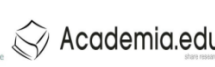




**PREPARASI DAN KARAKTERISASI
MIKROKRISTALIN SELULOSA (MCC) BERBAHAN BAKU
TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT (TKKS)
Fepri Effendi¹, Rina Elvia², Hermansyah Amir³
^{1,2,3}Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP
Universitas Bengkulu
e-mail : feprieffendi@gmail.com**



Abstract

[PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE (MCC) MADE FROM EMPTY PALM OIL BUNCHES (TKKS)] Empty Palm bunches (TKKS) is solid waste from industrial processing of oil palm (*Elaeis guineensis* Jacq) that have a high cellulose content. This research aims to synthesize Microcrystalline Cellulose (MCC) from TKKS and determine the characteristics of the MCC produced. The manufacturing process begins with the MCC delignifikasi multistage pulping TKKS using mixed of 3.5% HNO_3 and NaNO_2 in temperatures of 90 °C for 2 hours, followed by heating of a mixture of 2% NaOH and Na_2SO_3 2 % at temperature 50°C for 2 hours. The second stage of the lignification process is done using NaOH 17.5 %, followed by hydrolysis towards α -Cellulose lignification results with heating in the aqueous solution of HCl at concentrations of 3, 3.5 and 4 M for 30, 45 and 60 minutes. From the results obtained from the hydrolysis of the optimum yield of 80.73 %, i.e., MCC that use concentration of HCl 3 M for 30 minutes. MCC produced then analyzed using FTIR, XRD, and PSA. FTIR absorption for MCC results showed an of waves number on a 3375.43 cm^{-1} and 2899,01 cm^{-1} , indicating the presence of hydroxyl OH and CH. The results of the analysis with the PSA suggests that MCC has generated a measure of particle diameter 0.5281 μm . Using XRD analysis results that MCC has a degree of crystallinity of 86,79 %. And the results of testing the content of carbohydrates in MCC produced shows levels of carbohydrates of 88.36 %.

Keywords : TKKS, MCC, α -Cellulose, SFTIR, PSA, XRD.

Abstrak

Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) merupakan limbah padat dari industri pengolahan Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis* Jacq) yang memiliki kandungan selulosa yang tinggi. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis Mikrokristalin Selulosa (MCC) dari TKKS dan menentukan karakteristik MCC yang dihasilkan. Pembuatan MCC dimulai dengan proses delignifikasi multistage pulping TKKS menggunakan campuran HNO_3 3,5% dan NaNO_2 pada temperatur 90°C selama 2 jam, dilanjutkan dengan pemanasan didalam campuran NaOH 2% dan Na_2SO_3 2% pada temperatur 50°C selama 2 jam. Proses delignifikasi tahap kedua dilakukan menggunakan larutan NaOH 17,5%, yang dilanjutkan dengan proses hidrolisis terhadap α -Selulosa hasil delignifikasi dengan pemanasan didalam larutan HCL pada konsentrasi 3, 3,5, dan 4 M selama 30, 45 dan 60 menit. Dari hasil hidrolisis diperoleh rendemen optimum dari MCC yaitu sebesar 80,73% yang menggunakan konsentrasi HCl 3 M selama 30 menit. MCC yang dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan FTIR, PSA dan XRD. Serapan FTIR dari MCC hasil menunjukkan adanya bilangan gelombang pada 3375,43 cm^{-1} dan 2899,01 cm^{-1} yang mengindikasikan keberadaan gugus OH dan CH. Hasil analisis dengan PSA menunjukkan bahwa MCC yang dihasilkan memiliki ukuran diameter partikel 0,5281 μm . Dari hasil analisis menggunakan XRD diketahui bahwa MCC memiliki tingkat kristalinitas sebesar 86,79 % dan hasil pengujian kandungan karbohidrat dari MCC yang dihasilkan menunjukkan kadar karbohidrat sebesar 88,36%.

Kata kunci : TKKS, MCC, α -Selulosa, SFTIR, PSA, XRD.

