggunaan pelarut H_2O_2 tidak menghasilkan pelarutan maksimal dari oksidasi lignin. Hidrogen peroksida mengoksidasi lignin sehingga menyebabkan *pulp* berwarna gelap [15]. Selama proses *bleaching* peroksida berlangsung, jumlah lignin dan selulosa mengalami penurunan jumlah. Pada tahap ini, hidrogen peroksida mula-mula akan terdegradasi sesuai dengan persamaan reaksi berikut [16]:



Mekanisme reaksi penguraian hidrogen peroksida adalah [16] :



Selama tahap pemutihan menggunakan zat pemutih NaOCl di dapatkan serbuk *pulp* kering berwarna putih. Hal ini terjadi karena pada saat proses *bleaching* berlangsung, lignin terdegradasi menjadi rantai-rantai pendek akibat larutan NaOCl sehingga mudah terlarut tersebut. Larutan NaOCl yang dilarutkan dalam air dapat menghasilkan HOCl yang berfungsi sebagai oksidator yang kuat. Zat ini mampu memutus ikatan lignoselulosa dan ikatan eter pada struktur lignin, sehingga meningkatkan derajat putihnya [17]. Akibatnya, selulosa yang semula berwarna coklat pekat kemudian berubah menjadi putih dan lignin lebih mudah larut dalam air. Saat pencucian dilakukan, air membawa sisa lignin dan hanya α -selulosa yang tersisa. Persamaan reaksi yang terjadi selama proses pemutihan menggunakan NaOCl terlihat pada reaksi berikut [17]:



Serbuk yang dihasilkan dari tahap *bleaching* lalu dilakukan uji karakteristik lignoselulosa. Pengujian lignoselulosa bertujuan untuk mengetahui pengaruh zat pemutih terhadap kadar lignin yang terkandung di dalam α -selulosa. Pada table di bawah ini merupakan data hasil pengujian lignoselulosa α -selulosa.

Tabel 1. Hasil Uji Kadar Lignin

Bahan	Lignoselulosa
	Lignin (%)
Bahan Baku	36,06
Bahan Baku + NaOCl 2%	29,65
Bahan Baku + NaOCl 3%	8,15
Bahan Baku + NaOCl 4%	7,94
Bahan Baku + H ₂ O ₂ 2%	29,80
Bahan Baku + H ₂ O ₂ 3%	26,71
Bahan Baku + H ₂ O ₂ 4%	26,07

Penurunan kadar lignin pada bahan baku sebelum proses *bleaching* dan setelah proses *bleaching* menggunakan NaOCl dengan variasi konsentrasi (2%,3%,4%) masing-masing sebesar 18%, 77%, 78%. Hal ini disebabkan semakin tinggi konsentrasi pelarut pemutihan, kerusakan lignin juga semakin besar sehingga tingkat kecerahan semakin meningkat. Sedangkan, Penurunan kadar lignin pada bahan baku sebelum proses *bleaching* dan setelah proses *bleaching* menggunakan H₂O₂ variasi konsentrasi (2%,3%,4%) masing-masing sebesar 17%, 26%, 28%. Semakin meningkat konsentrasi H₂O₂ yang digunakan, maka semakin rendah kandungan lignin pada serbuk batang ubi kayu hasil *bleaching*. Hal ini terjadi karena konsentrasi H₂O₂ yang lebih tinggi dapat meningkatkan kemampuan oksidasi H₂O₂, sehingga lebih banyak komponen hemiselulosa dan lignin yang terdegradasi.

3.2 Karakteristik Mikrokrystal Selulosa Berdasarkan Analisis Lignoselulosa, Analisis X-Ray Diffraction (X-RD) dan Analisis Particle Size Analyzer (PSA)

Perbedaan warna antara mikrokrystal selulosa menggunakan zat pemutih NaOCl dan H₂O₂. Penggunaan HCl guna untuk memecah sisa lignin pada serbuk batang ubi kayu. Selulosa yang diperlukan yaitu mikrokrystal selulosa dalam bentuk kristalin yang terdapat pada sel lignin, sehingga sel lignin perlu dirusak untuk mengisolasi mikrokrystal dari lignin [18]. Proses hidrolisis asam berfungsi memutuskan ikatan pada rantai selulosa pada daerah *amorf* [19]. Penurunan daerah *amorf* mengakibatkan peningkatan kristalinitas selulosa dan berbentuk mikrokrystal selulosa.

