



## PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI METIL SELULOSA DARI BONGGOL DAN KULIT NANAS (*Ananas comosus*)

Lena Rahmidar<sup>1,2</sup>, Seruni Wahidiniawati<sup>2</sup>, dan Tety Sudiarti<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universitas BSI Bandung, Jalan Sekolah Internasional 1-6 Antapani, Bandung 40291

<sup>2</sup>UIN Sunan Gunung Djati Bandung, Jl. A.H.Nasution 105, Bandung 40614

email: lena@bsi.ac.id



### Abstract

**[MAKING AND CHARACTERIZATION OF CELLULOSE METHOD OF BONGGOL AND LEATHER LEATHER (*Ananas comosus*)]** Wastes of core and peel of pineapple are often not utilized properly, in fact the waste has nutritional content that can be useful. Carbohydrate content in the waste is large enough and allows to be utilized. The purpose of this research is for converting glucose into cellulose and synthesized into methylcellulose. The first stage is glucose from core and peel of pineapple converted into microbial cellulose with *Acetobacter xylinum* bacteria with the addition of nitrogen and carbon sources. The second stage is synthesis of methylcellulose with methylene chloride and the solvent aquadest/acetone. The dried microbial cellulose was firstly swelled with NaOH addition, then methylation by addition of solvent and methylene chloride and then refluxed at 50-60 °C. Then methyl cellulose neutralized, washed and dried at 50°C. The FTIR results showed typical cellulose uptake for cellulose microbial pineapple core at wave number 3377.36 cm<sup>-1</sup> for OH bonds and 2935.66 cm<sup>-1</sup> for CH bonds and in cellulose microbial pineapple peel at wave number 3377.36 cm<sup>-1</sup> for OH bonds and 2935.66 cm<sup>-1</sup> for the CH bonds. The ratio OH/CH of methyl cellulose-acetone has a smaller value in the core and peel of pineapple concluded that acetone is more efficient to use as a solvent at the methylation. The substitution value of the core and peel of pineapple skin is estimated to below based on the solubility test results.

**Keywords :** *Acetobacter xylinum*; methylcellulose; microbial cellulose; pineapple peel; pineapple core.

### Abstrak

Limbah bonggol dan kulit nanas mempunyai kandungan karbohidrat tinggi, tetapi seringkali tidak dimanfaatkan dengan baik. Kandungan karbohidrat yang terdapat dalam limbah tersebut cukup besar sehingga memungkinkan untuk dimanfaatkan lebih lanjut. Penelitian ini bertujuan untuk mengubah glukosa pada limbah nanas menjadi selulosa dan disintesis menjadi metil selulosa. Pada tahap pertama glukosa yang terdapat dalam bonggol dan kulit nanas diubah menjadi selulosa mikrobial dengan bantuan bakteri *Acetobacter xylinum* serta penambahan sumber nitrogen dan karbon. Tahap kedua adalah sintesis metil selulosa dengan metilen klorida dan pelarut akuades atau aseton. Selulosa mikrobial yang sudah kering terlebih dahulu dilakukan *swelling* dengan penambahan NaOH, kemudian dilakukan metilasi dengan penambahan pelarut dan metilen klorida kemudian direfluks pada suhu 50-60°C. Metil selulosa kemudian dinetralkan, dicuci dan dikeringkan pada suhu 50°C. Hasil FTIR menunjukkan serapan selulosa yang khas untuk metil selulosa bonggol nanas pada bilangan gelombang 3377,36 cm<sup>-1</sup> untuk ikatan O-H dan 2935,66 cm<sup>-1</sup> untuk ikatan C-H dan pada selulosa mikrobial kulit nanas yaitu 3377,36 cm<sup>-1</sup> untuk ikatan OH dan 2935,66 cm<sup>-1</sup> untuk ikatan C-H. Rasio OH/CH pada metil selulosa-aseton memiliki nilai yang lebih kecil pada metil selulosa bonggol maupun kulit nanas yang disimpulkan bahwa aseton lebih efisien untuk digunakan sebagai pelarut pada tahap metilasi. Nilai derajat substitusi dari metil selulosa bonggol dan kulit nanas diperkirakan masih rendah berdasarkan hasil uji kelarutannya.

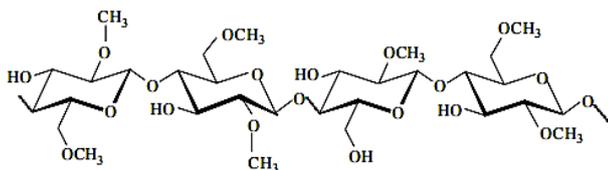
**Kata kunci :** *Acetobacter xylinum*; metil selulosa; selulosa mikrobial; bonggol nanas; kulit nanas.

### PENDAHULUAN

Selulosa ((C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub>) terdapat dalam tumbuhan sebagai bahan pembentuk dinding sel. Di antara senyawa karbon dalam tumbuhan, selulosa menunjukkan presentase karbon sangat besar dan

merupakan senyawa organik yang paling banyak [1]. Selulosa bisa diperoleh dari dua sumber utama yaitu dari tanaman dan selulosa yang dihasilkan oleh bakteri yaitu selulosa mikrobial (SM) [2]. Secara kimia selulosa adalah β-glukan, terdiri atas

rantai panjang satuan gula terikat  $\beta 1 \rightarrow 4$ , berbobot molekul mulai dari 100.000 sampai 200.000, yang mempunyai 3 gugus hidroksil yang bisa disubsitusi menjadi turunannya [3]. Salah satu turunan selulosa yaitu metil selulosa (Gambar 1) yang diketahui mempunyai banyak manfaat dalam bidang industri makanan, farmasi, dan kedokteran [4]. Metilselulosa dapat digunakan untuk berbagai keperluan seperti emulsifier pada industri kosmetik, makanan, farmasi, dan berbagai industri lainnya. Manfaat dan penggunaan metil selulosa ini tergantung pada nilai derajat substitusinya atau yang biasa disebut dengan DS[5].



