

## PENGARUH VARIASI WAKTU ALKALISASI DAN KONSENTRASI ASAM TERHADAP KARAKTERISTIK *MICROCRYSTALLINE CELLULOSE* (MCC) BAMBU APUS (*Gigantochloa apus*)

R. Reza Rizkiansyah<sup>1</sup>, M. L. Sunoto<sup>1</sup>, Mardiyati<sup>2</sup>, dan Steven<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknik dan Desain, Institut Teknologi dan Sains Bandung,  
Jl. Ganesha Boulevard, Lot-A1 CBD Kota Deltamas,  
Tol Jakarta - Cikampek Km 37, Cikarang Pusat, Bekasi

<sup>2</sup> Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung  
Jalan Ganesha 10, Bandung  
E-mail : raden.reza.rizkiansyah@gmail.com

Diterima: 29 Oktober 2014

Diperbaiki: 6 April 2015

Disetujui: 21 Mei 2015

### ABSTRAK

**PENGARUH VARIASI WAKTU ALKALISASI DAN KONSENTRASI ASAM TERHADAP KARAKTERISTIK *MICROCRYSTALLINE CELLULOSE* (MCC) BAMBU APUS (*Gigantochloa apus*).** Bambu apus merupakan salah satu jenis bambu komersial Indonesia dengan kandungan selulosa 40 – 45%. Kandungan selulosa yang cukup tinggi ini menjadikan bambu apus sangat potensial untuk dijadikan *microcrystalline cellulose* (MCC) yang dapat digunakan untuk berbagai aplikasi. Pada penelitian ini telah berhasil dibuat MCC dari bambu apus menggunakan dua tahap, yaitu tahap alkalisasi dan hidrolisis asam. Pada tahap alkalisasi, bambu apus yang telah dihaluskan direndam didalam larutan NaOH 17,5% pada 100 °C dengan variasi waktu perendaman yakni 4 dan 8 jam. Hasil karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) dan Chesson-Datta menunjukkan bahwa makin lama waktu perendaman, maka kadar lignin dan hemiselulosa yang berkurang makin besar pula. Pada tahap hidrolisis asam, telah digunakan asam sulfat 0,2 dan 0,4 M. Tahap hidrolisis asam dilakukan selama 8 jam pada 100 °C. Dari hasil karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) serta *Particle Size Analyzer* (PSA) telah diperoleh kristalinitas dan ukuran partikel yang makin baik seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam sulfat.

**Kata Kunci:** alkalisasi, bambu apus, hidrolisis asam, *microcrystalline cellulose*, *particle size analyzer*

### ABSTRACT

**INFLUENCE OF VARIATION OF ALKALIZATION TIME AND ACID CONCENTRATION ON CHARACTERISTIC OF APUS BAMBOO (*Gigantochloa apus*) *MICROCRYSTALLINE CELLULOSE* (MCC).** Apus bamboo is an example of the commercially available bamboo in Indonesia which has cellulose content around 40 – 45%. High cellulosic content of bamboo apus made it very potential to be source of *microcrystalline cellulose* (MCC) for various applications. In this research, MCC has been succesfully extracted with two stages, which is alkalization and acid hydrolysis. In the alkalization stage, powdered apus bamboo immersed in 17.5% NaOH solution in 100 °C with time varied in 4 and 8 h. Characterization result from *Fourier Transform Infrared* (FT-IR) and Chesson-Datta method shown that the reduction of lignin and hemicellulose content in samples increased with increase of alkalization time. Sulphuric acid with concentration 0.2 and 0.4 M was used in acid hydrolysis stage. Acid hydrolysis stage was

done for 8 h in 100 °C. Characterization with X-Ray Diffraction (XRD) and Particle Size Analyzer (PSA) shown the crystallinity and particle size improved with the increase of sulfuric acid concentration.