**Gambar 4.** Mikrokrystal Selulosa Menggunakan Zat Pemutih NaOCl Variasi 2%, 3% dan 4%.



Gambar 5. Mikrokrystal Selulosa Menggunakan Zat Pemutih H₂O₂ variasi Konsentrasi 2%, 3% dan 4%.

3.2.1 Analisis Lignoselulosa

Mikrokrystal selulosa kemudian dilakukan pengujian lignoselulosa, dimana pada pengujian ini dilakukan 2 bahan terbaik dari masing-masing zat pemutih. Mikrokrystal selulosa yang dilakukan pengujian lignoselulosa yaitu mikrokrystal selulosa menggunakan zat pemutih NaOCl 4% dan mikrokrystal selulosa menggunakan zat pemutih H₂O₂ 4%. Data hasil pengujian tersebut sebagai berikut.

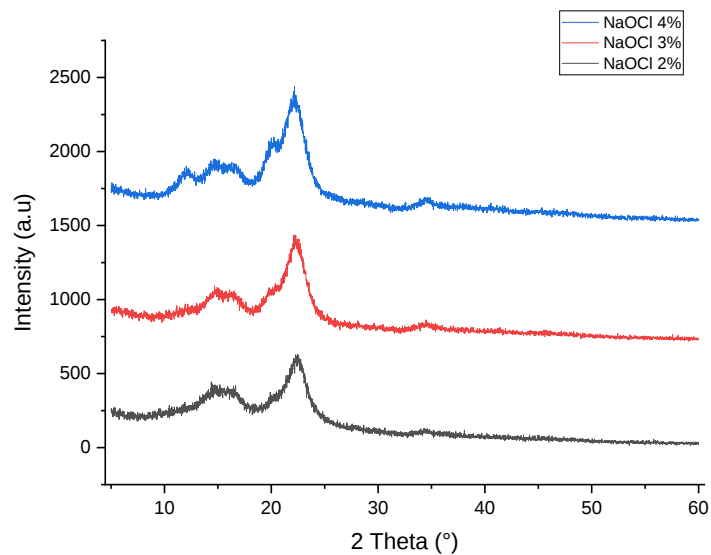
Tabel 2. Hasil Pengujian Lignoselulosa Mikrokrystal Selulosa

Bahan	Lignoselulosa		
	Hemiselulosa %	Selulosa %	Lignin %
mikrokrystal selulosa (NaOCl 4%)	2,25	80,13	1,16
mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 4%)	6,24	74,47	15,71

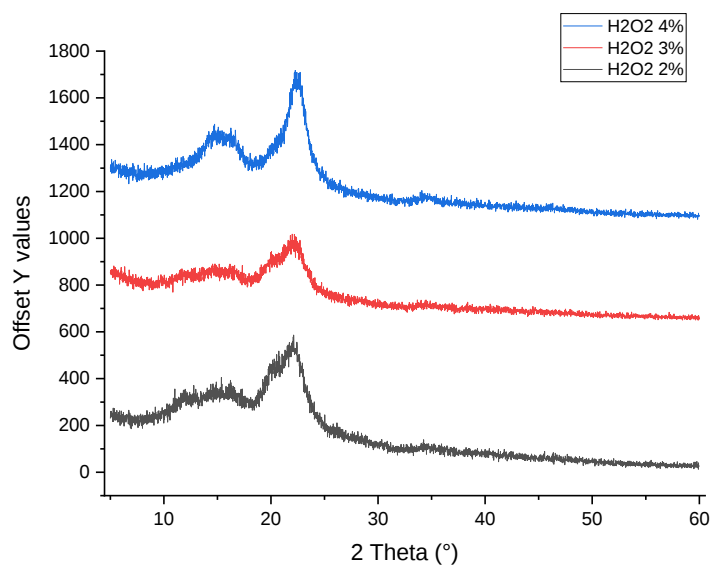
Berdasarkan data yang telah didapatkan, terjadi penurunan kadar lignin pada tahap hidrolisis. Semakin meningkat kadar alfa selulosa yang diperoleh, maka semakin meningkat pula tingkat kemurnian mikrokrystal selulosa. HCl digunakan untuk menghilangkan sisa lignin pada serbuk batang ubi kayu. Selama proses hidrolisis asam berlangsung, komponen penyusun dinding sel tumbuhan, seperti lignin dan hemiselulosa akan terlarut menyebabkan selulosa dapat terbebas dari lignin dan hemiselulosa. Mikrokrystal selulosa pada perlakuan *bleaching* menggunakan NaOCl didapatkan selulosa sebanyak 80,13% dan terjadi penurunan kadar lignin sehingga lignin yang tersisa sebanyak 1,16%. Mikrokrystal selulosa pada perlakuan *bleaching* menggunakan H₂O₂ didapatkan selulosa sebanyak 74,46% dan terjadi penurunan kadar lignin sehingga lignin didapatkan sebanyak 15,71%.