Gambar 1. Struktur Metil Selulosa

Metil selulosa yang memiliki nilai DS sekitar 1,3 - 2,6 mempunyai sifat larut dalam air. Tetapi metil selulosa dengan DS sekitar 2,5 - 3 hanya larut dalam larutan organik murni atau campuran pelarut polar-nonpolar [6]. Sintesis metil selulosa biasanya menggunakan reaksi alkilasi dengan agen metil, yaitu reaksi sintesis Williamson yang merupakan reaksi penggantian halogen dengan gugus -OR yang biasa digunakan untuk sintesis eter [7]. Sintesis Williamson adalah metode yang paling umum untuk eterifikasi selulosa. Dalam reaksi tersebut, selulosa alkali direaksikan dengan alkil halida. Dalam reaksi tersebut terbentuk eter selulosa dan garam. Reaksinya adalah sebagai berikut:  $\text{Selulosa} - \text{OH} + \text{NaOH} + \text{CH}_2\text{Cl}_2 \rightarrow \text{Selulosa} - \text{O} - \text{CH}_2\text{Cl} + \text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}$

Pada penelitian sebelumnya sintesis metil selulosa dilakukan dengan cara memanfaatkan selulosa yang diisolasi dari ampas tebu (*Saccharum officinarum*) dan dimetil sulfat ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_4\text{S}$ ) sebagai agen metilasi dengan pelarut aseton dan toluen untuk menaikkan nilai derajat substitusinya [8]. Selain ampas tebu, limbah nenas juga banyak sekali dihasilkan sebagai produk samping pertanian.

Tanaman Nanas (*Ananas comosus*) merupakan salah satu buah yang mempunyai daging buah berwarna kuning, dan mempunyai kulit berwarna hijau kekuningan bila sudah matang. Nanas biasanya dikonsumsi langsung ataupun dibuat menjadi nanas olahan [9]. Nanas merupakan herba dengan

tinggi 0,5 - 1,5 m dengan daun panjang dan tebal yang ujungnya lancip menyerupai duri. Bunga nanas tersusun dalam bulir yang rata dengan tangkai panjang, berbungan pada umur 1,5 - 3 tahun. Buahnya bulat panjang, daging berwarna kuning muda, lunak dan manis rasanya [9]. Semakin banyak nanas yang dikonsumsi maka semakin banyak limbah nanas yang dihasilkan. Limbah nanas tersebut berupa bonggol dan kulit. Bonggol dan kulit nanas memiliki kandungan karbohidrat yang tinggi [9]. Karbohidrat memiliki peranan penting dalam menentukan karakteristik bahan makanan misalnya rasa, warna, tekstur, dan lain-lain [10]. Dilihat dari kandungannya, limbah tersebut bisa dimanfaatkan dengan mengubah kandungan glukosa pada bonggol dan kulit nanas menjadi selulosa, kemudian selulosa disintesis menjadi metil selulosa, yang juga disebut sebagai selulosa mikrobial.

Selulosa mikrobial merupakan polisakarida berantai lurus yang tersusun oleh molekul D-glukosa melalui ikatan  $\beta$ -1,4, dan mempunyai struktur kimia sama seperti selulosa yang berasal dari tumbuhan. Serat tunggal dari selulosa bakterial mempunyai diameter 50 nm dan terdapat dalam bentuk kumpulan serat-serat tunggal yang berdiameter sekitar 0,1-0,2 nm. Pembentukan selulosa mikrobial terjadi karena aktivitas bakteri *Acetobacter xylinum* dengan adanya nutrisi yang terdapat pada media tumbuh [11]. Dengan adanya peran bakteri *Acetobacter xylinum*, maka proses pembentukan selulosa dari glukosa ini disebut sebagai selulosa mikrobial, yang menjadi bahan baku metil selulosa.

Penelitian ini bertujuan untuk memanfaatkan limbah pertanian berupa bonggol dan kulit nanas yang banyak mengandung karbohidrat dalam bentuk glukosa, dan mengubahnya menjadi selulosa mikrobial yang kemudian dirubah lebih lanjut menjadi metil selulosa yang larut dalam air sehingga penggunaannya bisa lebih bervariasi.

## METODE PENELITIAN

Penelitian dilakukan di Laboratorium Biokimia UIN Sunan Gunung Djati, Bandung pada bulan April sampai dengan September 2017. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah metilen klorida 99,8%, natrium hidroksida (NaOH), natrium hidroksida (NaOH), starter bakteri (*Acetobacter xylinum*), amonium sulfat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ), asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) (glasial),

aseton 99,9%, alkohol 70%, nanas, air kelapa, gula pasir, dan akuades.

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap yaitu: (a) sintesis selulosa mikrobial bonggol dan kulit nanas, (b) pemurnian selulosa mikrobial, (c) sintesis metil selulosa, (d) pemurnian metil selulosa, (e) karakterisasi selulosa mikrobial dan metil selulosa dengan FTIR, dan (f) uji sifat fisika dan kimia.

