

## **PENGARUH JUMLAH SIKLUM HEM (HIGH ENERGY MILLING) PADA KARAKTERISTIK MFC (MICROFIBRILLATED CELLULOSE) DARI SEKAM PADI**

**Anwar Ma'ruf<sup>1</sup>, Neni Damajanti<sup>2</sup>**

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas  
Muhammadiyah Purwokerto

Jl. Raya Dukuh Waluh, Kembaran, Purwokerto, PO Box 202

1) email : anwarump@yahoo.com

### **Informasi Makalah**

Dikirim, 03 September 2019

Direvisi, 20 April 2020

Diterima, 21 April 2020

### **Kata Kunci:**

*sekam padi  
microfibrillated cellulose high  
energy milling Similarity*

### **Keyword:**

*rice husk  
microfibrillated cellulose high  
energy milling Similarity*

### **INTISARI**

MFC merupakan selulosa yang sudah mengalami proses lanjut yaitu *refiner* dan *homogenizer* sehingga ukurannya berskala nanometer (nm). Proses pembuatan MFC dapat dilakukan secara mekanik, yaitu dengan memanfaatkan *refiner*, *high pressure homogenizer* dan gelombang ultrasonic. Selain dengan metode mekanik, pembuatan MFC juga dapat dilakukan dengan metode enzimatis. MFC dapat digunakan sebagai komposit pada berbagai bidang seperti industri makanan, cat, kosmetik dan medis. Pemanfaatan selulosa sekam padi dalam pembuatan MFC belum banyak dilakukan. Proses penting dalam pembuatan MFC sekam padi adalah proses delignifikasi untuk menghilangkan lignin dan silika, proses bleaching dan proses penggilingan. Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh konsentrasi hydrogen peroksida, temperature bleaching dan waktu penggilingan. Optimasi variabel dapat dilakukan dengan menggunakan *Response Surface Methodology (RSM)*. Hasil penelitian menunjukkan kondisi optimum untuk proses delignifikasi adalah pada perbandingan volume/berat sekam sebesar 9, konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 1,5% dan pH 11,5. Variabel yang signifikan terhadap kadar lignin adalah diketahui yang signifikan terhadap kadar lignin adalah pH (linier), rasio V/w (kuadratik), konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (kuadratik) dan pH (kuadratik). Proses HEM sangat berpengaruh pada karakteristik MFC. Semakin banyak siklus HEM, maka gugus aktif MFC akan semakin banyak

### **ABSTRACT**

MFC is cellulose that has undergone an advanced process that is refiner and homogenizer so that its size is nanometer scale (nm). The process of making MFC can be done mechanically, namely by utilizing refiners, high-pressure homogenizers and ultrasonic waves. Apart from mechanical methods, MFC retrieval can also be done by enzymatic processes. MFC can be used as a composite in various fields such as the food, paint, cosmetics and medical industries. The use of rice husk cellulose in the manufacture of MFCs has not been done much. Essential processes in making rice husk MFCs are the delignification process to remove lignin and silica, the bleaching process and the grinding process. This research will examine the effects of hydrogen peroxide concentration, bleaching temperature and grinding time. Variation optimization can be done using Response Surface Methodology (RSM). The results showed the optimum conditions for the delignification process were at a volume/weight ratio of the husk of 9, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> concentration of 1.5% and pH 11.5. Variables that are significant for lignin levels are known to be substantial for lignin levels are pH (linear), V / w ratio (quadratic), H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> concentration (quadratic) and pH (quadratic). The HEM process is very influential on the characteristics of MFC. The more HEM cycles, the more active MFC groups will be

**Korespondensi Penulis:**

Anwar Ma'ruf  
Program Studi Teknik Kimia  
Universitas Muhammadiyah Purwokerto  
JL. Raya Dukuwaluh Purwokerto, 53182  
Email: anwarump@yahoo.com

---

**1. INTRODUCTION**

Indonesia merupakan negara agraris dengan produksi padi mencapai 70,83 juta ton gabah kering giling (GKG) pada tahun 2014 (BPS, 2015). Jika rata-rata prosentase sekam padi adalah 25% dari GKG maka kurang lebih akan dihasilkan sekam padi sebesar 17,5 juta ton. Pemanfaatan sekam padi selama ini hanya digunakan untuk bahan bakar pada industri batubata tradisional. Beberapa industri seperti industri semen juga menggunakan sekam padi untuk bahan bakarnya untuk mengurangi penggunaan batubara. Karena keterbatasan penggunaan inilah, ada beberapa daerah yang hanya membakarnya tanpa tujuan tertentu.