**Keywords:** acid hydrolysis, alkalization, apus bamboo, microcrystalline cellulose, particle size analyzer

## **PENDAHULUAN**

Bambu merupakan salah satu jenis tanaman yang dapat ditemukan hampir pada seluruh wilayah Indonesia. Bambu telah dimanfaatkan sejak lama oleh masyarakat Indonesia, namun saat ini aplikasinya masih terbatas pada aplikasi tradisional seperti furnitur, bahan bangunan, dan kerajinan tangan. Bambu pada dasarnya memiliki potensi lain yaitu sebagai sumber selulosa. Potensi bambu sebagai sumber selulosa terletak pada kandungan selulosanya yang hampir sebanding dengan kayu [1], yaitu berkisar 42,4 - 53,6% untuk selulosa [2] dan 40 - 50% untuk alfa selulosa [3]. Keunggulan lain dari bambu yaitu kecepatan pertumbuhan yang lebih tinggi dibandingkan dengan pohon berkayu, yaitu sekitar 3 - 4 tahun [4], serta kecenderungan bambu untuk tumbuh dengan membentuk rumpun sehingga memungkinkan bambu yang dapat dihasilkan lebih banyak pada saat panen. Salah satu contoh bambu komersial Indonesia yang memiliki potensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber selulosa adalah bambu apus (*Gigantochloa apus*) yang memiliki kandungan selulosa yang relatif lebih tinggi dibandingkan dengan beberapa jenis bambu komersial lainnya, yakni sekitar 42-45 % [2].

Mikrokristalin selulosa (MCC) adalah salah satu bentuk hasil rekayasa selulosa. MCC merupakan bagian kristalin selulosa dalam ukuran mikro[5] yang diperoleh melalui proses hidrolisis asam terhadap alfa selulosa, yaitu suatu fraksi selulosa yang tidak larut dalam larutan NaOH 17,5 %. MCC saat ini telah banyak digunakan sebagai bahan pengikat tablet pada industri farmasi, sebagai serat tambahan dan peningkat volume pada industri pangan, pengisi pada biosensor,

bidang rekayasa jaringan, dan kertas magnetik [6-9]. MCC yang tersedia secara komersial saat ini umumnya diperoleh dari selulosa pohon berkayu. Pada perkembangannya saat ini telah dilakukan penelitian untuk memperoleh MCC dari sumber lain seperti rami [10], kapas [11], batang padi, ampas tebu [12], kulit kacang kedelai [13], kulit jagung, daun bawang [14], serat buah sawit [15,16] bambu moso [17] dan bambu rawnal [1]. Hingga saat ini publikasi mengenai ekstraksi MCC dari bambu apus maupun pemanfaatannya sebagai penguat masih belum ditemui. Berdasarkan uraian diatas, pada penelitian ini akan dibuat MCC yang bersumber dari bambu apus.

## **BAHAN DAN METODE**

### **Bahan**

Serbuk bambu diperoleh melalui penggergajian bambu apus berusia satu tahun yang dibeli di toko bahan bangunan “Ri Jaya”, Cikarang Pusat, Kabupaten Bekasi. NaOH yang digunakan dalam proses perlakuan basa dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk hidrolisis dibeli dari Bratachem, Bandung.

### **Preparasi MCC**

Serbuk bambu apus direndam dengan variasi waktu 4 sampai dengan 8 jam dalam larutan NaOH 17,5% pada 100 °C untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa. Hasil kemudian disaring dan dikeringkan di udara terbuka. Proses hidrolisis dengan asam sulfat dilakukan dengan variasi konsentrasi masing-masing 0,2 dan 0,4 M pada 100 °C selama 8

jam. Hasil kemudian disaring dengan kertas saring dan dikeringkan pada udara terbuka.

### Karakterisasi MCC

Kandungan lignin dan selulosa bambu apus diuji menggunakan metode Chesson-Datta. Pengujian FTIR dilakukan dengan alat Shimadzu Prestige 21 pada rentang bilangan gelombang 4500 – 400  $\text{cm}^{-1}$  di Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA), Institut Teknologi Bandung. Pengujian XRD dilakukan dengan alat Brooker D8 Advanced di Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik Industri (FTI), Institut Teknologi Bandung. Pengujian *Particle Size Analyzer* (PSA) dilakukan di Nanotech Indonesia, Serpong.

## HASIL DAN PEMBAHASAN .

### Kandungan Lignoselulosa Bambu Apus

Kandungan lignoselulosa bambu apus disajikan pada Tabel 1. Kandungan selulosa bambu apus yakni 42%, sedangkan kandungan lignin dan hemiselulosa masing-masing 22 dan 20%.