Untuk sintesis selulosa mikrobial, sampel bonggol dan kulit nanas masing-masing 600 mL dihaluskan kemudian disaring dan konsentrasinya digunakan sebagai sampel. Kemudian konsentrat dipanaskan dengan suhu 100 °C sampai mendidih selama 30 menit. Masing-masing filtrat ditambahkan gula pasir 60 g dan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15 g, diaduk, dinginkan dan atur pH sampai pH 4. Masing-masing campuran ditambahkan starter *Acetobacter xylinum* dengan perbandingan filtrat dan starter yaitu 1:4, kemudian disimpan di dalam botol fox yang sudah steril, ditutup dengan koran. Waktu inkubasi dilakukan selama 9 pada suhu ruang (25 °C). Sebelumnya alat dilakukan sterilisasi di dalam autoklaf pada suhu 121 °C dan tekanan 2 atm selama 15 menit.

Selulosa mikrobial dari proses sebelumnya dimurnikan dari pengotor dengan cara direndam dengan larutan NaOH 50 mL selama 24 jam dan ditutup, kemudian direndam dengan CH<sub>3</sub>COOH 50 mL selama 24 jam, lalu dicuci dengan akuades secara berulang sampai bau asam hilang kemudian dikeringkan pada suhu 60°C selama 6 jam.

Untuk sintesis metil selulosa, sebanyak 5 g selulosa mikrobial dari bonggol dan kulit nanas masing-masing direndam dengan 100 mL NaOH 50% dan diaduk menggunakan *stirer magnetic* selama 24 jam, lalu disaring dan ditambahkan akuades/aseton dengan perbandingan selulosa mikrobial dengan akuades/aseton yaitu 1:20. Masing-masing direfluks pada suhu 50-60 °C selama 6 jam dan ditambahkan metilen klorida dengan perbandingan selulosa mikrobial dengan metilen klorida yaitu 1:10 secara bertahap. Campuran dinetralkan dengan asam asetat 10% dan dicuci dengan akuades hangat. Produk dikeringkan pada suhu 50 °C selama 6 jam.

Karakterisasi produk dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, uji kelarutan dan uji titik leleh. Uji kelarutan dilakukan dengan melarutkan MS pada akuades dingin (0-5 °C), NaOH 4%, dan asam asetat glasial. Uji ke-

larutan dilakukan untuk menentukan nilai DS pada MS kulit nanas dan MS bonggol nanas hasil sintesis. Uji sifat fisika yang dilakukan yaitu uji titik leleh.

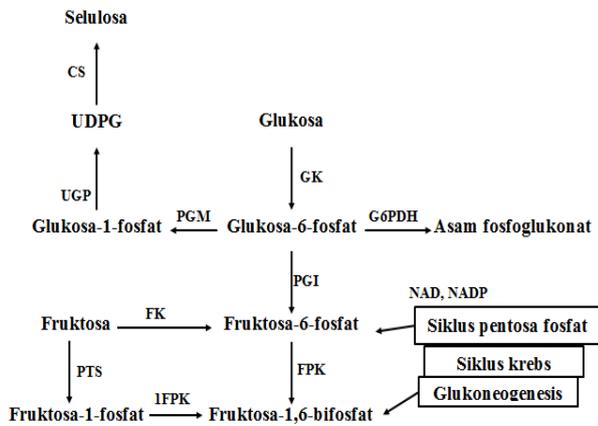
## HASIL DAN PEMBAHASAN

Salah satu bakteri yang mengeluarkan selulosa ekstrasel berasal dari genus *Acetobacter*, *Agrobacterium*, *Alcaligenes*, *Pseudomonas*, *Rhizobium*, atau *Sarcina*. Produsen BC yang paling efisien adalah *A. xylinum* atau *Gluconacetobacter xylinus*. *Acetobacter xylinum* mampu mensintesis kulit tipis ekstraseluler selulosa dari glukosa [11], yang dipengaruhi oleh faktor-faktor seperti tingkat keasaman, temperatur, dan udara [12]. Selain itu, bakteri *Acetobacter xylinum* juga membutuhkan media untuk hidup berupa sumber karbon, nitrogen, oksigen. Konsentrat bonggol dan kulit nanas digunakan sebagai media tumbuh karena mempunyai kandungan karbohidrat yang cukup banyak.

Pada masing-masing konsentrat dilakukan penambahan 60 g gula pasir dan juga 15 g (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Penambahan gula pasir berfungsi sebagai sumber energi bagi bakteri *Acetobacter xylinum* juga sebagai sumber karbon sedangkan penambahan amonium sulfat sebagai sumber nitrogen yang berguna untuk pembentukan protein yang digunakan untuk pembentukan sel dan pembentukan enzim bagi bakteri. Suhu optimum pertumbuhan bakteri tersebut berkisar 25-27 °C. Starter bakteri ditambahkan pada konsentrat dengan perbandingan konsentrat dan starter yaitu 1:4. pH optimum untuk pertumbuhan *Acetobacter xylinum* adalah 3-4, dengan asam asetat glasial sebagai larutan buffer. Pembuatan selulosa mikrobial tersebut dilakukan pada botol fox dengan ditutup menggunakan koran agar bakteri mendapatkan oksigen yang cukup, dengan masa inkubasi 9 hari. Proses fermentasi selulosa menghasilkan monomer selulosa, yang kemudian saling menyatukan membentuk biopolimer selulosa, yang akan memerangkap bakteri. Mekanisme biosintesis selulosa mikroba dapat dilihat pada Gambar 2.