Sekam padi mempunyai kandungan lignin yang cukup besar. Kandungan lignin dalam sekam padi cukup besar yaitu mencapai 25 - 30% (Karim et al., 2012). Peneliti lain menjelaskan bahwa kandungan sekam padi terdiri dari cellulose (35%), hemicellulose (25%), lignin (20%), crude protein (3%), dan abu (17% dengan kandungan silika 94%) (Ugheoke and Mamat, 2012). Dengan kandungan cellulose dan hemicellulose yang tinggi mencapai 60% dapat dimanfaatkan sebagai bahan *microfibrillated cellulose* (MFC).

MFC merupakan selulosa yang sudah mengalami proses lanjut yaitu *refiner* dan *homogenizer* sehingga ukurannya berskala nanometer (nm). Proses pembuatan MFC dapat dilakukan secara mekanik, yaitu dengan memanfaatkan *refiner*, *high pressure homogenizer* dan gelombang ultrasonic. Selain dengan metode mekanik, pembuatan MFC juga dapat dilakukan dengan metode enzimatik. MFC dapat digunakan sebagai komposit pada berbagai bidang seperti industri makanan, cat, kosmetik dan medis.

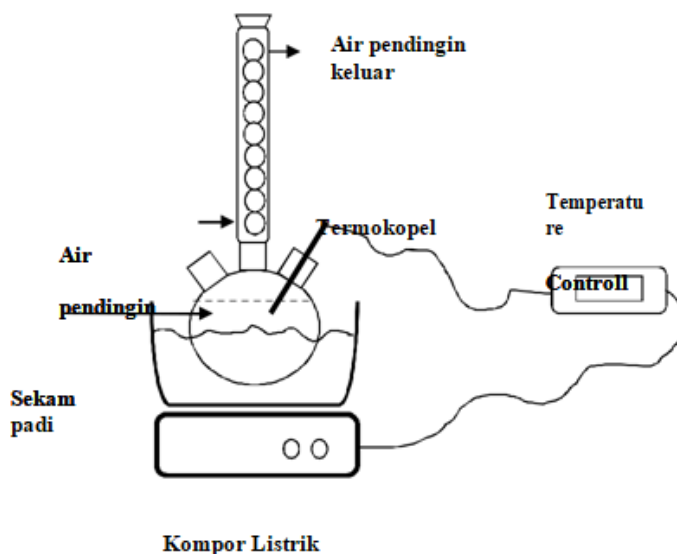
Sekam padi selain mengandung selulosa yang cukup besar mencapai 60%. Pemanfaatan selulosa sekam padi dalam pembuatan MFC belum banyak dilakukan. Proses penting dalam pembuatan MFC sekam padi adalah proses delignifikasi untuk menghilangkan lignin dan silika, proses bleaching dan proses penggilingan. Pada penelitian ini akan dikaji pengaruh konsentrasi hydrogen peroksida, perbandingan volume/berat sekam dan pH serta waktu penggilingan. Optimasi variabel dapat dilakukan dengan menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM).

**2. METHODS**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sekam padi yang diperoleh dari pabrik penggilingan padi di desa Bojongsari Kecamatan Kembaran, Kabupaten Banyumas. Bahan untuk isolasi lignin adalah larutan  $H_2O_2$  (50 wt. % in  $H_2O$ , stabilized), sodium hidroksida (NaOH) (Merck, 99% AR for analysis) dan air demin (*water demineralized*).

**2.1. Research Flow****Peralatan Penelitian**

Peralatan utama penelitian ini adalah : *Oil Bath* untuk delignifikasi sekam padi. Temperatur kompor disetting 300 °C.



### 2.3. Prosedur/Pelaksanaan Penelitian

#### Persiapan Bahan Baku

Sekam padi dihaluskan dengan blender sampai diperoleh ukuran  $-40 + 60$  mesh, kemudian dikeringkan pada temperatur  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 24 jam. Sekam padi yang telah dikeringkan kemudian diukur kadar airnya.