PENDAHULUAN

Tumbuhan hingga saat ini merupakan salah satu sumber utama untuk memenuhi berbagai kebutuhan manusia [1]. Berbagai senyawa kimia dapat diperoleh dari kandungan metabolit primer maupun sekunder yang terkandung didalam suatu tanaman [2]. Salah satu kandungan metabolit primer adalah berupa lemak yang terkandung pada

buah dari tanaman [3]. Salah satu tanaman yang banyak dibudidayakan sebagai penghasil lemak adalah tanaman Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis* Jacq) [4]. Pada proses pengolahan untuk mengambil kandungan lemak dalam bentuk minyak pada tanaman kelapa sawit akan juga menghasilkan beberapa produk samping berbentuk limbah sisa hasil pengolahan berupa limbah padat dan limbah

cair [5], antara lain adalah limbah padat tandan kosong kelapa sawit (TKKS), serabut (fiber), dan cangkang kelapa sawit [6], serta limbah cair *Palm Oil Mill Effluent (POME)* [7]. Jumlah limbah TKKS merupakan limbah padat yang paling banyak dihasilkan, yang hampir sama dengan jumlah produksi minyak sawit mentah itu sendiri [8], sehingga keberadaan TKKS yang tidak tertangani akan menyebabkan bau busuk dan menjadi tempat bersarangnya serangga lalat yang dapat mencemari lingkungan dan menyebarkan bibit penyakit [9]. TKKS memiliki kandungan selulosa yang tinggi, sehingga dapat diusahakan pemanfaatannya menjadi bahan baku material lain yang berbasis selulosa antara lain berupa material mikrokristalin selulosa (MCC) [10]. MCC adalah suatu material yang dapat diperoleh secara kimia dengan menggunakan metode delignifikasi menggunakan larutan basa NaOH yang disertai dengan proses pemanasan, yang selanjutnya dihidrolisis dengan menggunakan asam mineral seperti HCl dan H₂SO₄ [11]. Material MCC banyak dibutuhkan didalam kehidupan sehari-hari karena merupakan bahan tambahan penting dalam bidang farmasi, kosmetik, makanan dan industri lainnya [12]. Ada beberapa kelebihan pada material MCC di antaranya yaitu memiliki sifat alir, kompaktilitas, dan kemampuan pengikatan yang baik [13]. Sebagai bahan baku pembuatan MCC telah dicoba dari berbagai sumber diantaranya rotan [14], Kapas [15] dan lain sebagainya. Berdasarkan uraian di atas, maka diperlukan suatu penelitian untuk melakukan preparasi dan karakterisasi MCC yang menggunakan bahan baku Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS).

METODE PENELITIAN

Proses pembuatan MCC dari TKKS dilakukan melalui beberapa tahapan pengerjaan. Pada tahap awal sampel TKKS dicuci bersih, dijemur dibawah sinar matahari hingga kering, selanjutnya ditumbuk dan diayak sehingga dihasilkan TKKS berbentuk serbuk. Selanjutnya dilakukan ekstraksi dari TKKS dengan larutan campuran benzen dan etanol 2:1 yang bertujuan untuk menghilangkan zat ekstraktif yang terkandung pada TKKS. Proses delignifikasi TKKS untuk menghilangkan kandungan lignin TKKS dilakukan dengan metode multistage pulping yaitu dengan memanaskan serbuk kering TKKS yang telah diekstraksi menggu-

nakan campuran HNO₃ 3,5% dan NaNO₂ pada temperatur 90 °C selama 2 jam, sehingga akan menghilangkan lignin menjadi nitro lignin sekaligus juga untuk menghilangkan hemiselulosa [16]. Selanjutnya dilakukan pemanasan kembali dengan menggunakan campuran NaOH 2% dan Na₂SO₃ 2% pada temperatur 50 °C selama 2 jam yang bertujuan untuk penyempurnaan pembebasan lignin dari TKKS [17], dilanjutkan dengan penyaringan dan pencucian dengan aquadest sampai residu memiliki pH netral. Proses pemutihan TKKS hasil delignifikasi tahap pertama dilakukan dengan proses *bleaching* menggunakan larutan NaOCl/Bayclin yang disertai pemanasan, dengan tujuan menghasilkan holoselulosa [18], yang dilanjutkan dengan proses *bleaching* kedua yang menggunakan H₂O₂. Tahapan delignifikasi kedua dilakukan melalui proses pemanasan menggunakan larutan NaOH 17,5%. terhadap hasil tahap delignifikasi pertama, dengan tujuan menghasilkan α -selulosa akibat terpisahnya kandungan β -selulosa, γ -selulosa dan α -selulosakarena adanya perbedaan sifat β -selulosa dan γ -selulosa yang larut dan senyawa α -selulosa yang tidak larut [19]. Hasil dari proses delignifikasi kedua ini akan menghasilkan senyawa α -selulosa yang lebih murni dan selanjutnya dilakukan pemutihan kembali dengan menggunakan H₂O₂ 10%. [20]. Tahap selanjutnya adalah proses pembuatan MCC dengan menghidrolisis α -selulosa menggunakan HCl [21], dimana gugus H⁺ yang terbentuk akan memutuskan ikatan glukosidik pada selulosa membentuk monomer gula yang lebih sederhana [22]. Hidrolisis dengan larutan HCl akan menghasilkan rendemen yang lebih tinggi dibandingkan bila menggunakan larutan H₂SO₄ karena H₂SO₄ akan merusak gugus -OH pada selulosa [23]. Pada penelitian ini proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan larutan HCl pada konsentrasi 3, 3,5, dan 4 M selama 30, 45 dan 60 menit. Konsentrasi HCl yang digunakan akan mempengaruhi jumlah rendemen yang dihasilkan, dimana semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka proses hidrolisis akan semakin meningkat sehingga akan banyak terbentuk monomer glukosa yang larut pada saat pencucian, yang dapat menurunkan rendemen dari mikrokristalin [24].