3.2.2 Analisis X-Ray Diffraction (X-RD)

Hasil dari pengujian XRD yang telah dilakukan pada sampel, data XRD kemudian diolah menggunakan aplikasi *origin pro* maka didapatkan grafik pada gambar di bawah ini.



Grafik 1. Perbandingan Pola Difraksi Mikrokrystal Selulosa Menggunakan Zat Meputih NaOCl Konsentrasi 2%, 3% dan 4%.



Grafik 2. Perbandingan Pola Difraksi Mikrokrystal Selulosa Menggunakan Zat Pemutih H₂O₂ Konsentrasi 2%, 3% dan 4%.

Tabel 3. Kristalinitas Mikrokrystal Selulosa

Bahan	Kristalinitas (%)
Mikrokrystal selulosa (NaOCl 2%)	70,5
Mikrokrystal selulosa (NaOCl 3%)	73,2
Mikrokrystal selulosa (NaOCl 4%)	80
Mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 2%)	67
Mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 3%)	74
Mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 4%)	78

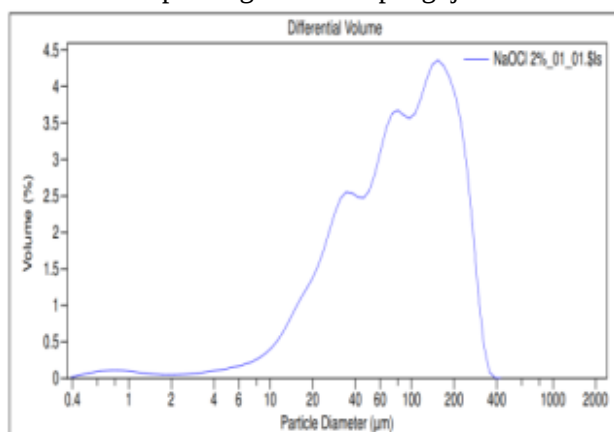
Nilai indeks kristalinitas meningkat karena konsentrasi NaOCl yang digunakan selama proses *bleaching* meningkat. Semakin banyak kandungan lignin yang hilang pada saat proses *bleaching*, semakin efisien hidrolisis selulosa. Hal ini disebabkan pada saat proses *bleaching*, lignin dan hemiselulosa yang terkandung dalam *pulp* ikut terlarut karena lignin dan hemiselulosa dapat menghambat jalannya reaksi yang sedang berlangsung. Indeks kristalinitas pada masing-masing konsentrasi meningkat hal ini disebabkan oleh pengurangan dan penghilangan senyawa *amorf* non-selulosa dan kristalinitas dapat ditingkatkan dengan proses hidrolisis asam. NaOCl juga dapat mengoksidasi selulosa secara spesifik pada zona *amorfnya* [20]. Hal ini juga berpengaruh pada proses hidrolisis, dimana pada proses tersebut berfokus memecah daerah *amorf* dan menyisakan daerah kristalin. Indeks kristalinitas mikrokristal selulosa pada perlakuan *bleaching* menggunakan H_2O_2 konsentrasi masing-masing 2%, 3%, dan 4% mencapai masing-masing 67%, 74%, dan 78%. Indeks kristalinitas mikrokristal selulosa pada perlakuan *bleaching* menggunakan NaOCl konsentrasi masing-masing 2%, 3%, dan 4% mencapai 70,5%, 73,2%, dan 80,0%. Semakin tinggi konsentrasi pelarut *bleaching* maka kristalinitas yang didapatkan semakin tinggi pula.