**Tabel 1.** Kandungan lignoselulosa bambu apus

Kandungan	Persentase (%)	Literatur [18]
Selulosa	42	38,02
Lignin	22	25,20
Hemiselulosa	20	28,74
Zat terlarut dalam air	14	8,04

Hasil yang diperoleh menunjukkan adanya perbedaan jika dibandingkan dengan literatur yang dapat disebabkan oleh perbedaan usia dan lokasi tumbuh dari bambu apus tersebut. Dari segi komposisi, kandungan lignoselulosa dari bambu apus tersebut dapat diasosiasikan dengan sifat fisik dari bambu yang menyerupai tanaman berkayu. Hasil

pengujian tersebut menunjukkan bahwa bambu apus memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi sehingga berpotensi untuk digunakan sebagai sumber selulosa maupun mikrokristalin selulosa.

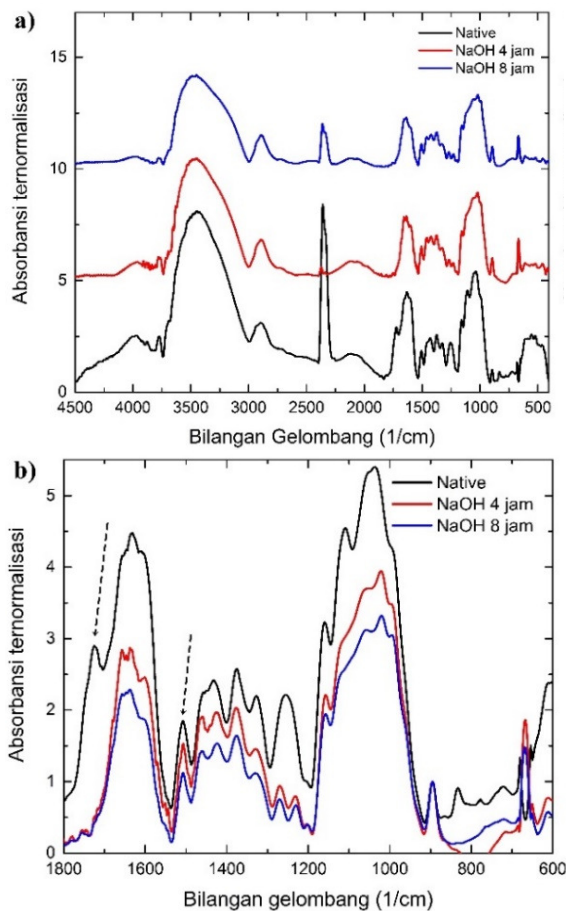
### Pengaruh Variasi Waktu pada Perlakuan Basa

Data hasil pengujian pengaruh lama perendaman terhadap kandungan lignin ditunjukkan pada Tabel 2. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kandungan lignin akan mengalami penurunan yang disebabkan oleh semakin banyaknya lignin yang terlarut dalam basa seiring dengan peningkatan waktu.

**Tabel 2.** Hasil pengujian kandungan lignin terhadap variasi waktu dengan metode Chesson-data

Kondisi	Persentase Kandungan
<i>Native</i>	22
Perlakuan basa 4 jam	7,28
Perlakuan basa 8 jam	4,82

Pengaruh perlakuan basa terhadap kandungan lignin dan hemiselulosa secara kualitatif diuji dengan FTIR. Gambar 1 menunjukkan spektrum hasil pengujian FTIR untuk sampel serbuk bambu *native* serta hasil perlakuan basa 4 dan 8 jam. Keberadaan lignin dan hamiselulosa dapat diketahui melalui keberadaan puncak bilangan gelombang 1724  $\text{cm}^{-1}$  dan 1508-1507  $\text{cm}^{-1}$ . Masing-masing puncak tersebut menandakan keberadaan *stretching* C=O dari hemiselulosa dan vibrasi rangka C=C aromatik dari lignin [25,26]. Nilai absorbansi dari kedua bilangan gelombang tersebut cenderung menurun. Penurunan puncak absorbansi tersebut mengindikasikan bahwa kandungan lignin dan hemiselulosa dari serbuk bambu apus telah berkurang setelah melalui proses perlakuan basa.

