

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

Anwar Ma'ruf * dan Neni Damajanti
Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik dan Sains, Universitas
Muhammadiyah Purwokerto
Jl. Raya Dukuh Waluh, Kembaran, Purwokerto, PO Box 202
***) email : anwarump@yahoo.com**

Abstrak

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. 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 H₂O₂ 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 H₂O₂ (kuadratik) dan pH (kuadratik). Proses HEM sangat berpengaruh pada karakteristik MFC. Semakin banyak siklus HEM, maka gugus aktif MFC akan semakin banyak.

Kata kunci : sekam padi, microfibrillated cellulose, high energy milling

1. Pendahuluan

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. Bahan dan Metode Penelitian

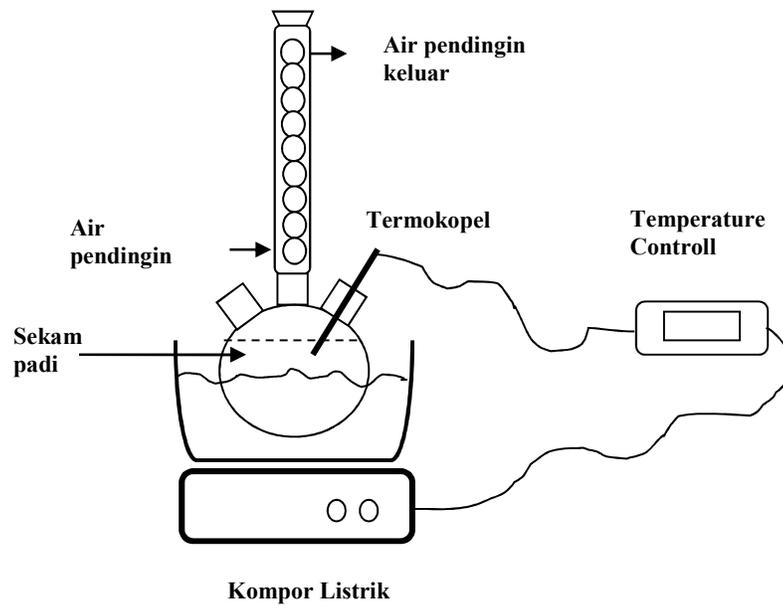
2.1. Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sekam padi yang diperoleh

dari pabrik penggilingan padi didesa 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*).

2.2. Peralatan Penelitian

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



Gambar 1. Peralatan delignifikasi

2.3. Prosedur/Pelaksanaan Penelitian

Persiapan Bahan Baku

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

Proses Delignifikasi

Proses isolasi deloignifikasi dilakukan dengan menggunakan larutan alkali hidrogen peroksida pada berbagai pH dan konsentrasi H_2O_2 . Sebanyak 20 gr sekam padi dimasukkan dalam labu leher satu 500 ml, kemudian tambahkan 160 ml air demin yang mengandung 1% H_2O_2 (perbandingan volume / berat 8 : 1). Tambahkan NaOH 2N sampai diperoleh pH 10,5. Campuran kemudian diisolasi pada temperatur 100 °C dengan menggunakan pemanasan *oil bath* pada temperatur 100 °C selama 3 jam terhitung setelah temperatur 100 °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 H_2O_2 pada berbagai konsentrasi. Campuran dipanaskan dan diaduk dengan menggunakan strirrer. Setelah selesai pulp diambil dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °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 penghilangn 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 (- α)	1,50 (0)	11,00 (0)	34.42
10	10,68 (+ α)	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

Run	X1	X2	X3	Lignin Sisa, %
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 :

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

Diperoleh data-data sebagai berikut :

Tabel 3. Hasil analisis persamaan pendekatan

<i>Variabel</i>	<i>Coefficients</i>	<i>Standard</i>		
		<i>Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>
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 H₂O₂ (kuadratik) dan pH (kuadratik).