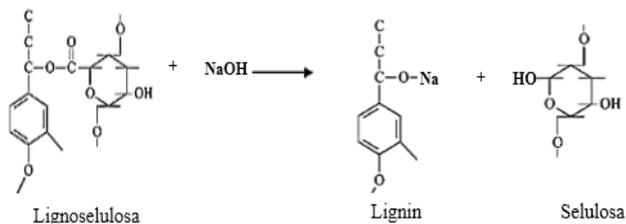
Pemurnian selulosa mikrobial dilakukan dengan merendam nata di dalam NaOH 4% yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dari komponen selain selulosa, lignin dan bakteri sisa. Komponen non selulosa seperti lignin di dalam

larutan didegradasi oleh NaOH sehingga menjadi larut. Lignin membentuk lapisan pelindung yang melapisi selulosa sehingga harus dihilangkan karena akan menghalangi pada saat proses metilasi. Pada tahap ini terjadi degradasi lignin oleh NaOH dimana lignin yang awalnya terikat dengan selulosa menjadi lepas. Mekanisme reaksinya dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 2. Biosintesis Selulosa Mikroba

NaOH dapat merusak lignin pada bagian kristalin dan amorf serta dapat memisahkan hemiselulosa. Ion  $\text{OH}^-$  pada NaOH akan menyerang lignin dan memutuskan ikatan-ikatan dasar lignin sedangkan ion  $\text{Na}^+$  akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat yang bersifat larut sehingga lignin pun akan ikut larut bersama NaOH.



Gambar 3. Degradasi lignoselulosa oleh NaOH

Pemurnian selanjutnya dilakukan dengan perendaman dalam asam asetat 4% sebanyak 50 mL. Perendaman bertujuan untuk menetralkan kandungan non selulosa yang terdapat pada selulosa mikrobial. Hasilnya yaitu nata (selulosa mikrobial) berubah warna menjadi putih. Selanjutnya dilakukan perendaman dengan akuades yang menyebabkan nata berwarna putih dan larutannya tidak berwarna dan terlihat jernih, perendaman dilakukan secara berulang yang berfungsi untuk menghilangkan kandungan dan bau dari

asam asetat. Selanjutnya dilakukan proses pengeringan pada nata.

Proses pembuatan metil selulosa melalui beberapa tahap yaitu tahap alkalisasi, metilasi, dan purifikasi. Tahap alkalisasi bertujuan untuk memperluas struktur kisi selulosa, bahan yang digunakan adalah soda kaustik (NaOH). Pada tahap alkalisasi ini diawali dengan merendam selulosa mikrobial dengan NaOH 50% selama 1 jam dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. NaOH akan menembus antara rantai selulosa yang terikat, kemudian memutuskan ikatan hidrogen antara gugus OH yang berdekatan, sehingga struktur yang kaku akan mengembang. Pengadukan dilakukan terus menerus bertujuan agar reaksi berlangsung secara optimal.

Proses yang terjadi yaitu NaOH menembus rantai antar selulosa dan melepaskan ikatan hidrogen yang terjalin antar rantai selulosa. Hal ini mengakibatkan gugus  $-\text{OH}$  pada selulosa mudah digantikan. Gugus  $-\text{OH}$  pada selulosa digantikan dengan gugus metil ( $-\text{CH}_3$ ) pada tahap metilasi. Penambahan NaOH memudahkan proses metilasi dan juga untuk mengaktifkan kembali zat eterisasi (pembukaan cincin epoksida), dengan begitu rantai selulosa menjadi terbuka, tidak kaku dan tidak ada ikatan hidrogen yang menghalangi proses metilasi.

Metilasi dilakukan dengan cara direfluks, hal ini dilakukan karena proses metilasi menggunakan bahan yang mudah menguap yaitu metilen klorida. Jika pada tahap ini dilakukan pemanasan biasa maka metilen klorida akan menguap sebelum reaksi berjalan sampai selesai. Air/aseton ditambahkan dengan perbandingan selulosa mikrobial dengan air/aseton yaitu 1:20 sebagai pelarut. Air/aseton ditambahkan sebagai pelarut. Pelarut aseton akan mengubah interaksi intermolekuler selulosa selama metilasi, dengan memodifikasi ikatan hidrogen di antara rantai yang membuatnya lebih mudah diakses, meningkatkan aksesibilitas zat alkilasi ke gugus hidroksil untuk modifikasi ikatan kimia.

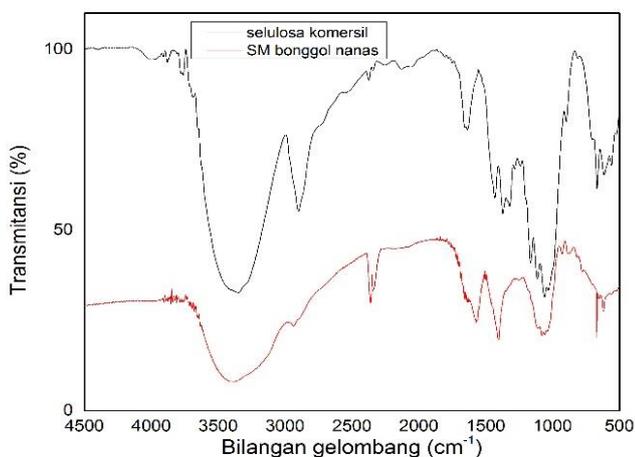
Tahap selanjutnya yaitu penambahan metilen klorida dengan perbandingan 1:10 pada suhu 50-60 °C. Metilasi menyebabkan perubahan karakteristik selulosa yang tidak larut dalam air menjadi larut dalam air hal ini karena gugus  $-\text{OH}$  dari selulosa disubstitusi oleh gugus  $-\text{CH}_3$  dari metilen klorida. Pada tahap metilasi dengan substituen hidrofobik, kisi selulosa diperluas. Dalam proses ini, ikatan hidrogen diputuskan dan

kelompok hidroksil hidrofilik dari unit anhidroglukot dapat diakses untuk hidrasi.

