

# Analisis Hubungan Konsentrasi Asam saat Hidrolisis, Derajat Kristalinitas dan Sifat Mekanis Selulosa Kristalin dari Serbuk Gergaji Kayu

Mimi Sumiati<sup>a</sup>, Dwiria Wahyuni<sup>a</sup>, Mariana Bara'allo Malino<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Prodi Fisika, FMIPA Universitas Tanjungpura  
Universitas Tanjungpura, Jalan Prof. Dr. Hadari Nawawi, Pontianak, Indonesia

\*Email : marianabarallomalino@physics.untan.ac.id

## Abstrak

Telah dilakukan penelitian untuk mengetahui sifat mekanis selulosa kristalin dari campuran serbuk gergaji kayu keras melalui proses hidrolisis menggunakan asam klorida. Tahap ekstraksi menggunakan larutan alkohol-benzena dengan perbandingan 1:2 dilanjutkan pelarutan dengan menggunakan NaOH dan Na<sub>2</sub>S, tahap *bleaching* menggunakan larutan hipoklorit 30% dan tahap hidrolisis asam menggunakan larutan HCl 37% dengan variasi konsentrasi HCl yaitu 2,5 ml/g, 8,75 ml/g dan 17,5 ml/g. Variasi konsentrasi asam dapat mempengaruhi derajat kristalin selulosa serbuk gergaji kayu dan derajat kristalinitas mempengaruhi sifat mekanis selulosa kristalin yang dihasilkan yakni semakin tinggi derajat kristalinitas maka kekuatan tarik, kekuatan putus dan modulus elastisitas juga semakin tinggi. Penelitian yang dilakukan menghasilkan derajat kristalinitas terendah pada konsentrasi 17,5 ml/g dan diindikasikan sebagai konsentrasi kritis sehingga menyebabkan selulosa bersifat anisotropis, sedangkan konsentrasi HCl 8,75 ml/g merupakan konsentrasi optimum yang menghasilkan derajat kristalinitas 74%, kekuatan tarik 20,1 kPa, kekuatan putus 17,6 kPa dan modulus elastisitas 1335 kPa.

**Kata Kunci :** *Selulosa kristalin, Hidrolisis asam, Kekuatan putus, kekuatan tarik, Modulus elastisitas*

### 1. Latar Belakang

Produksi total gergajian kayu di Indonesia tahun 2013 mencapai 1,2 juta m<sup>3</sup> per tahun (1) yang menghasilkan limbah serbuk gergaji sebesar 50,6% atau sekitar 0,6 juta m<sup>3</sup> per tahun.

Limbah serbuk gergaji kayu mengandung komponen-komponen kimia yaitu selulosa, hemiselulosa, lignin dan zat *ekstraktif*. Serbuk gergaji kayu keras memiliki kandungan selulosa sekitar 39-55%, lignin 18-33%, pentosan 21-41% dan zat ekstraktif 2-6% (2). Kandungan selulosa pada serbuk gergaji kayu berpotensi dijadikan sebagai bahan pengisi karet alam untuk pembuatan ban kendaraan. Bahan pengisi dari serbuk gergaji kayu dapat dijadikan sebagai alternatif pengganti *carbon black* karena mempunyai struktur rantai mirip dengan hidrokarbon pada *carbon black*. *Carbon black* adalah jenis bahan pengisi yang paling umum digunakan dalam pembuatan *kompon* karet (3).

Sifat mekanis adalah parameter penting bagi penentuan kualitas suatu material sebagai bahan pengisi. Kekuatan mekanis yang terdapat pada selulosa berbanding lurus dengan derajat kristalinitas selulosa. Derajat kristalinitas dipengaruhi oleh konsentrasi asam saat hidrolisis. Berdasarkan penelitian mengenai hidrolisis selulosa tandan kosong, derajat kristalinitas selulosa sebelum dihidrolisis adalah 13,2% dan meningkat dua kali lipat setelah proses delignifikasi dengan asam maleat, asam suksinat dan asam asetat. Penelitian mengenai

selulosa tandan kosong tersebut juga melakukan pengujian terhadap selulosa kristalin standar dan diperoleh derajat kristalinitas selulosa kristalin (SK) standar sebesar 66,9% (4).

Penggunaan asam di atas konsentrasi kritis cenderung menyebabkan fase kristal selulosa anisotropis (5). Hidrolisis pada konsentrasi asam yang terlalu pekat dalam waktu yang lama menyebabkan derajat kristalinitas menurun karena terjadi pembukaan susunan rantai selulosa sehingga mengubah susunan rantai polimer dan selulosa lebih mudah terdegradasi (6). Pembukaan rantai menyebabkan arah kristal pada selulosa bersifat anisotropis yang dapat mempengaruhi derajat kristalinitas dan parameter mekanis. Derajat kristalinitas yang rendah menyebabkan selulosa kristalin memiliki nilai tegangan dan regangan yang rendah (7).