#### Proses Delignifikasi

Proses isolasi delignifikasi dilakukan dengan menggunakan larutan alkali hidrogen peroksida pada berbagai pH dan konsentrasi  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Sebanyak 20 gr sekam padi dimasukkan dalam labu leher satu 500 ml, kemudian tambahkan 160 ml air demin yang mengandung 1%  $\text{H}_2\text{O}_2$  (perbandingan volume / berat 8 : 1). Tambahkan NaOH 2N sampai diperoleh pH 10,5. Campuran kemudian diisolasi pada temperatur  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  dengan menggunakan pemanasan *oil bath* pada temperatur  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam terhitung setelah temperatur  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  tercapai. Setelah isolasi selesai, larutan (lindi hitam) dipisahkan dari padatnya dengan menggunakan kertas saring. Padatnya (selulosa) diambil untuk proses *bleaching*.

#### Proses Bleaching dan Penggilingan

Proses bleaching dilakukan dengan merendam pulp ke dalam larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  pada berbagai konsentrasi. Campuran dipanaskan dan diaduk dengan menggunakan stirrer. Setelah selesai pulp diambil dan dikeringkan dalam oven pada suhu  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Setelah kering selulosa kemudian digiling dengan menggunakan shaker ball mill untuk mendapatkan MCF. Berat MCF yang dihasilkan dicatat sebagai yield

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 3.1. Karakteristik Sekam Padi

Kandungan sekam padi terdiri dari tiga komponen utama, yaitu selulosa 32,67%, hemiselulosa 31,68% dan lignin 18,81%. Tabel 5.1 menunjukkan hasil analisis proksimat sekam padi dengan menggunakan metode Chesson- Datta.

Tabel 1. Analisis proksimat sekam padi

Parameter	%berat
Selulosa	32,67
Hemiselulosa	31,68
Lignin	18,81
Abu	11,88
Air	4,96

Sebagai perbandingan, Ugheoke and Mamat (2012) melaporkan bahwa kandungan sekam padi terdiri dari selulosa (35%), hemiselulosa (25%), lignin (20%), *crude* protein (3%) dan abu (17%). Selain itu, Asnani dkk. (2013) juga telah melaporkan hasil karakterisasi sekam padi yang dilakukan sesuai prosedur TAPPI (*Technical Association of The Pulp and Paper Industry*). Hasil analisis proksimat menunjukkan bahwa sekam padi memiliki kandungan selulosa sebesar 45,57%, lignin sebesar 20,47%, kadar abu 19,28 dan kadar air 5,75%. Kandungan lignin dalam sekam padi termasuk katagori sedang karena berada diantara 18-33%. Kandungan silika dalam abu sekam padi berkisar antara 87% - 97% (Handarani dkk., 2014).

#### 3.2. Optimasi Delignifikasi

MFC adalah selulosa yang mengalami fibrilasi dengan ukuran nano. Oleh karena itu pada proses pembuatan MFC dari biomassa seperti sekam padi, diperlukan proses delignifikasi (proses penghilangan lignin). Hasil optimasi penghilangan lignin dapat dilihat pada Tabel 5.2.

Tabel 2 Data hasil proses delignifikasi

Run	X1	X2	X3	Lignin Sisa, %
1	8,00 (-1)	1,00 (-1)	10,50 (-1)	30.64
2	8,00 (-1)	1,00 (-1)	11,50 (+1)	30.64
3	8,00 (-1)	2,00 (+1)	10,50 (-1)	32.96
4	8,00 (-1)	2,00 (+1)	11,50 (+1)	28.33
5	10,00 (+1)	1,00 (-1)	10,50 (-1)	54.43
6	10,00 (+1)	1,00 (-1)	11,50 (+1)	20.01
7	10,00 (+1)	2,00 (+1)	10,50 (-1)	56.42
8	10,00 (+1)	2,00 (+1)	11,50 (+1)	20.01
9	7,32 ( $-\alpha$ )	1,50 (0)	11,00 (0)	34.42
10	10,68 ( $+\alpha$ )	1,50 (0)	11,00 (0)	19.37