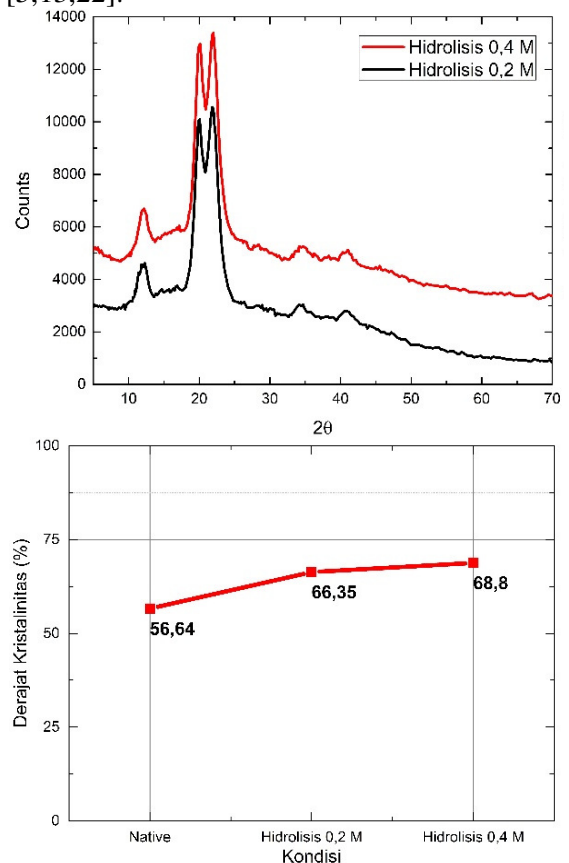


**Gambar 1.** a) Spektrum FTIR pada rentang 4500-400  $\text{cm}^{-1}$  b) Daerah *finger print* pada spektrum dari sampel bambu apus *native* dan hasil perlakuan basa pada variasi waktu pada variasi waktu 4 dan 8 jam

**Pengaruh Konsentrasi Asam pada Proses Hidrolisis**

Larutan asam sulfat dengan variasi 0,2 dan 0,4 M telah digunakan dalam proses hidrolisis untuk mengekstraksi mikrokristalin selulosa. Pengaruh proses hidrolisis terhadap kristalinitas MCC yang dihasilkan secara kuantitatif dilakukan dengan pengujian XRD. Hasil pengujian, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2 menunjukkan bahwa nilai derajat kristalinitas mengalami peningkatan seiring makin tingginya konsentrasi asam sulfat yang menyebabkan meningkatnya jumlah ion  $\text{H}^+$  yang dapat bereaksi dengan

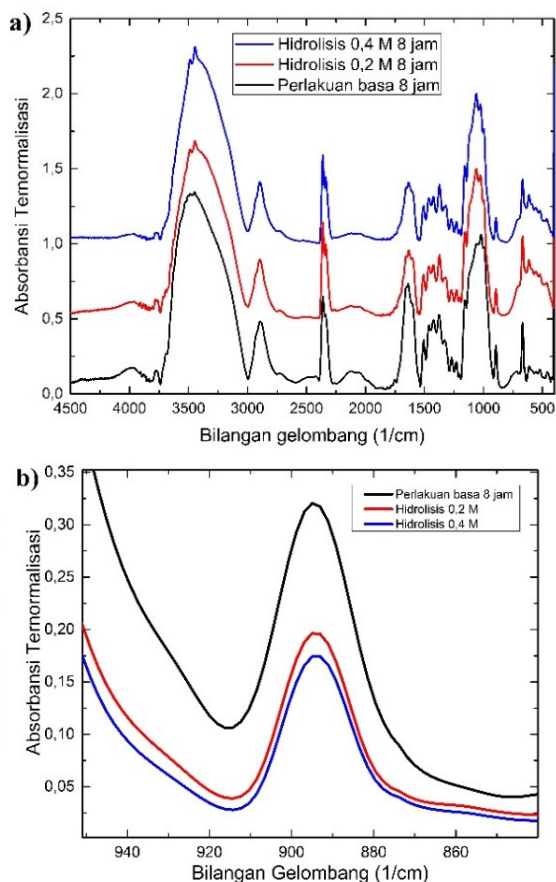
ikatan glikosidik dari selulosa dan memutuskan ikatan antar molekul penyusun selulosa, khususnya pada wilayah amorf yang rentan terhadap reaksi kimia. Nilai kristalinitas dari hasil hidrolisis tertinggi dicapai pada kondisi konsentrasi 0,4 M dengan persentase 68,8%. Nilai persen kristalinitas yang diperoleh menunjukkan bahwa hasil ekstraksi dapat dikategorikan sebagai MCC karena masih berada pada rentang kristalinitas yang umum dimiliki oleh suatu MCC, yakni berkisar antara 65 – 85%. [5,13,22].