Tahap terakhir penelitian adalah berupa penentuan karakteristik dari MCC yang diperoleh menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Particle Size Analyzer (PSA),

X-Ray Diffraction (XRD), dan uji Karbohidrat yang dilakukan dengan uji kualitatif menggunakan uji Benedict dan uji kuantitatif yang menggunakan metode *Carbohydrate By Different*

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari proses ekstraksi pengotor dalam TKKS diperoleh zat ekstraktif sebesar 6,7% , yang hampir sama dengan hasil dari penelitian sebelumnya yaitu sebesar 4,19% [25]. Dari proses hidrolisis terhadap α -selulosa hasil proses delignifikasi yang dilakukan dengan beberapa kali , diperoleh rendemen dari α -selulosa sebesar 30,78%. Besarnya rendemen hasil MCC dari proses hidrolisis dengan larutan HCL dapat dilihat pada Tabel 1 di bawah ini

Tabel 1. Rendemen Hasil MCC Pada Berbagai Konsentrasi HCL

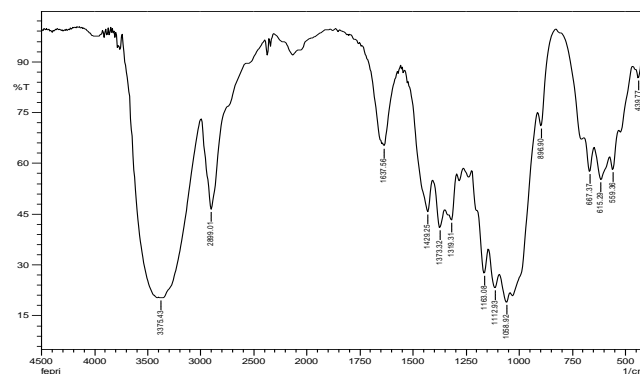
Perlakuan	Konsentrasi HCL (M)	Rendemen (%)
1	3	80,73
2	3,5	75,59
3	4	68,69

Semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan menyebabkan semakin rendahnya rendemen yang dihasilkan. Rendahnya konsentrasi HCl yang digunakan menyebabkan rendemen MCC yang dihasilkan akan semakin tinggi. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka proses hidrolisis akan semakin sempurna sehingga akan lebih banyak terbentuk monomer glukosa yang larut pada saat pencucian. Untuk produk MCC yang dihasilkan pada penelitian ini bentuknya dapat dilihat pada Gambar 2.

MCC yang dihasilkan dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi, karakterisasi yang pertama menggunakan *SFTIR*. Karakterisasi menggunakan *SFTIR* bertujuan untuk menentukan gugus fungsi pada sampel MCC. Gambar 3 menunjukkan spektrum *FTIR* yang dihasilkan dari sampel MCC. Spektrum *FTIR* sampel MCC memperlihatkan puncak pada bilangan gelombang 3375,43 , 2899,01 , 1637,56 , 1429,25 , 1319,31 – 1373,32 , 1112,93 – 1163,08 dan 1058,92 cm^{-1}