11	9,00 (0)	0,66 (-α)	11,00 (0)	28.01
12	9,00 (0)	2,34 (+α)	11,00 (0)	19.37
13	9,00 (0)	1,50 (0)	10,16 (-α)	55.11
14	9,00 (0)	1,50 (0)	11,84 (+α)	8.18
15	9,00 (0)	1,50 (0)	11,00 (0)	7.64
16	9,00 (0)	1,50 (0)	11,00 (0)	7.64
17	9,00 (0)	1,50 (0)	11,00 (0)	8.18

Hasil analisis data dengan menggunakan excel untuk mendapatkan persamaan pendekatan :

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i < j} \sum \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon$$

Diperoleh data-data sebagai berikut :

Tabel 3. Hasil analisis persamaan pendekatan

Variabel	Coefficients	Standard		
		Error	t Stat	P-value
Intercept	4710.400862	1483.373	3.175467	0.019186
X1	-12.7361605	87.06904	-0.14628	0.888494
X2	-164.2358002	169.6117	-0.9683	0.370288
X3	-796.516023	218.2016	-3.65037	0.010702
X1*X1	8.373605322	2.289671	3.657121	0.010616
X2*X2	28.95218773	9.158684	3.161173	0.019536
X3*X3	40.2262807	9.158684	4.392146	0.004607
X1.X2	3.898367786	6.29201	0.619574	0.558316
X1.X3	-13.14663221	6.29201	-2.08942	0.081664
X2.X3	3.496735571	12.58402	0.277871	0.790438

Berdasarkan Tabel 3 diketahui yang signifikan terhadap kadar lignin adalah pH (linier), rasio V/w (kuadratik), konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (kuadratik) dan pH (kuadratik).