Selulosa kristalin selain dipengaruhi oleh konsentrasi asam juga dipengaruhi oleh waktu saat hidrolisis yang ditunjukkan pada penelitian isolasi nanokristalin selulosa bakterial dari limbah kulit nanas dengan variasi waktu hidrolisis yaitu 5, 15, 25, 35 dan 45 menit. Hasil penelitian menunjukkan waktu hidrolisis yang optimum yaitu 25 menit menghasilkan derajat kristalinitas 63,70% (8). Hidrolisis asam telah dilakukan dengan waktu hidrolisis 30 menit pada konsentrasi 8,75 ml/g menghasilkan derajat kristalinitas sebesar 72% (9). Berdasarkan literatur di atas maka penelitian yang dilakukan yaitu memvariasikan konsentrasi asam saat hidrolisis untuk

mengetahui konsentrasi asam optimum yang menghasilkan derajat kristalinitas dan sifat mekanis selulosa kristalin yang optimum.

## 2. Metodologi

### Material dan peralatan

Serbuk gergaji kayu diperoleh dari pabrik penggergajian kayu di jalan Sungai Jawi, Pontianak dan PT. Alas Kusuma. Bahan lain yang digunakan adalah alkohol teknis, benzena, natrium hidroksida (NaOH), Natrium sulfida PA (Na<sub>2</sub>S), Hipoklorit 30% teknis dan HCl 37% PA. Alat yang digunakan adalah sentrifugator, sonikator, dan *universal testing machine*.

### Preparasi sampel

Serbuk gergaji kayu yang digunakan dalam penelitian merupakan campuran serbuk kayu jati, bengkirai, belian dan meranti. Serbuk gergaji kayu diisolasi melalui tiga proses sebelum menjadi selulosa yaitu tahap ekstraksi, *bleaching* dan hidrolisis asam. Serbuk gergaji sebelum diproses dibersihkan dengan air bersih dan air panas kemudian dikeringkan dan dihaluskan hingga lolos ayakan 200 mesh.

### Ekstraksi serbuk gergaji dan pemutihan

Serbuk diekstraksi dengan pelarut alkohol-benzena 1:2 selama 4 jam. Alkohol-benzena diuapkan sampai kering dalam oven pada suhu 80°C selama 3 jam. Kemudian serbuk dilarutkan dengan NaOH 2 M dan Na<sub>2</sub>S selama 2 jam, serbuk dilarutkan lagi dengan NaOH panas selama 1 jam kemudian disaring dan dikeringkan ke dalam oven dengan suhu 65°C selama 1 jam. Pemutihan dilakukan dengan merendam sampel ke dalam larutan hipoklorit 30% dan ditambah NaOH 1 gram selama 30 menit.

### Hidrolisis selulosa

Hidrolisis selulosa menggunakan asam klorida (HCl) 37% dengan variasi konsentrasi asam 2,5 ml/g, 8,75 ml/g dan 17,5 ml/g dan waktu reaksi konstan yaitu 30 menit. Proses hidrolisis dihentikan dengan menambahkan akuades 500 ml. Selulosa disentrifugasi dengan putaran 10.000 rpm selama 30 menit kemudian disonifikasi 30 menit. Selulosa didinginkan dalam *refrigerator* pada temperatur 3°C selama 24 jam.

### Karakterisasi Selulosa Kristalin

#### X-Ray Diffraction (XRD)

Derajat kristalinitas dihitung menggunakan Persamaan 1.

$$\chi = \frac{I_{max} - I_0}{I_{max}} \times 100\% \quad (1)$$

dengan  $I_{max}$  adalah intensitas puncak dan  $I_0$  adalah intensitas minimum dari  $I_{max}$ .

### Pengujian Sifat Mekanik

#### • Kekuatan tarik

Pengujian kekuatan tarik dilakukan pada sampel yang berbentuk lempengan tipis dengan ketebalan 1 mm dan ukuran lempengan (5x2) cm. Sampel selulosa kristalin yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Sampel selulosa untuk uji tarik

Uji tarik bertujuan untuk memperoleh nilai modulus elastisitas dan kekuatan putus dari suatu sampel. Kekuatan tarik dapat dihitung menggunakan Persamaan 2 (7).

$$T_y = \frac{F_{maks}}{A} \quad (2)$$

dengan  $T_y$  adalah kekuatan tarik (N/m<sup>2</sup>),  $F_{maks}$  adalah gaya maksimum (N) dan  $A$  adalah luas permukaan (m<sup>2</sup>).

#### • Kekuatan putus

Kekuatan putus dihitung menggunakan Persamaan 3 (7).

$$T_s = \frac{F_{breaking}}{A_0} \quad (3)$$

dengan  $T_s$  adalah kekuatan putus (N/m<sup>2</sup>),  $F_{breaking}$  adalah beban pada saat benda uji putus (N) dan  $A_0$  adalah luas permukaan awal (m<sup>2</sup>).