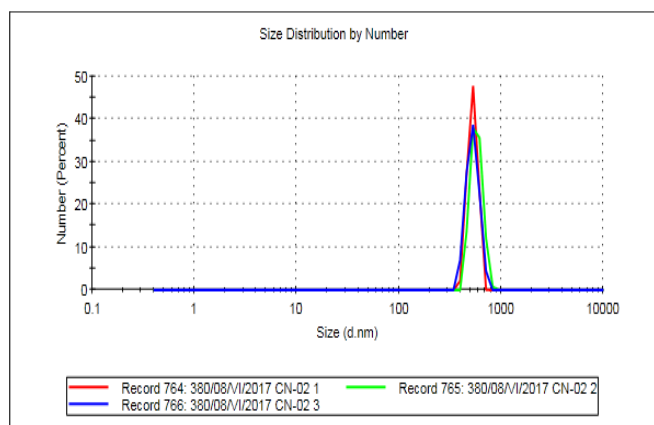
Gambar 2. Produk MCC Yang Diperoleh



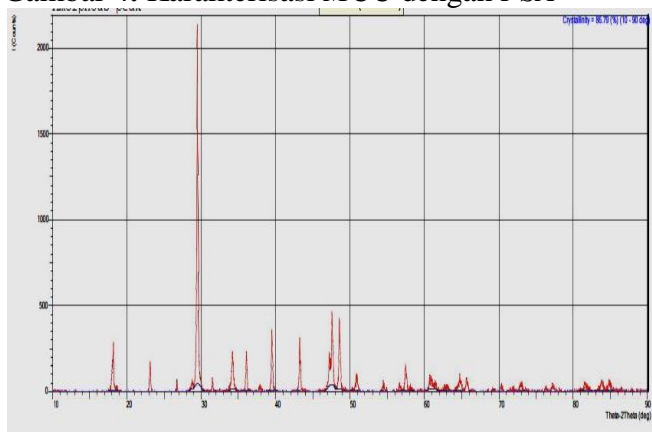
Gambar 3. Spektrum *FTIR* MCC

Puncak-puncak tersebut mengindikasikan adanya gugus O-H, C-H , C=O, C-O-C dan C-O *stretching*, serta CH₂ dan C-H *bending*. Kemudian pada puncak 896,90 cm^{-1} mengindikasikan keberadaan dari β -Glikosida. Analisis spektrum *FTIR* memperlihatkan bahwa MCC yang dihasilkan merupakan senyawa selulosa murni. Spektrum *FTIR* memperlihatkan terjadinya penurunan nilai absorbansi pada bilangan gelombang 3375,43 dan 2899,01 cm^{-1} , yang menunjukkan terjadinya penurunan ikatan yang kuat pada gugus C-H dan O-H *stretching* yang mengindikasikan semakin banyaknya daerah kristalin pada MCC [26].

Hasil karakterisasi dengan menggunakan PSA ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil karakterisasi PSA menunjukkan MCC pada penelitian ini memiliki ukuran partikel MCC terbaik memiliki diameter 0,5281 μm yang merupakan hasil dari proses hidrolisis asam dengan larutan HCl 3 M selama 30 menit. Dari literatur diketahui bahwa MCC yang baik akan memiliki ukuran diameter berkisar antara 1-100 μm [27]. Hasil karakterisasi MCC dengan menggunakan XRD untuk menentukan tingkat kristalinitas sampel dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 4. Karakterisasi MCC dengan PSA



Gambar 5. Karakterisasi MCC dengan XRD

Hasil karakterisasi *XRD* menunjukkan tingkat kristalinitas sebesar 86,79% pada proses hidrolisis dengan konsentrasi HCl 3 M selama 30 menit. Hasil uji karbohidrat dengan reagen Benedict menunjukkan adanya endapan berwarna merah bata, yang menunjukkan bahwa MCC yang dihasilkan memiliki gula reduksi dan mengandung karbohidrat [28]. Hasil uji sampel MCC dengan menggunakan metode *carbohydrate by different* diperoleh kandungan karbohidrat MCC sebagai berikut (Tabel 2).

Tabel 2. Kadar Karbohidrat MCC

Kadar	(%)
Protein	Nil
Abu	5,09
Air	5,04
Lemak	1,51
Karbohidrat	88,36

MCC yang dihasilkan memiliki kandungan karbohidrat yang tinggi mencapai 88,36%, sehingga MCC yang diperoleh berpotensi dapat

digunakan sebagai sumber karbohidrat alternatif khususnya pada makanan ternak [29].

