

## Analisis Termal dan Gugus Fungsi Mikrofibril Selulosa (MFC) dari Limbah Batang Sorghum

Aprilinda Sofiana, Leonardo Chandra, Ismojo, dan  
Aniek Sri Handayani

Departemen Teknik Kimia, Institut Teknologi Indonesia  
Jalan Raya Puspiptek Serpong, Tangerang Selatan, Banten 15314  
Email: aniek.handayani@iti.ac.id, anieksoemarto@gmail.com

Diterima: 06-Okt-2017    Diperbaiki: 10-Nov-2017    Disetujui: 26-Des-2017

### ABSTRAK

**Analisis Termal dan Gugus Fungsi Mikrofibril Selulosa (MFC) dari Limbah Batang Sorghum.** Limbah batang sorghum manis belum banyak diolah dan dimanfaatkan. Material ini memiliki kandungan selulosa sekitar 40-44% yang berpotensi sebagai bahan *Micro Fibrillated Cellulose* (MFC). Pada penelitian ini dipelajari pengaruh metode preparasi MFC dari serat batang sorghum melalui perlakuan mekanis dan kimia. Perlakuan mekanis dilakukan untuk memperkecil ukuran serat, sedangkan perlakuan kimia untuk menghilangkan kadar lignin dan hemiselulosa yang terkandung dalam sorghum. Perlakuan kimia menggunakan metode alkalinasi dipelajari dengan memvariasikan konsentrasi NaOH (5 dan 10%), dilanjutkan dengan metode *bleaching* (NaOCl 5%), dan asetilasi (CH<sub>3</sub>COOH 8%). Karakterisasi gugus fungsi (FTIR) dan analisis termal (TGA) dilakukan untuk mengevaluasi keberhasilan penelitian ini. Berkurangnya kadar lignin dan hemiselulosa terbanyak diperoleh dari hasil alkalinasi 10% dilanjutkan dengan *bleaching* dan asetilasi. Hasil uji FTIR dan TGA menunjukkan bahwa alkalinasi 10% dilanjutkan dengan *bleaching* dan asetilasi dapat menghilangkan hemiselulosa dan lignin serta mengurangi sifat hidrofilik serat paling banyak 12% dengan kestabilan termal hingga 265°C.

**Kata Kunci:** serat sorghum, mikrofibril selulosa, gugus fungsi, TGA

### ABSTRACT

**Functional Group and Thermal Analysis of Micro Fibrillated Cellulose (MFC) from Sorghum Stems Waste.** Sweet sorghum stem waste has not been processed and utilized. This kind of material has a cellulose content of about 40-44%, which is potential as a *Micro Fibrillated Cellulose* (MFC) material. In this work, we studied the influence of MFC preparation method from shorghum stem fibers that were done by mechanical and chemical treatments. Mechanical

treatment was performed to reduce the size of the fiber, while the chemical treatment was conducted to remove the levels of lignin and hemicellulose contained in the sorghum. Chemical treatment using the alkalination method was studied by varying the NaOH concentration (5 and 10%), followed by bleaching method (NaOCl 5%), and acetylation (CH<sub>3</sub>COOH 8%). Characterization of functional groups (FTIR) and thermal analysis (TGA) were performed to evaluate the success of this study. Reduced lignin and hemicellulose levels were obtained at 10% alkalination followed by bleaching and acetylation. The result from FTIR and TGA test showed that 10% alkalination followed by bleaching and acetylation can eliminate hemicellulose and lignin and reduce the hydrophilic properties of fiber by 12% with thermal stability up to 265°C.

**Keywords:** sorghum fiber, micro fibrillated cellulose, functional group, TGA

## **PENDAHULUAN**

Penggunaan serat selulosa telah banyak di aplikasikan menjadi berbagai macam produk biopolimer seperti komposit, film, membran, fiber, dan kertas. Selain dapat menjadi pengisi (*filler*), serat selulosa dapat meningkatkan sifat biodegradabel dan mengurangi penggunaan bahan petropolimer. Di dalam serat selulosa terdapat pengotor seperti wax dan minyak [1], serta fraksi amorf berupa lignin dan hemiselulosa yang menyelimuti serat selulosa, sehingga dapat menurunkan ikatan antar matriks dan penguatnya.