Metil selulosa yang dihasilkan dinetralkan dengan asam asetat 10%, dilanjutkan dengan penambahan akuades panas yang bertujuan untuk melarutkan pengotor selain metil selulosa. Metil selulosa mempunyai sifat larut dalam air dingin, sehingga pemurnian dilakukan dengan pencucian menggunakan akuades panas agar metil selulosa tidak ikut larut, dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C selama 6 jam.

Selulosa mikrobial dan metil selulosa dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform-Infra Red Spectra* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi serta senyawa lain yang ada di dalam selulosa mikrobial. Teknik spektroskopi digunakan untuk mengkonfirmasi perubahan yang diamati secara kuantitatif serta untuk mengetahui nilai DS dari turunan selulosa yang dihasilkan.

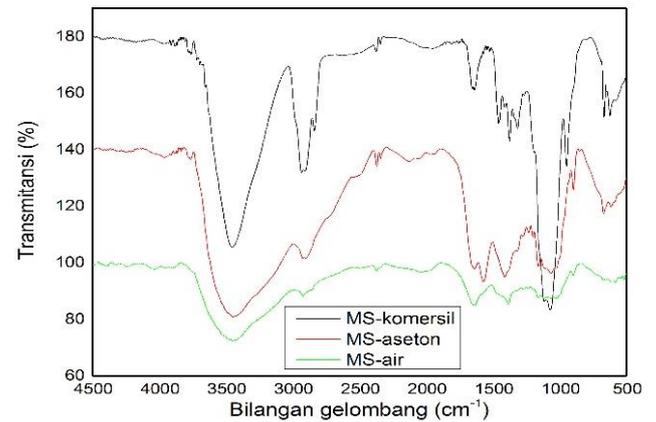
Rasio OH/CH pada Tabel 1 menunjukkan bahwa MS-aseton pada bonggol maupun kulit sama-sama memiliki nilai rasio OH/CH yang kecil, yang menunjukkan bahwa pelarut aseton lebih efektif digunakan untuk tahap metilasi pada metil selulosa hasil sintesis dari bonggol maupun kulit nanas, karena semakin kecil nilai rasio OH/CH maka semakin efektif pelarut tersebut digunakan untuk metilasi. Rasio OH/CH pada bonggol nanas memiliki nilai yang lebih kecil dibandingkan dengan rasio OH/CH pada kulit nanas yang berarti pada bonggol nanas metilasi terjadi lebih efektif.



Gambar 4. FTIR selulosa mikrobial dan komersil

Spektrum FTIR selulosa mikrobial pada Gambar 4 jika dibandingkan dengan metil selulosa pada Gambar 5, memperlihatkan bahwa gugus OH pada bilangan gelombang 3377,36 cm<sup>-1</sup> dari selulosa mikrobial digantikan dengan gugus metil, se-

hingga intensitas puncak serapan gugus metil pada bilangan gelombang 2900 cm<sup>-1</sup> sedikit meningkat ditandai dengan puncak yang lebih panjang dan runcing [13].



Gambar 5. Perbandingan spektrum FTIR MS komersil, MS hasil sintesis dengan pelarut air dan aseton

Tabel 1. Hasil FTIR SM, MS-air, dan MS- Aseton

Gugus Fungsi	SM	MS-air	MS-aseton
O-H regangan	3377,36	3448,72	3446,76
C-H regangan gugus CH <sub>2</sub> ; CH <sub>3</sub>	2935,66	2922,16	2920,23
C=O regangan dengan cincin aromatik	1637,56	1631,78	1635,64
C=C regangan dari cincin aromatik	1568,13	-	-
lignin			
CH <sub>2</sub> (ulur)	1404,18	1381,03	1411,89
C-O-C regangan non simetris	1112,92	1159,22	1159,22
C-O regangan simetris dari alkohol primer	1056,99	1070,49	1064,71
$\beta$ -glikosidik	929,69	894,97	896,90

Perubahan bilangan gelombang untuk pereangan ikatan O-H dan C-H menegaskan efisiensi dari proses metilasi. Hasil analisis FTIR menunjukkan adanya puncak serapan gugus metil pada MS-aseton maupun MS-air masing-masing pada bilangan gelombang 2922,16 dan 2920,23 cm<sup>-1</sup>, yang menunjukkan terbentuknya senyawa metil selulosa dengan adanya puncak semakin tajam dan runcing pada MS-air maupun MS-aseton jika

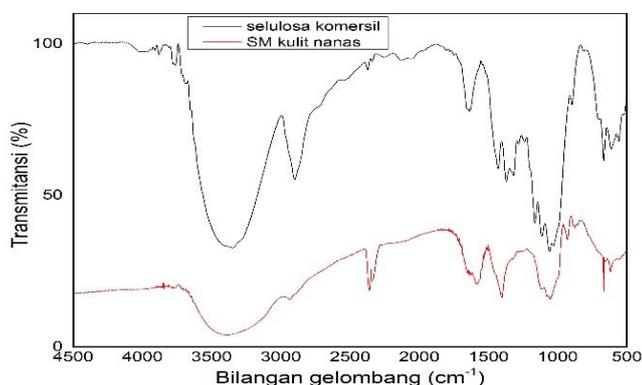
dibandingkan dengan selulosa mikrobial [14]. Hasil analisis FTIR, menunjukkan bahwa selulosa mikrobial telah termetilasi dengan menggunakan perhitungan perbandingan rasio peregangan O-H dan C-H.