**Gambar 2.** Spektrum XRD (atas) dan kecenderungan derajat kristalinitas terhadap konsentrasi asam (bawah)

Pengujian FTIR dilakukan untuk mengetahui pengaruh hidrolisis terhadap bagian amorf dari selulosa secara kualitatif. Spektrum yang dihasilkan pada rentang bilangan gelombang 4500 – 400  $\text{cm}^{-1}$  untuk sampel hasil perlakuan basa 8 jam dan

masing-masing variasi hasil hidrolisis ditunjukkan pada Gambar 3.



**Gambar 3.** a) Spektrum FTIR pada rentang 4500-400  $\text{cm}^{-1}$ , b) Absorbansi pada bilangan gelombang 896  $\text{cm}^{-1}$ )

Pengaruh hidrolisis dapat diketahui melalui kecenderungan pada bilangan gelombang 896  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan keberadaan ikatan glikosidik  $\beta$  1-4 dari bagian amorf selulosa [19]. Hasil yang diperoleh menunjukkan terjadinya penurunan nilai absorbansi seiring dengan peningkatan konsentrasi asam yang mengindikasikan berkurangnya keberadaan bagian amorf dari selulosa. Hasil tersebut sesuai dengan literatur [20] yang menyebutkan bahwa proses hidrolisis akan mengurangi keberadaan bagian amorf dari selulosa sehingga strukturnya menjadi lebih teratur.

Hasil yang diperoleh dari pengujian secara kualitatif maupun kuantitatif menunjukkan bahwa proses hidrolisis yang dilakukan telah berhasil untuk mengekstraksi MCC dari bambu apus. Hasil XRD menunjukkan bahwa nilai derajat kristalinitas tertinggi MCC bambu apus yang dihasilkan dalam percobaan ini tidak terlalu jauh berbeda dengan derajat kristalinitas MCC bambu yang disebutkan dalam beberapa penelitian sebelumnya yang berkisar antara 71,98 - 78,8% [1,17,21]. Hasil pengujian secara kualitatif melalui FTIR mendukung hasil XRD yang diperoleh. Hasil pengujian FTIR menunjukkan terjadinya penurunan bagian amorf dari selulosa yang menjadi indikasi peningkatan nilai derajat kristalinitas MCC.

### Ukuran Partikel MCC

Pengujian PSA dilakukan untuk mengetahui ukuran dari partikel MCC bambu apus. Hasil pengujian PSA menunjukkan bahwa partikel MCC yang dihasilkan berkisar antara 2 – 37  $\mu\text{m}$ . Nilai ini masih berada pada rentang yang dihasilkan pada penelitian sebelumnya yang berkisar antara 0,154 – 100  $\mu\text{m}$  [23,24].