#### • Modulus elastisitas

Modulus elastisitas (E) dihitung menggunakan Persamaan 4 (10).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (4)$$

Tegangan dapat dihitung menggunakan Persamaan 5 (10).

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (5)$$

dengan  $\sigma$  adalah tegangan rerata (N/m<sup>2</sup>) dan  $F$  adalah gaya beban (N)

Regangan atau *strain* adalah pertambahan panjang suatu benda persatuan panjang benda mula-mula akibat tegangan tarik. Regangan dapat dihitung menggunakan Persamaan 6.

$$\varepsilon = \frac{l}{L} \quad (6)$$

dengan  $\varepsilon$  adalah regangan rata-rata,  $l$  adalah deformasi atau perubahan panjang (m),  $L$  adalah panjang awal (m).

### 3. Hasil dan Pembahasan

Massa serbuk gergaji kayu yang dihasilkan setiap proses isolasi selulosa menghasilkan massa yang berbeda-beda seperti yang terlihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Massa serbuk gergaji yang dihasilkan pada tahap isolasi

Isolasi serbuk kayu	Massa (g) yang dihasilkan setelah Proses
Preparasi	500
Ekstraksi	412
<i>Bleaching</i>	177

**Tabel 2.** Massa selulosa kristalin pada tiap konsentrasi asam

Konsentrasi asam (ml/g)	Massa (g)
2,5	38
8,75	33,1
17,5	28,5

**Tabel 3.** Nilai derajat kristalinitas selulosa kristalin

Konsentrasi asam (ml/g)	Derajat kristalinitas (%)
2,5	72
8,75	74
17,5	70

**Tabel 4.** Nilai rerata kekuatan tarik

Konsentrasi asam (ml/g)	Kekuatan tarik (kPa)
2,5	16,7
8,75	20,1
17,5	16,2

**Tabel 5.** Nilai rerata kekuatan putus

Konsentrasi asam (ml/g)	Kekuatan putus (kPa)
2,5	14,2
8,75	17,6
17,5	13,7

**Tabel 6.** Nilai modulus elastisitas selulosa kristalin

Konsentrasi asam (ml/g)	Modulus elastisitas (kPa)
2,5	942
8,75	1335
17,5	837

Berdasarkan Tabel 1 massa serbuk gergaji berkurang setelah melewati tahap isolasi. Tahap ekstraksi menghilangkan sekitar 17,6% zat *ekstraksi* yang terdapat pada serbuk gergaji kayu sedangkan rerata zat *ekstraktif* yang terkandung di dalam serbuk kayu meranti,

bengkirai, jati dan belian sekitar 17,8%. Setelah tahap ekstraksi, serbuk gergaji kayu dilarutkan dengan NaOH dan Na<sub>2</sub>S menghilangkan sekitar 26% lignin sedangkan rerata lignin yang terkandung dalam 4 jenis serbuk kayu tersebut sekitar 28,97%, Tahap *bleaching* menghilangkan sekitar 35,4 % sisa lignin, hemiselulosa dan sisa zat *ekstraktif* yang terdapat pada kayu. Tahap hidrolisis menghilangkan sekitar 19,9% sisa lignin yang terkandung dalam serbuk gergaji kayu.

Berdasarkan Tabel 2 hidrolisis asam menggunakan HCl 37% dengan variasi konsentrasi asam yaitu 2,5 ml/g, 8,75 ml/g dan 17,5 ml/g menghasilkan massa yang berbeda. Massa serbuk gergaji kayu yang digunakan untuk hidrolisis pada tiap konsentrasi asam yaitu 59 gram. Tabel 2 menunjukkan bahwa Konsentrasi asam 2,5 ml/g mereduksi massa selulosa sekitar 35%, konsentrasi 8,75 ml/g mereduksi massa sekitar 44% dan konsentrasi asam 17,5 ml/g mereduksi massa sekitar 52%. Semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan maka semakin sedikit massa selulosa yang dihasilkan. Hal tersebut disebabkan karena asam yang digunakan pada saat hidrolisis dapat menghilangkan sisa-sisa lignin yang terdapat pada selulosa sehingga menyisakan selulosa  $\alpha$  yang diinginkan.

Selulosa  $\alpha$  yang dihasilkan tiap konsentrasi memiliki derajat kristalinitas yang berbeda seperti terlihat pada Tabel 3. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD diketahui bahwa nilai derajat kristalinitas tertinggi terdapat pada konsentrasi asam 8,75 ml/g yaitu 74%.