Nilai indeks kristalinitas pada perlakuan *bleaching* menggunakan H_2O_2 lebih kecil dibandingkan perlakuan *bleaching* menggunakan NaOCl. Hidrogen peroksida merupakan asam lemah yang hampir seluruhnya ada dalam bentuk tak terdisosiasi pada $pH < 9,0$. Nilai indeks kristalinitas mikrokristal selulosa (H_2O_2) lebih kecil dibandingkan mikrokristal selulosa (NaOCl), Karena saat proses *bleaching* penggunaan H_2O_2 dalam kondisi asam hal ini menyebabkan lignin tidak larut dalam kondisi asam. Banyaknya kandungan lignin dalam bahan menyebabkan pada saat proses hidrolisis pelarut susah menyerap ke daerah *amorf* dikarenakan terhalang oleh lignin [21]. Tingginya kristalinitas yang dihasilkan disebabkan oleh berkurangnya kadar hemiselulosa dan lignin di daerah *amorf* yang mempengaruhi molekul selulosa. Peningkatan kristalinitas terjadi karena tahap hidrolisis akan memutus rantai panjang selulosa, sehingga bagian *amorf* pada bagian mikrofibril selulosa terputus dan menyisakan bagian kristalin [22]. Semakin sedikit *amorf* maka tingkat kristalinitas akan meningkat.

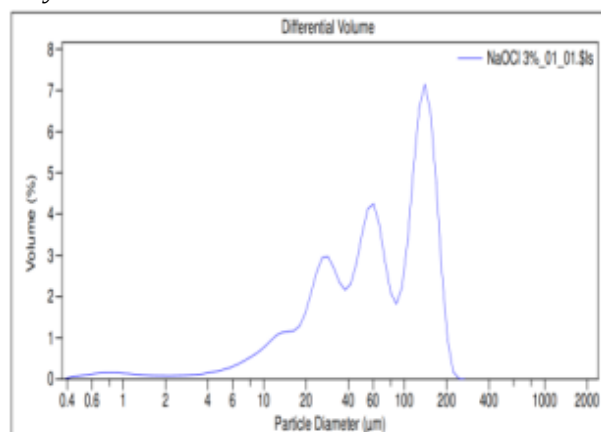
Berdasarkan hasil pengujian XRD yang telah dilakukan, dapat di lihat bahwa keseluruhan bahan yang telah dilakukan termasuk ke dalam mikrokristal selulosa dengan indeks kristalinitas sekitar 55-80%. Pada penelitian ini hasil terbaik indeks kristalinitas yaitu NaOCl konsentrasi 4% dan H_2O_2 4% yaitu 80% dan 78% dimana indeks kristalinitas mendekati indeks kristalinitas komersial. Pada penelitian yang dilakukan oleh L. Lismeri pada tahun 2020 dalam penelitian ini memanfaatkan batang ubi kayu menghasilkan indeks kristalinitas sebesar 78,12%. Perbedaan kristalinitas dipengaruhi oleh berbagai perlakuan kimia maupun fisika.