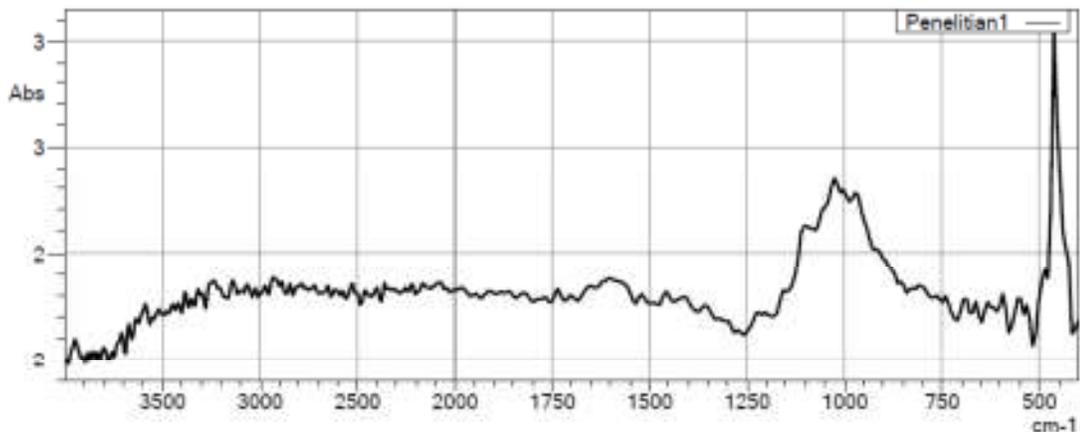
Tabel 5.4. Hasil analisis Anova

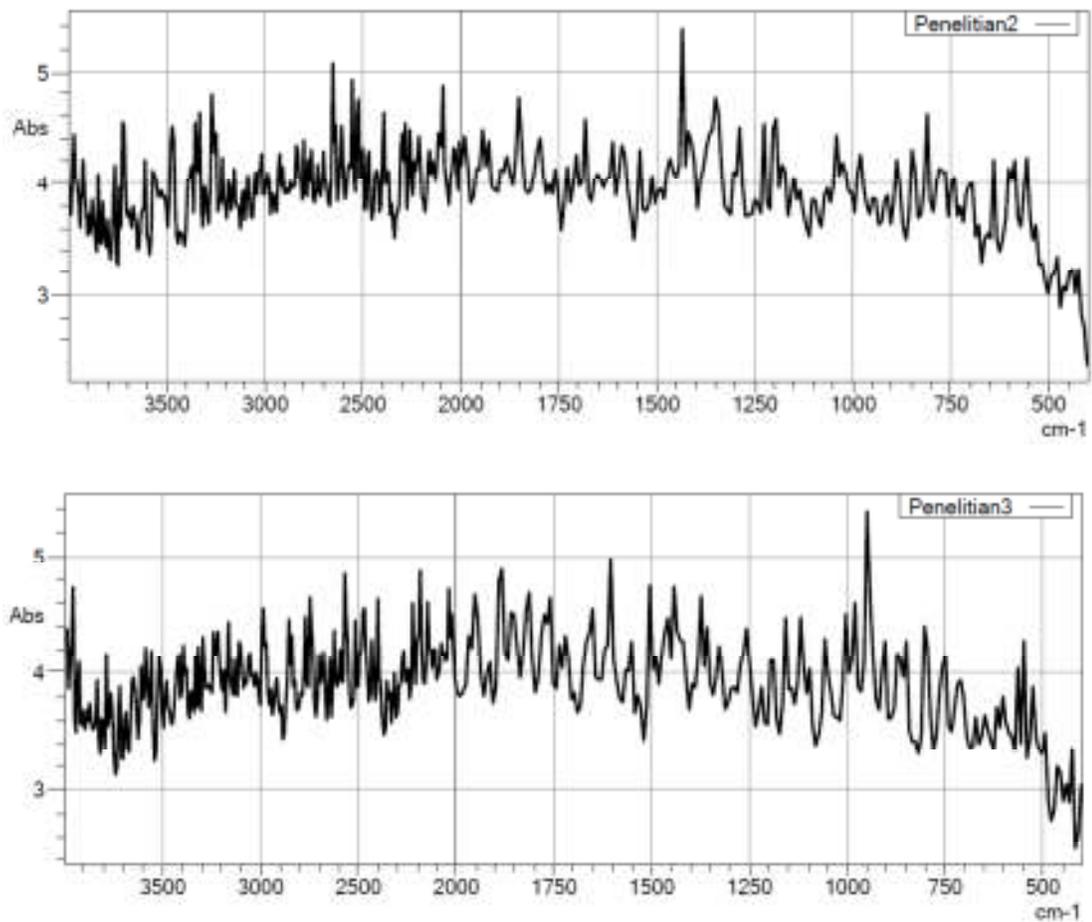
	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Significance F</i>
Regression	9	3842.285	426.9206	7.435471	0.011967
Residual	6	344.5005	57.41675		
Total	15	4186.786			

Hasil analysis anova menunjukkan bahwa nilai F-value sebesar 7,435 dengan signifiknasi 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.

Gambar 2 menunjukkan bahwa proses HEM sangat berpengaruh pada 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 H₂O₂ 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 H₂O₂ (kuadratik) dan pH (kuadratik). Proses HEM sangat berpengaruh pada karakteristik MFC. Semakin banyak siklus HEM, maka gugus aktif MFC akan semakin banyak.

DAFTAR PUSTAKA

- 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– 377.
- Effendi, D. B., Rosyid, N. H., Asep Bayu Dani Nandiyanto, A. B. D. dan Mudzakir, A, (2015), REVIEW: SINTESIS NANOSULOSA, *Jurnal Integrasi Proses*, 5(2), 61 - 74
- 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.
- 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
- Silviana dan Rayahu P., (2017), Pembuatan Bioplastik Berbahan Pati Sagu dengan Penguat Mikrofibril Selulosa Bambu Terdispersi KCl Melalui Proses Sonikasi, *Reaktor*, 17 (3), 151-156
- 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