Tumbuhan yang umumnya digunakan sebagai sumber selulosa pada biopolimer adalah tumbuhan nanas, kelapa, bambu, jute, abaca, cordenka, flax, dan kenaf [2]. Salah satu tumbuhan yang cukup berpotensi, namun belum begitu dikembangkan dan dimanfaatkan adalah tanaman sorghum manis (*Sorghum bicolor (L.) Moench*). Kandungan selulosa dari sorghum lebih tinggi dibandingkan tanaman lain seperti tebu dan gandum yang rata – rata mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin masing – masing 40-44, 27-35, dan 18-20% [3]. Produksi tumbuhan sorghum dibandingkan bahan pangan utama lainnya merupakan terbesar ke enam di Indonesia.

Serat selulosa dapat disintesis menjadi *micro fibrillated cellulose* (MFC) dengan menghilangkan fraksi amorf pada serat. Terdapat tiga cara yang biasa digunakan dalam mensintesis serat selulosa yaitu metode mekanis sederhana, metode kimiawi, dan metode penggunaan enzim. Metode mekanis sederhana dan metode kimiawi lebih banyak digunakan karena mudah dan ekonomis. Metode mekanis dapat dilakukan dengan *crushing* dan *grinding*, sedangkan metode kimiawi dapat dilakukan dengan cara alkalinasi, *bleaching*, dan asetilasi. Perlakuan alkalinisasi menggunakan sodium hidroksida (NaOH) bertujuan untuk membersihkan permukaan serat dari

kotoran dan wax serta membuat kekasaran permukaan serat. Perlakuan *bleaching* menggunakan sodium hipoklorit memiliki efek yang sama dengan alkalinasi, akan tetapi lebih kuat. Perlakuan asetilasi menggunakan asam asetat bertujuan untuk mengurangi sifat kehidrofilikan serat sorghum.

Pada penelitian ini dilakukan sintesis selulosa pada tanaman sorghum bicolor menggunakan campuran metode mekanis sederhana dan kimiawi, seperti yang telah dilakukan oleh Siti Yasmine Z [4]. Proses alkalinasi dengan NaOH 4% menghasilkan serat yang cukup bersih dari lapisan lignin sehingga nampak serat selulosa, namun ukuran serat masih lebih dari 200 mm dan serat selulosa belum terberai. Proses pemutihan dilakukan dengan cara merendam serat sorgum hasil perlakuan alkalinisasi ke dalam larutan NaClO 1,7% [4] dan dihasilkan serat selulosa yang lebih bersih dalam 3 kali siklus pemutihan dengan ukuran serat 2-4 mm. Tujuan dari penelitian ini adalah menyelidiki pengaruh perlakuan alkalinasi yang diikuti dengan perlakuan lebih lanjut untuk menghilangkan fraksi amorf pada serat sorghum dan memperoleh MFC dari limbah batang sorghum. MFC yang dihasilkan dari perlakuan bertingkat ini di analisis dengan FTIR dan TGA.

## MATERIAL DAN METODOLOGI

### *Material*

Serat sorghum diperoleh dari Seameo Biotrop (Southeast Asian Regional Centre For Tropical Biology)-Bogor. Sodium hidroksida (NaOH), sodium hipoklorit (NaOCl), dan asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH) kualitas teknis dibeli dari Brataco.