Tabel 2. Rasio OH/CH

Nama Sampel	Rasio OH/CH
Selulosa Mikrobial	2,7826
MS-Air	2,5802
MS-Aseton	1,8523

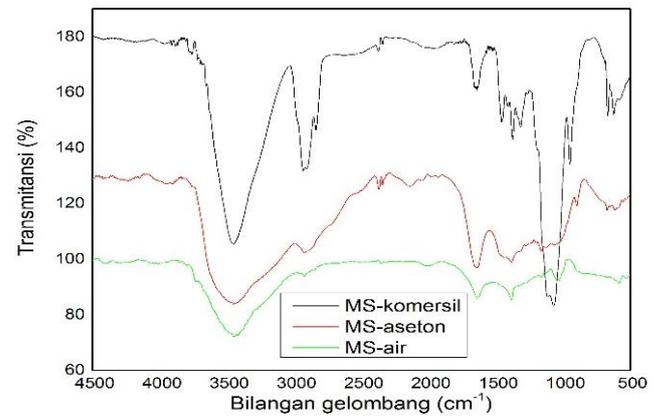
Pelarut aseton mempunyai keefektifan yang lebih baik dibandingkan dengan pelarut air pada tahap metilasi (Tabel 2). Hal tersebut bisa dilihat bahwa nilai rasio OH/CH MS-aseton lebih kecil jika dibandingkan dengan nilai rasio MS-air, dimana semakin kecil nilai rasio OH/CH maka semakin efektif pelarut tersebut untuk digunakan pada tahap metilasi.

Bila spektrum FTIR Gambar 6 dibandingkan dengan Gambar 7 maka akan terlihat bahwa gugus OH pada bilangan gelombang  $3377,36\text{ cm}^{-1}$  dari selulosa mikrobial digantikan dengan gugus metil, sehingga intensitas puncak serapan gugus metil pada bilangan gelombang  $2900\text{ cm}^{-1}$  sedikit meningkat ditandai dengan puncak yang lebih panjang dan runcing dibandingkan dengan selulosa mikrobial.



Gambar 6. Spektrum FT-IR SM dan komersil.

Perubahan bilangan gelombang untuk peregangan ikatan O-H dan peregangan ikatan C-H menegaskan efisiensi proses metilasi. Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR menunjukkan adanya puncak serapan gugus metil pada MS-aseton maupun MS-air masing-masing pada bilangan gelombang  $2922,16\text{ cm}^{-1}$  dan  $2920,23\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 7. FTIR MS komersil, MS hasil sintesis dengan pelarut air dan aseton.

Hal ini menunjukkan terbentuknya senyawa metil selulosa dengan adanya puncak pada bilangan gelombang  $2922,16\text{ cm}^{-1}$  dan  $2920,23\text{ cm}^{-1}$  yang ditunjukkan dengan spektrum yang semakin tajam dan runcing pada MS-air maupun MS-aseton jika dibandingkan dengan selulosa mikrobial.

Tabel 3. FTIR selulosa mikrobial (SM), Metil selulosa (MS) air, dan metil selulosa (MS) Aseton

Gugus Fungsi	SM	MS-air	MS-aseton
O-H regangan	3377,3	3442,9	3448,7
C-H regangan CH <sub>2</sub> dan CH <sub>3</sub>	2935,6	2922,1	2920,2
C=O regangan aromatik	1637,5	1635,6	1641,4
C=C regangan aromatik	1583,5	-	-
CH <sub>2</sub> (ulur) C-O-C	1404,1	1384,8	1411,8
regangan non simetris	1116,7	1157,2	1163,1
C-O regangan simetris alkohol primer	1053,1	1035,7	1056,9
β-glikosidik	929,69	842,89	896,9

Berdasarkan nilai absorbansi pada hasil analisis dengan FTIR, bisa dilihat bahwa selulosa mikrobial telah termetilasi dengan menggunakan perhitungan perbandingan rasio peregangan O-H dan C-H.

Tabel 4. Rasio OH/CH

Nama Sampel	Rasio OH/CH
Selulosa Mikrobial	3,1285
MS-Air	5,0714
MS-Aseton	1,9078

Berdasarkan hasil perhitungan rasio OH/CH pada Tabel 4 yang dihitung dari data absorbansi hasil FTIR diketahui bahwa pelarut aseton mempunyai keefektifan yang lebih baik dibandingkan dengan pelarut air pada tahap metilasi. Hal tersebut bisa dilihat bahwa MS-aseton memiliki nilai rasio OH/CH yang lebih kecil jika dibandingkan dengan nilai MS-air, karena semakin kecil nilai rasio OH/CH maka semakin efektif pelarut tersebut untuk digunakan pada tahap metilasi.