KESIMPULAN

Rendemen MCC tertinggi diperoleh melalui proses hidrolisis menggunakan larutan HCl 3 M dengan waktu pemanasan 30 menit yaitu mencapai 80,73%. Karakteristik dari MCC yang dihasilkan adalah berupa senyawa selulosa murni yang terlihat dari hasil analisis spektrum *FTIR* yang dihasilkan. MCC yang diperoleh memiliki ukuran diameter 0,5281 μm dengan tingkat kristalinitas 86,79% dan memiliki kandungan karbohidrat yang tinggi mencapai 88,36%.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka tahapan selanjutnya dan perbaikan yang perlu dilakukan adalah dengan melakukan variasi waktu dan bahan pereaksi lain pada proses delignifikasi dan hidrolisis terhadap limbah TKKS untuk mencari proses alternatif yang lebih ekonomis.

DAFTAR PUSTAKA

1. Pangestu, N.S, Nurhamidah, Elvinawati, Aktivitas Antioksidan dan Antibakteri Ekstrak Daun *Jatropha gossypifolia* L, *Alotrop*, 2017:1(1):15-19.
2. Sarfina, J, Nurhamidah, Dewi Handayani., Uji Aktivitas Antioksidan dan Antibakteri Ekstrak Daun *Ricinus communis* L (Jarak Kepyar), *Alotrop*, 2017: 1(1):66-70.
3. Wahidah, N., Ratman, Purnama Ningsih Analisis Senyawa Metabolit Primer Pada Jamur Merang (*Volvariella volvaceae*) di Daerah Perkebunan Kelapa Sawit Lalundu, *J. Akad. Kim*, 2017:6(1):43-47,.
4. Setyoprato, P., Produksi Asam Lemak Dari Minyak Kelapa Sawit Dengan Proses Hidrolisis, *Jurnal Teknik Kimia*, 2012:7(1): 26-31.
5. Sari, R.A., M. Lutfi Firdaus., Rina Elvia., Penentuan Kesetimbangan Termodinamika dan Kinetika Adsorpsi Arang Aktif Tempurung Kelapa Sawit Pada Zat Warna Reactive Red *Alotrop*, 2017:1(1): 10-14.
6. Puspita, M, M. Lutfi Firdaus, Nurhamidah, Pemanfaatan Arang Aktif Sabut Kelapa Sawit Sebagai Adsorben Zat Warna Sintesis