### *Preparasi MFC*

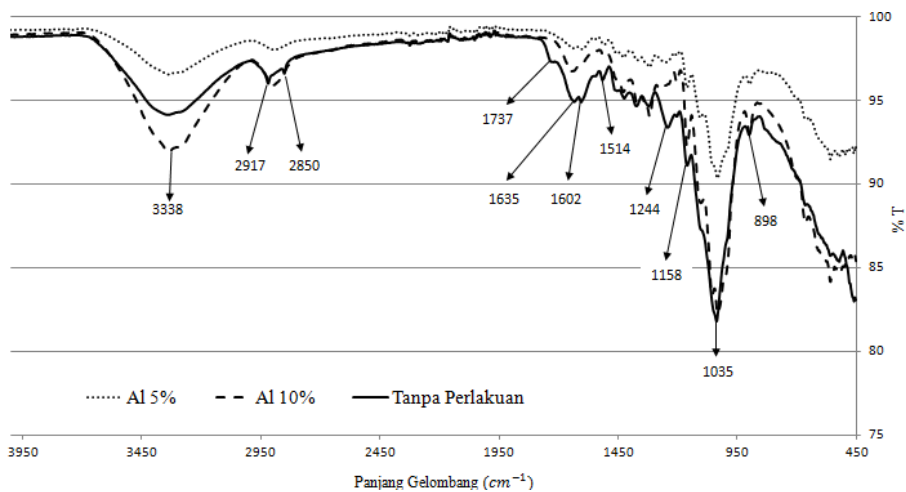
Serat sorghum yang telah dicacah hingga ukuran 23 mesh, ditimbang untuk dijadikan sampel percobaan melalui serangkaian perlakuan kimiawi. Sampel alkalinasi diperoleh dengan cara merendam serat sorghum dalam larutan NaOH 5 dan 10% (w/v) dalam satu siklus pada suhu 70°C selama 1 jam. Proses *bleaching* dilakukan setelah alkalinasi dengan cara merendam sampel di dalam larutan NaOCl 5% (v/v) pada suhu ruang selama 2 jam. Setelah itu, proses asetilasi dilakukan dengan merendam sampel dalam larutan asam asetat 8% (v/v) pada suhu ruang selama 1 jam. Setiap 1 siklus perlakuan, sampel dicuci hingga pH netral dengan aquadest lalu disaring. Langkah terakhir serat dikeringkan dan disimpan pada tempat yang kering sebelum dikarakterisasi.

### *Karakterisasi MFC*

Karakterisasi gugus fungsi pada MFC dilakukan di Teknik Metalurgi dan Material, Universitas Indonesia menggunakan analisis *Fourier Transformed Infra-Red spectroscopy* (FT-IR, Perkin-Elmer) pada frekuensi  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  dengan resolusi  $2 \text{ cm}^{-1}$ . Analisis termal serat sorghum dilakukan menggunakan alat *thermogravimetry analysis* (TGA). Sampel dimasukan ke dalam wadah alumunium. Sampel dipindai dari  $50-600^\circ\text{C}$  dengan laju pemanasan  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ . Sampel dikeringkan pada suhu  $50^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Pengurangan berat (*weight loss*) direkam dan dinormalisasi terhadap berat sampel awal.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