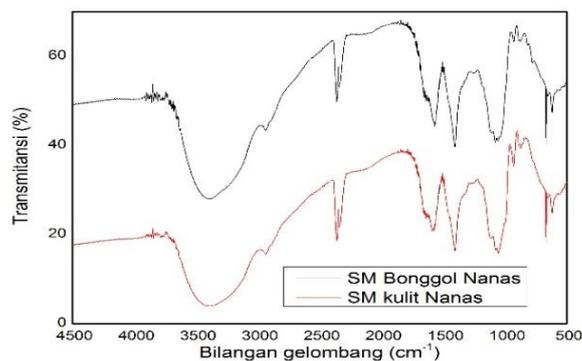
Metil selulosa dikarakterisasi dengan spektrofotometer FTIR, juga dilakukan uji kelarutan dan uji titik leleh. Uji kelarutan menentukan perkiraan besarnya rentang nilai DS pada MS hasil sintesis. Kelarutan MS hasil sintesis dilarutkan dalam akuades dingin (0-15°C), NaOH 4%, dan asam asetat glasial. Masing-masing larutan tersebut menentukan besarnya rentang nilai DS yang dapat menentukan karakteristik MS.

Besarnya nilai DS menentukan banyaknya gugus O-H yang tersubstitusi oleh gugus C-H yang bisa menentukan sifat dari metil selulosa yang terbentuk dan juga aplikasinya. Untuk metil selulosa dengan nilai DS >2,5 bisa digunakan sebagai pengemulsi makanan. Hasil uji kelarutan MS hasil sintesis menunjukkan semua MS tidak larut dalam akuades dingin (0-15°C), NaOH 4%, maupun dalam asam asetat glasial, hal tersebut menunjukkan bahwa metil selulosa hasil sintesis mempunyai nilai DS yang sangat rendah.

Selain uji kelarutan, semua sampel juga dilakukan uji titik leleh. Namun hasil yang didapatkan yaitu semua sampel MS tidak mempunyai titik leleh, hal ini dikarenakan sampel yang belum termetilasi sempurna sehingga sifatnya masih menyerupai selulosa yang tidak memiliki titik leleh.

Hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa SM yang dihasilkan dari kedua sampel hampir sama terlihat dari puncak-puncak yang muncul pada grafik tersebut (Gambar 8). Untuk tabel hasil perbandingan analisis FTIR SM pada bonggol dan kulit nanas dapat dilihat pada Tabel 5. Berdasarkan tabel tersebut, tidak ada perbedaan yang signifikan dari kedua SM tersebut terlihat dari puncak yang muncul memiliki angka yang tidak jauh berbeda. Perbedaan hanya pada jumlah SM yang dihasilkan dari sampel bonggol nanas lebih banyak dibandingkan SM yang dihasilkan dari kulit nanas, yang disebabkan oleh kandungan karbohidrat dari bonggol nanas lebih besar dibandingkan dari kulit nanas sehingga glukosa

yang difermentasi oleh bakteri *Acetobacter xylinum* lebih banyak, yang menyebabkan jumlah SM yang dihasilkan pun lebih banyak.

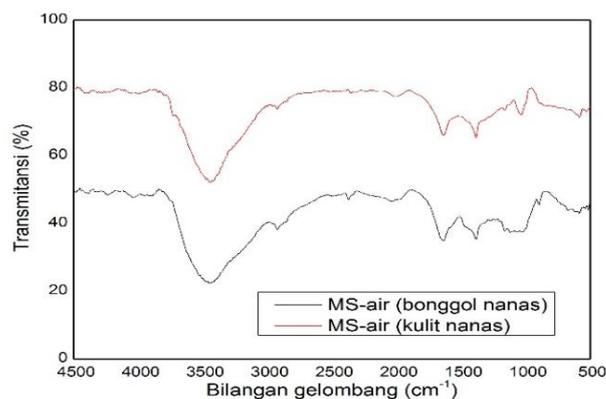


Gambar 8. Spektrum FTIR bonggol dan kulit nanas

Berdasarkan hasil penelitian didapatkan rendemen selulosa mikrobial pada bonggol nanas sebesar 9,20% dan pada kulit nanas sebesar 8,39%.

Tabel 5. Perbandingan hasil analisis FTIR SM bonggol dan kulit nanas

Gugus Fungsi	SM Bonggol	SM Kulit
O-H regangan	3377,36	3377,36
C-H regangan dari gugus CH <sub>2</sub> dan CH <sub>3</sub>	2935	2935,66
C=C regangan dari cincin aromatik lignin	1568,13	1583,56
CH <sub>2</sub> (ulur)	1404,18	1404,18
C-O-C regangan non simetris	-	1116,78
C-O regangan simetris dari alkohol primer	1056,99	1053,13
β-glikosidik	929,69	929,69



Gambar 9. Perbandingan spektrum FTIR MS-aseton pada bonggol dan kulit nanas

Rasio OH/CH menunjukkan bahwa MS-aseton pada bonggol maupun kulit sama-sama memiliki nilai rasio OH/CH yang kecil (Tabel 6). Hal ini berarti bahwa pelarut aseton lebih efektif digunakan untuk tahap metilasi pada metil selulosa hasil sintesis dari bonggol maupun kulit nanas, karena semakin kecil nilai rasio OH/CH maka semakin efektif pelarut tersebut digunakan untuk metilasi. Rasio OH/CH pada bonggol nanas memiliki nilai yang lebih kecil dibandingkan dengan rasio OH/CH pada kulit nanas yang berarti pada bonggol nanas metilasi terjadi lebih efektif.