- Reactive Red-120 dan Direct Green-26, Alotrop*, 2017:1(1):75-79.
7. Sari, D.K., Agus Sundaryono, Dewi Handayani, Uji Biofuel Hasil Perengkakan Metil Ester Dari Limbah Cair Pabrik Minyak Kelapa Sawit Dengan Katalis MoNi/HZ, *Alotrop*, 2017:1(2):127-131.
 8. Haryanti, A., Norsamsi, Putri Suci Fanny Sholiha, Novy Pralisa Putri, Studi Pemanfaatan Limbah Padat Kelapa Sawit, *Konversi*, 2014:3(2):20-29.
 9. Tarkono, H.A., Pemanfaatan Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) Dalam Produksi Eternit yang Ramah Lingkungan, *Jurnal Sains Teknologi & Lingkungan*, 2015 :1(1):1-7.
 10. Dewanti, D.P., Potensi Selulosa dari Limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit untuk Bahan Baku Bioplastik Ramah Lingkungan, *Jurnal Teknologi Lingkungan*, 2018:19(1):81-87.
 11. Prasetya, I G. N. Jemmy A., I G. N. A. Dewantara Putra, D. A. M. I. Permata Sari Arsana, N. P. Merlina Prabayanti, Studi Karakteristik Farmasetis Mikrokrystalin Selulosa Dari Jerami Padi Varietas Lokal Bali, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 2016:17(3):119-123.
 12. Zulharmita.,G., Harizul Rivai.. Preparasi dan Karakterisasi Mikrokrystalin Selulosa dari Limbah Serbuk Kayu Penggergajian. *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi.*, 2011:16(2): 180-188
 13. Bolhuis, G. K. and Anthony Armstrong, N. 'Excipients for Direct Compaction—an Update', *Pharmaceutical Development and Technology*, 2006:11(1):111–124.
 14. Mardiyati, S., R. Suratman, Pembuatan Mikrokrystalin Selulosa Rotan Manau (*Calamusmanan* sp.) Serta Karakterisasinya. *Teknik Material IPB*, 2014 :4(2): 89-96.
 15. Chaucan, Y.P., Sapkal, R.S., V.S Zamre, G.S. Microcrystalline Cellulose from Cotton Rags.*Int. Journal Chemistry Science*, 2009 : 2: 681-688
 16. Edahwatia, L., ,Dyah Suci Perwitasaria , Nana Dyah Siswatia, Penurunan Lignin Kulit Buah Kopi dengan Metode Organosolve, *Eksergi*, 2014:11(2):7-10.
 17. Setiati, R., Deana Wahyuningrum, Septoratio Siregar, Taufan Marhaendrajana, Optimalisasi Pemisahan Lignin Ampas Tebu Dengan Menggunakan Natrium Hidroksida, *Ethos Jurnal Penelitian dan Pengabdian Masyarakat*: 2016:4(2): 257-264.
 18. Sumada, K., Puspita Erka Tamara, Fiqih Alqani, Kajian Proses Isolasi α – Selulosa Dari Limbah Batang Tanaman *Manihot Esculenta Crantz* yang Efisien, *Jurnal Teknik Kimia*, 2011:5(2):434-438.
 19. Yuanita, L., , Pengaruh Kadar Pektat, Hemiselulosa, Lignin, dan Selulosa Terhadap Persentase Fe terikat oleh Makromolekul Serat Pangan: Variasi pH dan Lama Perebusan, *Indo. J. Chem.*, 2006, 6(3):332 – 337.
 20. Lestari, R.S.D.,Denni Kartika Sari, Pengaruh Konsentrasi H₂O₂ Terhadap Tingkat Kece-
rahan Pulp Dengan Bahan Baku Eceng Gondok Melalui Proses Organosolv, *Jurnal Integrasi Proses*, 2016: 6(1):45-49.
 21. Zulharmitta, Leza Viora, Harizul Rivai, Pembuatan Mikrokrystalin Selulosa Dari Batang Rumpun Gajah (*Pennisetum purpureum Schumacher*), *Jurnal Farmasi Higea*, 2011:3(2):102-111.
 22. Jhon Wesley Harianja, Nora Idawati, Rudyansyah, Optimalisasi Jenis dan Konsentrasi Asam Pada Hidrolisis Selulosa Dalam Tongkol Jagung, *JKK*, 2015:4(4):66-71.
 23. Sun, Y. and Cheng, J. Hydrolysis of Lignocellulosic Materials for Ethanol Production: A Review. *Bioresource Technology*, 2002: 83:1-11.
 24. Sumiatia , M., Dwiria Wahyunia , Mariana Bara'allo Malinoa, Analisis Hubungan Konsentrasi Asam saat Hidrolisis, Derajat Kristalinitas dan Sifat Mekanis Selulosa Kristalin dari Serbuk Gergaji Kayu, *Prisma Fisika*, 2016:4(2): 64 – 68.
 25. Simatupang, H., Andi Nata, Netti Herlina, Studi Isolasi dan Rendemen Lignin Dari Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS), *Jurnal Teknik Kimia USU*, 2012:1(1):20-24.
 26. Yugatama, A., Laksmi Maharani , Hening Pratiwi, Lingga Ikaditya, Uji Karakteristik Mikrokrystalin Selulosa Dari Nata De Soya Sebagai Eksipien Tablet, *Farmasains*, 2015: 2(6): 269-274.
 27. Widia, I., Nasrul Wathoni, Riview Artikel Selulosa Mikrokrystal : Isolasi , Karakterisasi dan Aplikasi Dalam Bidang Farmasetik , *Farmaka Suplemen* 2017:15(2):127-143.
 28. Sutikno, Marniza, Meri Fitri Yanti, Pengaruh Perlakuan Awal Basa dan Asam Terhadap Kadar Gula Reduksi Tandan Kosong Kelapa Sawit, *Jurnal Teknologi Industri & Hasil Pertanian*, 2015: 20(1):1-9.

- 29 Jamarun, N., I. Ryanto, L. Sanda, Pengaruh Penggunaan Berbagai Bahan Sumber Karbohidrat terhadap Kualitas Silase Pucuk Tebu, *Jurnal Peternakan Indonesia*, 2014 : 16 (2): 114-118.

Penulisan Sitasi Artikel ini ialah Effendi, F., Rina Elvia, Hermansyah Amir, Preparasi dan Karakterisasi Mikrokristalin Selulosa (MCC) Berbahan Baku Tandan Kosong Kelapa Sawit., *Alotrop*, 2017:2(1):48-52.