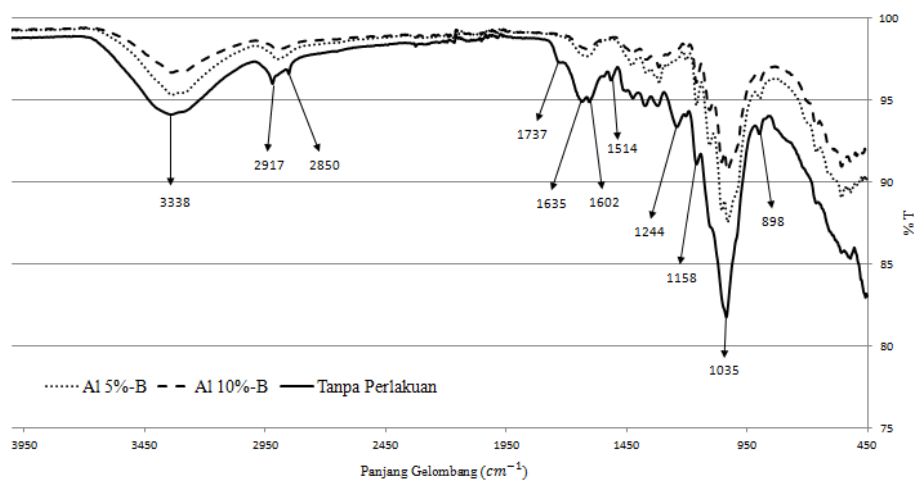
### *Analisis Gugus Fungsi MFC*



**Gambar 1.** Spektrum FTIR sorghum tanpa preparasi dan hasil alkalinasi (5% NaOH dan 10% NaOH)

Identifikasi gugus fungsi MFC dipelajari dengan membandingkan metode alkalinasi (variasi konsentrasi NaOH) pada serangkain perlakuan kimiawi. Gambar 1 menunjukkan spektrum FTIR serat sorghum tanpa perlakuan dan hasil alkalinasi dengan NaOH. Puncak pada panjang gelombang  $898 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan ikatan kimia C-O-C dari  $\beta$ -1,4-glycosidic yang diketahui sebagai daerah amorf pada selulosa [5] dan  $1035 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan terjadinya regangan ikatan kimia C-C dan C-O dari komponen selulosa, hemiselulosa, dan lignin pada serat sorghum. Puncak yang muncul pada panjang gelombang 1244, 1514, dan  $1602 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan terjadinya vibrasi regangan ikatan kimia *phenolic* C-O,

*aromatic rings*, dan C=C dari lignin, dan panjang gelombang  $1737\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan terjadinya regangan ikatan kimia C=O dari kehadiran adanya gugus asetil dan ester pada hemiselulosa atau kelompok asam karboksil pada kelompok ferulik dan *p-coumeric* pada lignin [6]. Kemudian puncak pada panjang gelombang  $2850$  dan  $2917\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan regangan ikatan C-H dan panjang gelombang  $3338\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan terjadinya regangan ikatan kimia O-H dari selulosa, hemiselulosa dan lignin pada serat. Terlihat pada gambar bahwa serat hasil alkalinasi memiliki persentase transmisi yang lebih tinggi dibandingkan serat tanpa perlakuan. Hal ini mengindikasikan bahwa perlakuan alkalinasi dapat mengurangi kandungan hemiselulosa dan lignin yang terdapat pada serat, yang ditunjukkan dengan meningkatnya transmittansi pada bilangan gelombang  $1737\text{ cm}^{-1}$  dan  $1602\text{ cm}^{-1}$ , sehingga dapat disimpulkan bahwa alkalinasi berhasil memisahkan lignin dan hemiselulose.