3.2.3 Analisis Particle Size Analyzer (PSA)

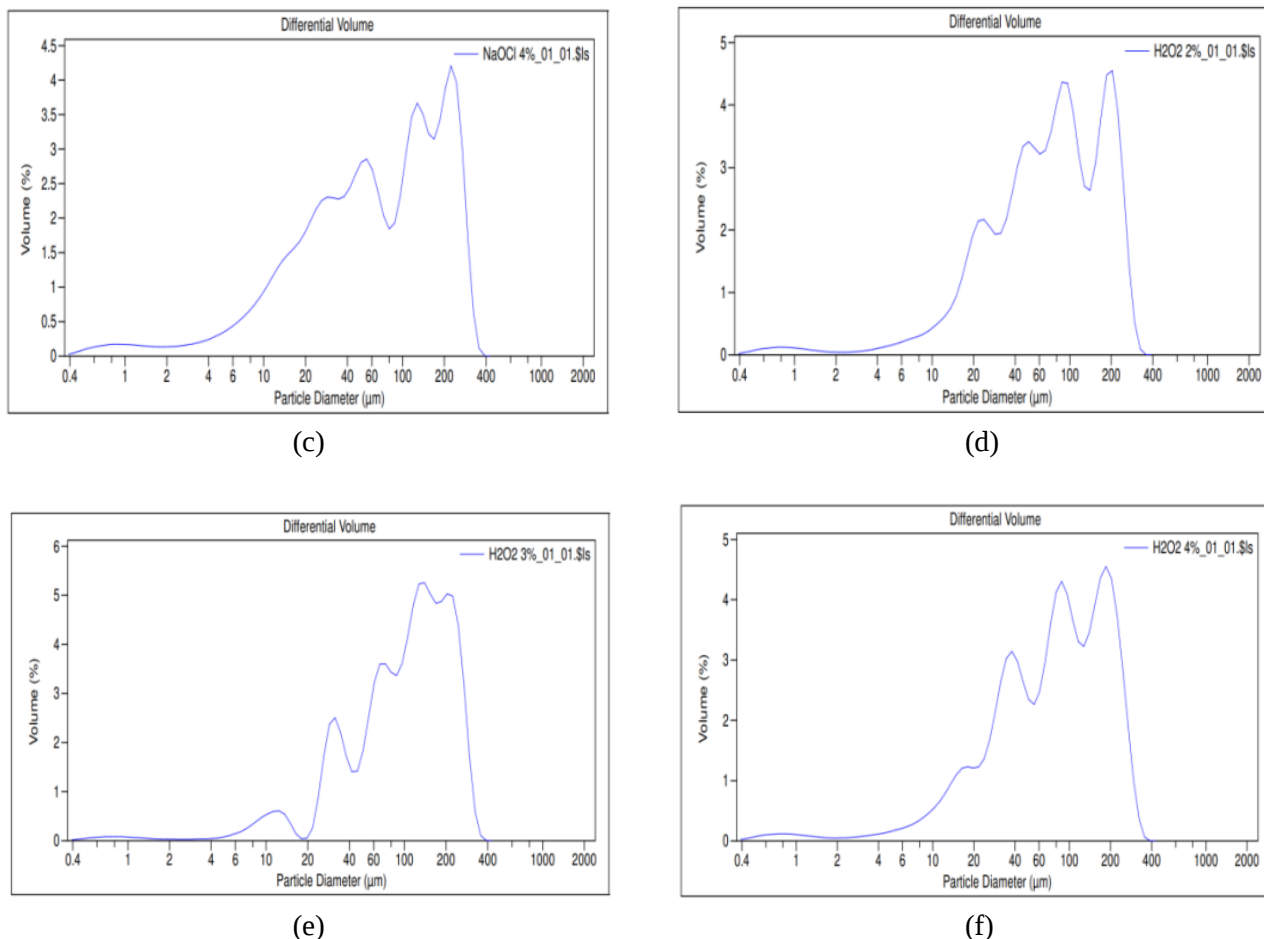
Kemudian karakterisasi menggunakan alat *Particle Size Analyzer* bertujuan untuk mengidentifikasi sebaran ukuran partikel dan ukuran rata-rata partikel dari masing-masing serbuk mikrokristal selulosa. Berikut merupakan grafik hasil pengujian *Particle Size Analyzer*.



(a)



(b)



Grafik 3. Mikrokrystal Selulosa pada Perlakuan *Bleaching* Menggunakan Zat Pemutih (a) NaOCl 2%, (b) NaOCl 3%, (c) NaOCl 4%, (d) H₂O₂ 2%, (e) H₂O₂ 3% dan (f) H₂O₂ 4%.