Tabel 6. Perbandingan Rasio OH/CH

Nama Sampel	Rasio OH/CH (Bonggol)	Rasio OH/CH (Kulit)
Selulosa Mikrobial	2,7826	3,1285
MS-Air	2,5802	5,0714
MS-Aseton	1,8523	1,9078

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

Metil selulosa yang disintesis dari bonggol dan kulit nanas menghasilkan nata yang berwarna putih dengan jumlah rendemen metil selulosa bonggol dengan kulit yaitu masing-masing 9,20% dan 8,39%. Hasil FTIR menunjukkan serapan selulosa yang khas untuk selulosa mikrobial bonggol nanas pada bilangan gelombang  $3377,36 \text{ cm}^{-1}$  untuk ikatan O-H dan  $2935,66 \text{ cm}^{-1}$  untuk ikatan C-H dan pada SM kulit nanas yaitu  $3377,36 \text{ cm}^{-1}$  untuk ikatan OH dan  $2935,66 \text{ cm}^{-1}$  untuk ikatan C-H.

Aseton lebih efektif digunakan sebagai pelarut dibandingkan air pada saat tahap metilasi, hal ini dibuktikan berdasarkan FTIR hasil perhitungan rasio OH/CH yaitu metil selulosa -aseton memiliki nilai yang lebih kecil dibandingkan dengan metil selulosa-air.

Berdasarkan hasil penelitian yang sudah kami lakukan, masih ada beberapa kekurangan yang bisa diperbaiki pada penelitian berikutnya, yaitu mencari pelarut yang lebih tepat kepolarannya untuk metil selulosa serta mencari kondisi optimum untuk bisa meningkatkan derajat metilasi.

## DAFTAR PUSTAKA

1. Sene, C. F., McCann, M.C., Wilson, R.H. Grinter, R. . Fourier-transform Raman and Fourier-transform infrared spectroscopy (an investigation of five higher plant cell walls and their components). *Plant Physiology*, 1994: 106(4): 1623-1631.
2. Lynd, L. R., Weimer, P. J., Van Zyl, W. H., & Pretorius, I. S. Microbial cellulose utilization: fundamentals and biotechnology. *Microbiology and Molecular Biology reviews*, 2002:66(3):506-577.
3. J.B Harborne, *Metode Fitokimia*. Bandung: ITB, 1987. ISBN 979-8001-14-1.
4. Sievens-Figueroa, Lucas, Anagha Bhakay, Jackeline I. Jerez-Rozo, Natasha Pandya, Rodolfo J. Romañach, Bozena Michniak-Kohn, Zafar Iqbal, Ecevit Bilgili, and Rajesh N. Davé. Preparation and characterization of hydroxypropyl methyl cellulose films containing stable BCS Class II drug nanoparticles for pharmaceutical applications. *International Journal of Pharmaceutics* 2012:423 (2):496-508.
5. Flourey, J., Anne Desrumaux, Monique AV Axelos, Jack Legrand., Effect of high pressure homogenisation on methylcellulose as food emulsifier. *Journal of Food Engineering*, 2003:58(3):227-238.
6. Tanja Wustenberg, *Cellulose and Cellulose Derivatives in Food Industry*. Germany: Markono Print Media, 2015. ISBN 978-3-527-33758-3.
7. Omang Komarudin, *Solusi Smart Kimia*. Jakarta: Cmedia, 2014. ISBN 6021609395
8. Viera, R. G., Rodrigues Filho, G., de Assuncao, R. M., Meireles, C. D. S., Vieira, J. G., dan de Oliveira, G. S., Synthesis and Characterization of Methylcellulose from Sugar Cane Bagasse Cellulose *Carbohydrate Polymers*, 2007: 67(2):182-189.
9. Indah Apriyanty, *Seluk Beluk Nanas dan penanamannya*. Bandung: Jasa Grafika, 2009. ISBN: 978-979-003-028-2.
10. Anna Poedjadi and F.M Titin Supriyanti, *Dasar-dasar Biokimia*. Jakarta: Universitas Indonesia (UI-Press), 2005. ISBN 979-456-119-3.
11. Philips G.O and Williams P.A, *Handbook of Hydrocolloids*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2000. ISBN 978-184-569-587-3
12. Susheel Kaila, B.S Kaith, and Inderjeet Kaur, *Cellulose Fiber: Bio- and Nano- Polymer Composite*. New York: Springer, 2011. ISBN 978-3642-17370-7.

13. Ibrahim, N. A., Azraaie, N., Abidin, N. A. M. Z., Razali, M., Amira, N., Aziz, F. A., & Zakaria, S., XRD and FTIR studies of natural cellulose isolated from pineapple (*Ananas comosus*) leaf fibres. In *Advanced Materials Research, 2015*: 1087: 197-201.
14. Bhatia, L., & Johri, S.. FTIR Analysis and Optimization of Simultaneous Saccharification and Fermentation Parameters for Sustainable Production of Ethanol from Peels of *Ananas comosus* by *Mucor indicus* MTCC 4349. *Waste and Biomass Valorization, 2016*:7(3),427-438.

Penulisan Sitasi Artikel ini ialah

Rahmidar, L., Seruni Wahidiniawati, Tety Sudiarti, Pembuatan dan Karakterisasi Metil Selulosa Dari Bonggol dan Kulit Nanas (*Ananas comosus*), *Alotrop*, 2018: 2(1):88-96.