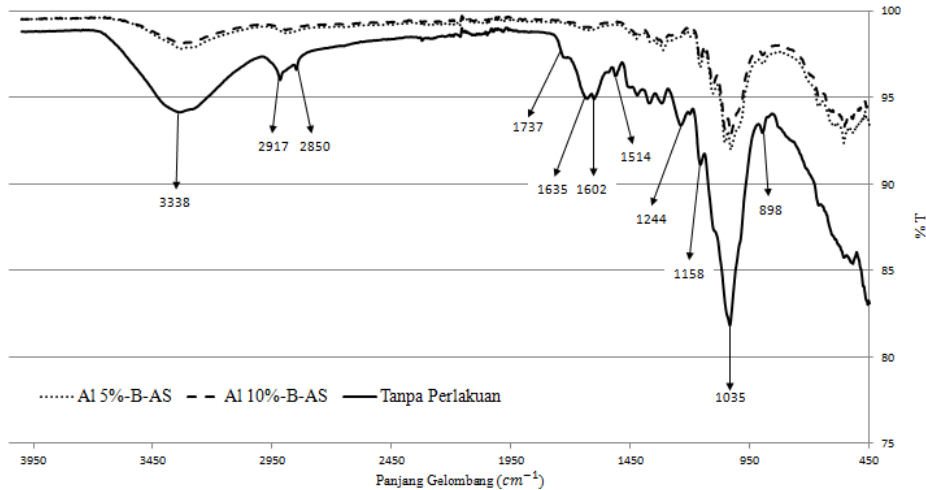


**Gambar 2.** Spektrum FTIR Sorghum tanpa preparasi dan hasil alkalinasi-bleaching (5% NaOH-B dan 10%NaOH-B)

Gambar 2 menunjukkan peningkatan persentase transmisi spektrum FTIR pada panjang gelombang  $898$  sampai  $1600\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini juga mengindikasikan bahwa perlakuan alkalinasi-bleaching mampu mengurangi komponen hemiselulosa dan lignin yang terkandung di dalam serat. Selain itu perlakuan ini juga dapat meningkatkan fraksi kristalin dari serat sorghum, yang ditandai dengan meningkatnya persentase transmisi pada panjang gelombang  $898\text{ cm}^{-1}$ .

Hal yang sama juga dapat dilihat pada perlakuan alkalinasi-bleaching-asetilasi yang ditunjukkan Gambar 3. Terlihat pada gambar tersebut bahwa hasil alkalinasi 10%-bleaching-asetilasi paling banyak mengurangi kandungan lignin dan hemiselulosa, sehingga juga akan mengurangi sifat

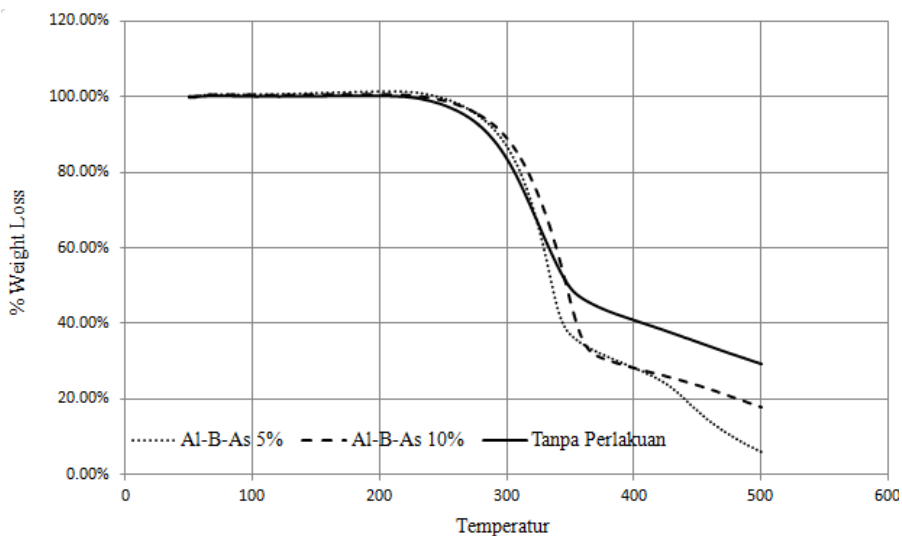
hidrofilik serat. Hal ini dipastikan oleh bilangan gelombang  $1035\text{ cm}^{-1}$  untuk serat tanpa perlakuan memiliki kandungan lignin dan hemiselulose dengan % transmitansi yang lebih curam. Dengan adanya proses perlakuan, kecuraman lembah berkurang sebesar 7% untuk proses alkalinasi 5%-B dan 12% untuk proses alkalinasi 10%-B.



**Gambar 3.** Spektrum FTIR sorghum tanpa preparasi dan hasil alkalinasi-bleaching-asetilasi (5% NaOH-B-As dan 10% NaOH-B-As)