Pada grafik *Particle Size Analyzer* menampilkan pola garis naik turun. Pola garis tersebut menunjukkan persebaran ukuran Kristal selulosa bahan uji pada perbandingan volume (%) dengan rentang 0-100% dan diameter (μm) antara 0,375-2000 μm. Semakin tinggi grafik maka volume Kristal selulosa pada ukuran tertentu semakin tinggi. Apabila grafik semakin ke kanan, maka ukuran Kristal selulosa akan semakin besar. Berikut tabel ukuran partikel mikrokrystal selulosa.

Tabel 4. Ukuran Partikel Mikrokrystal Selulosa

Bahan	Ukuran Partikel (μm)
	Volume <25%
Mikrokrystal selulosa (NaOCl 2%)	38,58
Mikrokrystal selulosa (NaOCl 3%)	29,27
Mikrokrystal selulosa (NaOCl 4%)	26,30
Mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 2%)	36,89
Mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 3%)	58,85
Mikrokrystal selulosa (H ₂ O ₂ 4%)	37,11

Hasil analisis *Particle Size Analyzer* batang ubi kayu menunjukkan kurang dari 25% populasi partikel memiliki ukuran yang beragam. Perbedaan ukuran partikel dikarenakan variasi konsentrasi larutan yang di

pakai saat proses *bleaching*. Semakin tinggi konsentrasi pelarut zat pemutih, semakin banyak lignin yang terdegradasi sehingga hasil yang didapatkan yaitu selulosa murni. Proses *bleaching* menghilangkan pengikat dan kotoran lain yang masih ada setelah proses delignifikasi [23]. Hal ini mengakibatkan pengurangan ukuran partikel dari bahan. Penghapusan pengikat selulosa dengan perlakuan kimiawi membentuk serbuk yang masih berukuran besar menjadi ukuran mikro [24]. Mikrokrystal selulosa yang diinginkan berbentuk kristalin, sehingga untuk mengisolasi mikrokrystal tersebut, sel lignin harus dirusak terlebih dahulu [25]. Hal ini menyebabkan perbedaan ukuran partikel, pada saat sebelum di proses bahan baku berstruktur kasar setelah dilakukan perlakuan hasil yang dihasilkan berstruktur halus. Jika lignin yang terkandung dalam serbuk hasil *bleaching* sedikit, maka pada proses hidrolisis HCl dengan mudah memecah daerah *amorf* sehingga menyisakan daerah kristalin. Hidrolisis asam memutus ikatan-ikatan selulosa di daerah *amorf* [19]. Perubahan ukuran disebabkan oleh proses hidrolisis asam. Hidrolisis terjadi pada daerah *amorf* mengakibatkan hilangnya daerah *amorf*, sehingga derajat polimerisasi menurun dan banyak polimer larut dan terbentuk ikatan selulosa baru dengan ukuran partikel lebih kecil.

Mikrokrystal selulosa pada perlakuan *bleaching* menggunakan H_2O_2 dengan konsentrasi 2%, 3%, dan 4% ukuran partikel rata-rata yaitu 36,89 μm , 58,85 μm , dan 37,11 μm . Pada mikrokrystal selulosa pada perlakuan *bleaching* menggunakan NaOCl dengan konsentrasi 2%, 3%, dan 4% ukuran partikel rata-rata yaitu 38,58 μm , 29,27 μm , dan 26,30 μm . Jika dibandingkan dengan ukuran mikrokrystal selulosa komersial, ukuran partikel yang dilakukan pada penelitian ini lebih besar. Tingkat kristalinitas, dimensi keragaman, dan morfologi tergantung pada sumber bahan dan persiapan kondisi selulosa. Mikrokrystal selulosa yang dihasilkan masuk ke ukuran mikrokrystal selulosa dengan ukuran partikel 10-200 μm . mikrokrystal yang berbentuk serbuk, digunakan misalnya sebagai pengisi dan pengikat pada tablet medis dan tablet makanan untuk tujuan diet. Penelitian yang berjudul preparasi dan karakterisasi mikrokrystalin selulosa (MCC) berbahan baku tandan kosong kelapa sawit (TKKS), penelitian ini melakukan *bleaching* sebanyak dua kali, dimana pada *bleaching* pertama menggunakan NaOCl dan pada *bleaching* kedua menggunakan H_2O_2 . Mikrokrystalin selulosa (MCC) yang dihasilkan memiliki diameter sebesar 0,5281 μm . Perbedaan ukuran partikel dipengaruhi oleh berbagai faktor perlakuan kimia dan fisik serta jenis bahan baku yang digunakan [10].

4. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan adalah perbedaan jenis pelarut dan variasi konsentrasi proses *bleaching* berpengaruh pada penurunan kadar lignin, pada NaOCl konsentrasi 4% penurunan kadar lignin dari bahan baku hingga menjadi alfa selulosa sebesar 78% sedangkan pada pelarut H_2O_2 konsentrasi 4% sebesar 28%. Ditinjau dari indeks kristalinitas dan ukuran partikel, meningkatnya konsentrasi zat pemutih menyebabkan berkurangnya kandungan lignin yang terdapat pada mikrokrystal selulosa sehingga indeks kristal meningkat dan ukuran partikel menurun.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kepada Laboratorium Rekayasa Polimer, Serat dan Resin, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lampung dan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian, penulisan dan penerbitan jurnal ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Lismeri, "Preparasi dan karakterisasi mikrokrystalin selulosa dari limbah ubi kayu," *J. Teknol. dan Inov. Ind.*, vol. 1, no. 1, 2020, doi: 10.23960/jtii.v1i1.11.
- [2] H. M. C. Azeredo, M. F. Rosa, and L. H. C. Mattoso, "Nanocellulose in bio-based food packaging applications," *Ind. Crops Prod.*, vol. 97, pp. 664–671, 2017, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.03.013.

- [3] M. R. Sanjay, P. Madhu, M. Jawaaid, P. Senthamaraiannan, S. Senthil, and S. Pradeep, *Characterization and properties of natural fiber polymer composites: A comprehensive review*, vol. 172. Elsevier B.V., 2018.
- [4] D. Haldar and M. K. Purkait, "Micro and nanocrystalline cellulose derivatives of lignocellulosic biomass: A review on synthesis, applications and advancements," *Carbohydr. Polym.*, vol. 250, no. August, p. 116937, 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.116937.
- [5] H. Kargarzadeh, M. Ioelovich, I. Ahmad, S. Thomas, and A. Dufresne, "Methods for Extraction of Nanocellulose from Various Sources," *Handb. Nanocellulose Cellul. Nanocomposites*, pp. 1–49, 2017, doi: 10.1002/9783527689972.ch1.
- [6] A. I. Akinjokun, L. F. Petrik, A. O. Ogunfowokan, J. Ajao, and T. V. Ojumu, "Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from cocoa pod husk (CPH) biomass wastes," *Heliyon*, vol. 7, no. 4, p. e06680, 2021, doi: 10.1016/j.heliyon.2021.e06680.
- [7] E. Fortunati, J. M. Kenny, and L. Torre, "Lignocellulosic materials as reinforcements in sustainable packaging systems: Processing, properties, and applications," *Biomass, Biopolym. Mater. Bioenergy Constr. Biomed. other Ind. Appl.*, pp. 87–102, 2019, doi: 10.1016/B978-0-08-102426-3.00005-9.
- [8] M. Ramos, A. Valdés, and M. C. Garrigós, *Multifunctional Applications of Nanocellulose-Based Nanocomposites*. Elsevier Inc., 2016.
- [9] D. Trache *et al.*, "Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 93, pp. 789–804, 2016, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056.
- [10] F. Effendi, R. Elvia, and H. Amir, "Preparasi Dan Karakterisasi Mikrokristalin Selulosa (Mcc) Berbahan Baku Tandan Kosong Kelapa Sawit (Tkks)," *Alotrop*, vol. 2, no. 1, pp. 52–57, 2018, doi: 10.33369/atp.v2i1.4672.
- [11] N. Y. Abu-Thabit, A. A. Judeh, A. S. Hakeem, A. Ul-Hamid, Y. Umar, and A. Ahmad, "Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from date seeds (*Phoenix dactylifera* L.)," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 155, pp. 730–739, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.03.255.
- [12] R. R. Rizkiansyah *et al.*, "SERAT KAPUK SEBAGAI BAHAN BAKU PEMBUATAN MIKROKRISTALIN SELULOSA Metode Chesson-Datta," *Jusami*, vol. 17, no. 4, pp. 172–177, 2016.
- [13] S. S. Mohtar, T. N. Z. Tengku Malim Busu, A. M. Md Noor, N. Shaari, and H. Mat, "An ionic liquid treatment and fractionation of cellulose, hemicellulose and lignin from oil palm empty fruit bunch," *Carbohydr. Polym.*, vol. 166, pp. 291–299, 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2017.02.102.
- [14] J. Wu, Y. Wu, F. Yang, C. Tang, Q. Huang, and J. Zhang, "Impact of delignification on morphological, optical and mechanical properties of transparent wood," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 117, no. November 2018, pp. 324–331, 2019, doi: 10.1016/j.compositesa.2018.12.004.
- [15] K. Asha and S. K. Badamali, "Highly efficient photocatalytic degradation of lignin by hydrogen peroxide under visible light," *Mol. Catal.*, vol. 497, no. September, p. 111236, 2020, doi: 10.1016/j.mcat.2020.111236.
- [16] K. B. R. Teodoro, F. L. Migliorini, W. A. Christinelli, and D. S. Correa, "Detection of hydrogen peroxide (H_2O_2) using a colorimetric sensor based on cellulose nanowhiskers and silver nanoparticles," *Carbohydr. Polym.*, vol. 212, no. February, pp. 235–241, 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.02.053.
- [17] J. H. Pratama, R. L. Rohmah, A. Amalia, and T. E. Saraswati, "Isolasi Mikroselulosa dari Limbah Eceng Gondok (*Eichornia crassipes*) dengan Metode Bleaching-Alkalinasi," *ALCHEMY J. Penelit. Kim.*, vol. 15, no. 2, p. 239, 2019, doi: 10.20961/alchemy.15.2.30862.239-250.
- [18] A. Laca, A. Laca, and M. Díaz, "Hydrolysis: From cellulose and hemicellulose to simple sugars," *Second Third Gener. Feed. Evol. Biofuels*, pp. 213–240, 2019, doi: 10.1016/B978-0-12-815162-