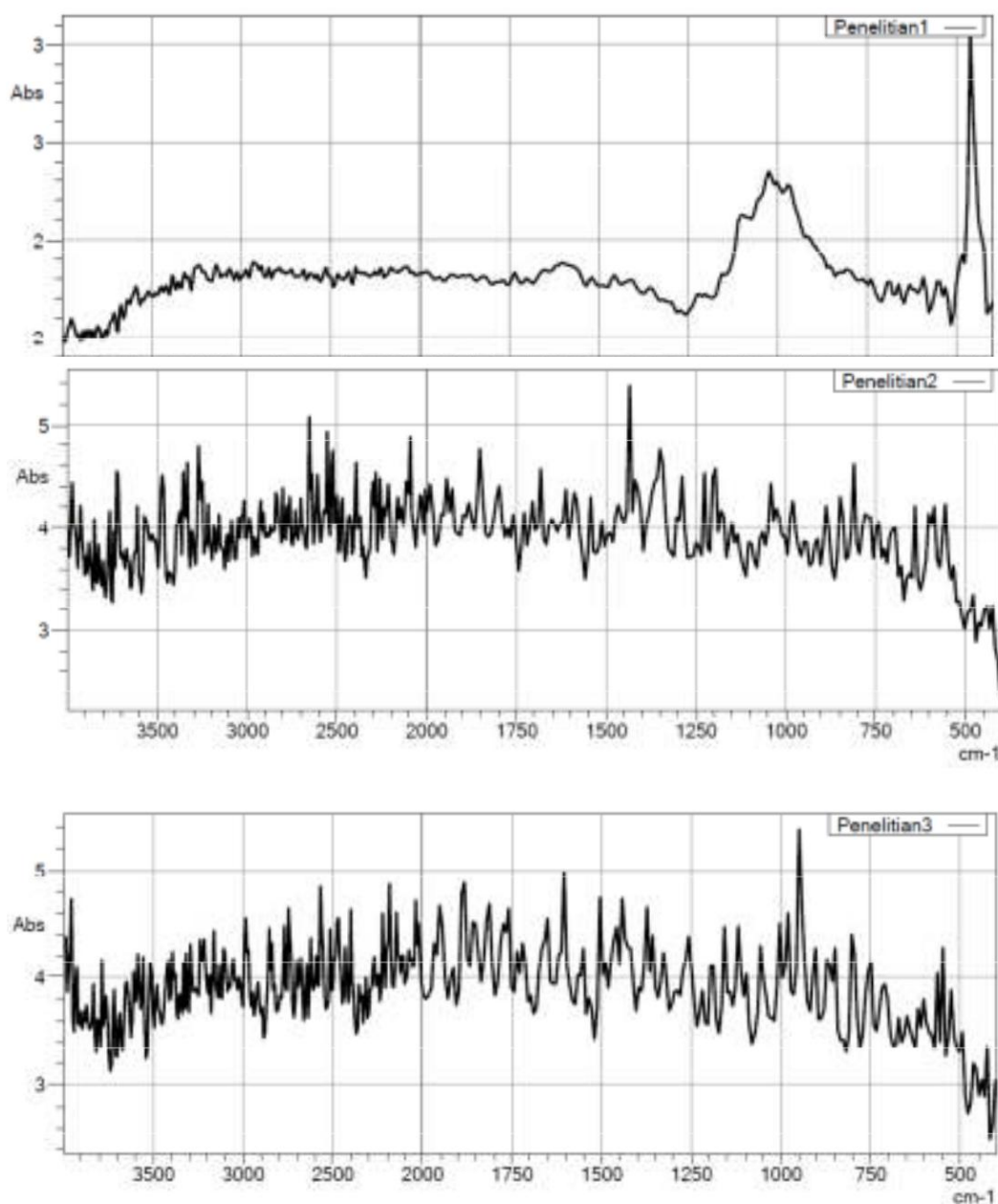
Tabel 5.4. Hasil analisis Anova

	df	SS	MS	F	Significance F
Regression	9	3842.285	426.9206	7.435471	0.011967
Residual	6	344.5005	57.41675		
Total	15	4186.786			

Hasil analysis anova menunjukkan bahwa nilai F-value sebesar 7,435 dengan signifikansi 0,011. Menunjukkan bahwa persamaan pendekatan valid.

### 3.3. Karakteristik MFC dari sekam padi

Karakterisasi MFC hasil HEM (high energy milling) dilakukan dengan menggunakan FTIR. Hasil analisis FTIR yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 5.1.



Gambar 2. Spektrum FTIR MFC sekam padi: (a) 1 juta siklus; (b) 1,5 juta siklus; (c) 2 juta siklus.

karakteristik MFC dari sekam padi. Proses HEM selain berfungsi untuk membuat ukuran partikel semakin kecil (mengarah ke nano), juga berfungsi meningkatkan gugus aktif dari MFC. Jumlah gugus aktif yang semakin banyak akan meningkatkan fungsi dari MFC yang dihasilkan

#### 4. KESIMPULAN

Kondisi optimum untuk proses delignifikasi adalah pada perbandingan volume/berat sekam sebesar 9, konsentrasi  $H_2O_2$  1,5% dan pH 11,5. Variabel yang signifikan terhadap kadar lignin adalah diketahui yang signifikan terhadap kadar lignin adalah pH (linier), rasio V/w (kuadratik), konsentrasi  $H_2O_2$  (kuadratik) dan pH (kuadratik). Proses HEM sangat berpengaruh pada karakteristik MFC. Semakin banyak siklus HEM, maka gugus aktif MFC akan semakin banyak.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bhattacharya, D., Germinario, L.T., and Winter, W.T., (2008), Isolation, Preparation and Characterization of Cellulose Microfibers Obtained from Bagasse, *Journal of Carbohydrate Polymers*, 73(3), pp. 371– 377X.
- [2] Effendi, D. B., Rosyid, N. H., Asep Bayu Dani Nandiyanto, A. B. D. dan Mudzakir, A, (2015), REVIEW: SINTESIS NANOSELULOSA, *Jurnal Integrasi Proses*, 5(2), 61 - 74
- [3] Habibi, Y., Mahrouz, M., and Vignon, M. R., (2009), Microfibrillated Cellulose from the Peel of Prickly Pear Fruits, *Food Chemistry*, 115(2), pp. 423–429
- [4] Klemm, D., Krmaer, F., Moritz S., and Dorris A., (2011), Nanocellulose: A new family of nature based materials. *Angewandte Chemie International Edition*, 50(24), 5438 - 5466
- [5] Silviana dan Rayahu P., (2017), Pembuatan Bioplastik Berbahan Pati Sagu dengan Penguat Mikrofilbril Selulosa Bambu Terdispersi KCl Melalui Proses Sonikasi, *Reaktor*, 17 (3), 151-156
- [6] Ugheoke, I. B., & Mamat, O. (2012). A critical assessment and new research directions of rice husk. *Maejo International Journal of Science and Technology*, 6(3), 430–448