### KESIMPULAN

Mikrokristalin selulosa telah berhasil diekstrak dari bambu apus melalui perlakuan basa dengan NaOH 17,5% pada 100  $^{\circ}\text{C}$  dan hidrolisis dengan asam sulfat 0,2 dan 0,4 M. Makin lama waktu perlakuan basa dan makin tinggi konsentrasi asam sulfat, kristalinitas MCC dari bambu apus meningkat. Kristalinitas tertinggi yang diperoleh pada penelitian ini adalah 68,8% dengan ukuran partikel berkisar antara 2 sampai dengan 37  $\mu\text{m}$  yang diperoleh pada kondisi hidrolisis asam sulfat 0,4 M selama 8 jam.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada program studi Teknik Material, Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung atas izin penggunaan laboratorium.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1]. L. PACHUAU, C. MALSAWMTLUANGI, N. K. NATH, H. RAMDINSANGI, D. C. VANLALFAKAWMA, and S. K. TRIPATHI, *Int. J. Pharm. Tech. Res.*, **5** (2013) 1561
- [2]. KRISDIANTO, G. SUMARNI, dan A. ISMANTO, *Sari Hasil Penelitian Bambu*, Badan Penelitian dan Pengembangan Kehutanan dan Perkebunan, Bogor (2003)
- [3]. L. A. R. BATALHA, J. L. COLODETTE, J. L. GOMIDE, L. C. A. BARBOSA, C. R. A. MALTHA, and F. J. B. GOMES, *BioResources*, **7**(1) (2012) 640
- [4]. W. FITRIASARI dan E. HERMIATI, *J. Ilmu dan Teknologi Hasil Hutan*, **1**(2) (2008) 67
- [5]. R. J. MOON, A. MARTINI, J. NAIM, J. SIMONSEN and J. YOUNGBLOOD, *Chem. Soc. Rev.*, **40** (2011) 3941
- [6]. A. IMESON, *Food Stabilisers, Thickeners and Gelling Agents*, John Wiley and Sons Ltd, West Sussex (2010)
- [7]. C. ZHOU and Q. WU, *Recent Development in Applications of Cellulose Nanocrystals for Advanced Polymer-Based Nanocomposites by Novel Fabrication Strategies*, in book *Nanocrystals – Synthesis, Characterization and Applications*, editor Sudheer Neralla, InTech (2012)
- [8]. S. J. EICHHORN, A. DUFRESNE, M. ARANGUREN, N. E. MARCOVICH, J. R. CAPADONA, S. J. ROWAN, C. WEDER, W. THIELEMANS, M. ROMAN, S. RENNECKAR, W. GINDL, S. VEIGEL, J. KECKES, H. YANO, K. ABE, M. NOGI, A. N. NAKAGAITO, A. MANGALAM, J. SIMOSEN, A. S. BENIGHT, A. BISMARCK, L. A. BERGLUND, and T. PEIJS, *J. Mater. Sci.*, **45** (2010) 1
- [9]. NATURAL RESOURCES CANADA, *Cellulose Nanocrystals*, <http://www.nrcan.gc.ca/forests/innovation/transformativetechnologies/13349>, (Diakses 10 September 2014)
- [10]. M. S. JAHAN, A. SAEED, Z. HE, and Y. NI, *Cellulose*, **18** (2011) 451
- [11]. K. DAS, D. RAY, N. R. BANDYOPADHYAY, and S. SENGUPTA, *J. Polym. Environ.*, **18** (2010) 355
- [12]. M. EL-SAKHAWY and M. L. HASSAN, *Carbohydr. Polym.*, **67** (2007) 1
- [13]. A. ALEMDAR and M. SAIN, *Bioresour. Technol.*, **99** (2008) 1664
- [14]. M. B. AGUSTIN, E. R. P. De LEON, J. L. BUENAOBRA, S. M. M. ALONZO, F. M. PATRIANA, F. HIROSE, and B. AHMMAD, *Starch Based Bioplastics Reinforced with Cellulose Nanocrystals from Agrucultural Residues, Proceedings ICAET 2014*, Singapore, (2014)
- [15]. T. WITTAYA, *Int. Food Res. J.*, **16** (2009) 493
- [16]. M. K. MOHAMAD HAAFIZ, S. J. EICHHORN, A. HASSAN, and M. JAWAID, *Carbohydr. Polym.*, **93** (2013) 628
- [17]. Y. ZHANG, X-B. LU, C. GAO, W-J. LVU, and J-M. YAO, *J. Fiber Bioeng. & Inf.*, **5** (2012) 263
- [18]. N. NUGROHO, E. T. BAHTIAR, D. P. LESTARI, dan D. S. NAWAWI. *J. Ilmu*

- dan Teknologi Kayu Tropis*, **11** (2013) 153
- [19]. D. Y. CORREDOR, *Pretreatment and Enzymatic Hydrolysis of Lignocellulosic Biomass*, Disertasi, Kansas State University, (2008)
- [20]. M. PAN, X. ZHOU, and M. CHEN, *BioResources*, **8** (2013) 933
- [21]. M. YU, R. YANG, L. HUANG, X. CAO, F. YANG, and D. LIU, *BioResources*, **7** (2012) 1802
- [22]. S. DUMITRIU, *Polysaccharides: Structural Diversity and Functional Versatility*, Marcel Dekker Inc., New York (2005)
- [23]. A. J. MENEDEZ, G. SIQUEIRA, A. A. S. CURVELO, and A. DUFRESNE, *Polymer*, **50** (2009) 4552
- [24]. M. SZYMANSKA-CHARGOT, J. CYBULSKA, and A. ZDUNEK, *Sensors*, **11** (2011) 5543
- [25]. S. F. S. DRAMAN, R. DAIK, F. A. LATIF, and S. M. SHEIKS, *BioResources*, **9** (2014) 8
- [26]. M. POLETTO, H. L. ORNAGHI JUNIOR, and A. J. ZATTERA, *Materials*, **7** (2014) 6105