### *Analisis Termal MFC*

Gambar 4 menunjukkan kurva TGA serat selulosa yang diperoleh dari hasil perlakuan kimia alkalinasi 1 yang dilanjutkan dengan *bleaching* dan asetilasi dimana terlihat secara keseluruhan, % berat mengalami degradasi (pengurangan massa) seiring dengan naiknya suhu. Dapat dilihat pada Gambar 4 bahwa serat hasil perlakuan kimia mengalami degradasi pada suhu  $300^{\circ}\text{C}$ , sedangkan serat tanpa perlakuan mengalami degradasi pada suhu  $280^{\circ}\text{C}$ . Degradasi sampel dimulai pada suhu  $250^{\circ}\text{C}$  yang mengindikasikan adanya penguapan air dari sampel serat selulosa itu sendiri. Hal ini sesuai dengan penelitian sebelumnya bahwa selulosa murni akan mengalami degradasi pada suhu sekitar  $250^{\circ}\text{C}$  dan setelah  $350^{\circ}\text{C}$ , residu yang tersisa terdekomposisi dengan laju degradasi yang lambat (penurunan kurva yang tidak signifikan) [6]. Dari Gambar 4 terlihat juga bahwa serat selulosa yang dihasilkan mengalami penurunan massa sebesar 70,81% pada suhu  $350^{\circ}\text{C}$  dan 71,02% pada suhu  $370^{\circ}\text{C}$ , lebih lambat dibandingkan dengan serat tanpa perlakuan yang mengalami penurunan massa 45,01% pada suhu  $345^{\circ}\text{C}$ .



**Gambar 4.** Perbandingan TGA serat selulosa sorghum tanpa preparasi dan setelah preparasi alkalinasi-bleaching-asetilasi (5% NaOH-B-As dan 10% NaOH-B-As)

## KESIMPULAN

Mikrofibril selulose (MFC) diperoleh dari serat batang sorghum melalui perlakuan kimia dengan proses alkalinasi menggunakan larutan NaOH 5 dan 10% yang dilanjutkan dengan proses *bleaching* dan asetilasi. Karakteristik MFC dengan preparasi kimia diikuti metode alkalinasi 10% NaOH-*bleaching*-asetilasi menunjukkan efisiensi yang lebih baik dibanding dengan alkalinasi 5% NaOH-*bleaching*-asetilasi atau tanpa preparasi. MFC memiliki kestabilan termal pada 265, 250, dan 225°C masing-masing dari proses alkalinasi 10% NaOH, proses alkalinasi 5% NaOH, dan tanpa preparasi. Hasil analisa gugus fungsi pada MFC teridentifikasi dari bilangan gelombang 1035, 1602, dan 1737  $\text{cm}^{-1}$ . Keberadaan MFC dapat ditunjukkan oleh berkurangnya kecuraman % transmitan sebesar 7% untuk proses alkalinasi 5%-B dan 12% untuk proses alkalinasi 10%-B.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Kepada DRPM Direktorat Jendral Penguatan Riset dan Pengembangan Ristek-Dikti No. Kontrak 807/K3/KM/SPK.LT/2016, serta Kepada Belmawa-Ristek Dikti Program Kreatifitas Mahasiswa tahun 2017 pada skim PKMP.

**DAFTAR PUSTAKA**

- [1]. El-Sakhawy M, Hassan ML. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues. *Carbohydr Polym* 2007;67(1):1-10.
- [2]. Faruk O, Bledzki AK, Fink H-P, Sain M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010. *Prog Polym Sci* 2012;37:1552-96.
- [3]. Fiore V, Di Bella G, Valenza A. The effect of alkaline treatment on mechanical properties of kenaf fibers and their epoxy composites. *Compos Part B Eng* 2015;68:14-21.
- [4]. Pabendon MB, Aqil M, Mas'ud S. Kajian sumber bahan bakar nabati berbasis sorgum manis. *Iptek Tanaman Pangan* 2015;7(2):123-9.
- [5]. Zainuddin SYZ, Ahmad I, Kargarzadeh H, Abdullah I, Dufresne A. Potential of using multiscale kenaf fibers as reinforcing filler in cassava starch-kenaf biocomposites. *Carbohydr Polym* 2013;92:2299-305.
- [6]. Ramahdita G, Ilmiati S, Suryanegara L, Khalid A, Chalid M. Preparation and characterization for sorgum-based micro-fibrillated celluloses. *Macromol Symp* 2017;371:69-74.