4.00008-2.

- [19] Y. W. Chen, H. V. Lee, and S. B. Abd Hamid, "Facile production of nanostructured cellulose from *Elaeis guineensis* empty fruit bunch via one pot oxidative-hydrolysis isolation approach," *Carbohydr. Polym.*, vol. 157, pp. 1511–1524, 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.11.030.
- [20] M. F. Zhang *et al.*, "Depolymerization of microcrystalline cellulose by the combination of ultrasound and Fenton reagent," *Ultrason. Sonochem.*, vol. 31, pp. 404–408, 2016, doi: 10.1016/j.ultsonch.2016.01.027.
- [21] C. Trilokesh and K. B. Uppuluri, "Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from jackfruit peel," *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–8, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-53412-x.
- [22] X. Ma *et al.*, "A perspective on lignin effects on hemicelluloses dissolution for bamboo pretreatment," *Ind. Crops Prod.*, vol. 94, pp. 117–121, 2016, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.08.025.
- [23] Samran *et al.*, Khairiah, Nurbaiti, and Ulva, "Variasi waktu hidrolisis pada suhu 80°C terhadap rendemen mikrokristalin selulosa dari kulit ari kacang kedelai (*Glycine max* (L.) Merrill)," *J. Penelit. Pendidik. MIPA*, vol. 3, no. 1, pp. 202–208, 2018.
- [24] M. Aminu, "Acid Hydrolysis-Mediated preparation of Nanocrystalline Cellulose from Rice Straw," *Int. J. Nanomater. Nanotechnol. Nanomedicine*, vol. 3, pp. 051–056, 2017, doi: 10.17352/2455-3492.000021.
- [25] D. Structures and S. Structures, "Structure and Characteristics of Lignin," *Lignin Chem. Appl.*, pp. 25–50, 2019, doi: 10.1016/b978-0-12-813941-7.00002-3.