Berdasarkan Tabel 4 Kekuatan tarik tertinggi yang dihasilkan terdapat pada konsentrasi 8,75 ml/g. Hal tersebut dikarenakan derajat kristalinitas berbanding lurus dengan sifat mekanis (5). Derajat kristalinitas yang rendah menyebabkan selulosa kristalin memiliki nilai tegangan dan regangan yang rendah (7). Hasil uji tarik selulosa kristalin juga menghasilkan nilai kekuatan putus dan modulus elastisitas.

Nilai rerata kekuatan putus dapat dilihat pada Tabel 5. Kekuatan putus tertinggi terdapat pada konsentrasi 8,75 g/ml dan menghasilkan nilai terendah pada konsentrasi 17,5 ml/g.

Modulus elastisitas yang dihasilkan pada penelitian dihitung berdasarkan Persamaan 4. Nilai modulus elastisitas dapat dilihat pada Tabel 6 yaitu nilai modulus elastisitas tertinggi pada konsentrasi 8,75 ml/g yaitu 1335 kPa. Nilai modulus elastisitas, kekuatan putus dan kekuatan tarik terendah terdapat pada konsentrasi 17,5 ml/g. Hal tersebut mengindikasikan bahwa konsentrasi 17,5 ml/g merupakan konsentrasi kritis yang

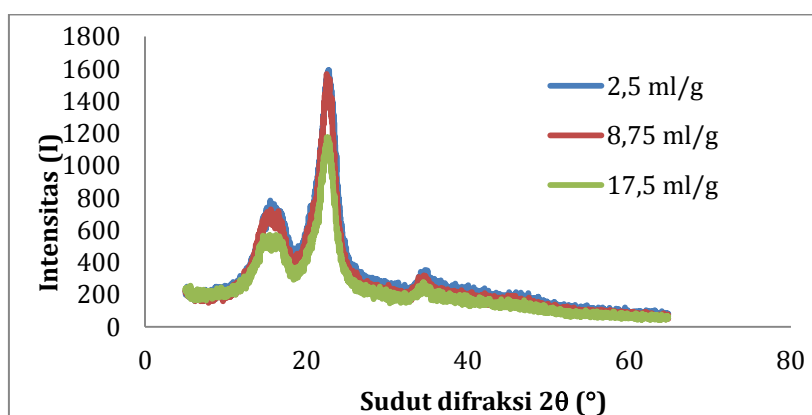
mengakibatkan selulosa bersifat anisotropis. Selulosa yang anisotropis ditandai dengan jarak antar bidang atom yang tidak sama (11). Pengaruh konsentrasi asam terhadap jarak antar bidang atom dapat dilihat pada Tabel 7.

**Tabel 7.** Jarak antar bidang atom

Konsentrasi asam (ml/g)	$2\theta$	Jarak antar bidang atom ( $\mu\text{m}$ )	Rerata jarak antar bidang atom ( $\mu\text{m}$ )
2,5	14,89	5,945	0,991
	16,93	5,234	
	22,75	3,906	
	23,09	3,849	
	34,71	2,582	
8,75	15,00	5,902	0,738
	16,70	5,304	
	22,75	3,906	
	23,15	3,840	
	34,66	2,586	
17,5	14,72	6,015	1,342
	16,59	5,339	
	22,42	3,962	
	22,85	3,890	
	34,46	2,601	

Selisih jarak antar bidang atom yang tidak sama merupakan indikasi dari ketidakaturan rantai. Semakin besar selisih jarak antar bidang atom maka semakin besar ketidakaturan rantai. Ketidakaturan rantai disebabkan pemberian konsentrasi asam dalam kisaran konsentrasi kritis yang memungkinkan rantai selulosa menjadi terbuka yang dapat mempengaruhi susunan rantai menjadi berubah dari susunan semula dan mengakibatkan derajat kristalin menjadi rendah pada konsentrasi tersebut. Derajat kristalinitas yang rendah menyebabkan sifat mekanis selulosa kristalin juga rendah.

Berdasarkan hasil karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) terlihat bahwa pada konsentrasi asam 2,5 ml/g, 8,75 ml/g dan 17,5 ml/g memiliki puncak sudut difraksi  $2\theta$  sebesar  $22,5^\circ$  tetapi setiap konsentrasi asam menghasilkan intensitas dan derajat kristalinitas yang berbeda. Karakterisasi XRD juga telah dilakukan pada selulosa mikrokristalin yang menghasilkan puncak intensitas tertinggi pada sudut difraksi  $2\theta$  sebesar  $22,73^\circ$ . Sudut difraksi  $2\theta$  sekitar  $22^\circ$  merupakan puncak khas untuk selulosa kristalin (7). Hasil karakterisasi difraksi sinar-X (XRD) pada penelitian dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2 Grafik hasil analisis XRD

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa konsentrasi asam optimum saat hidrolisis adalah konsentrasi asam 8,75 ml/g dengan derajat kristalinitas 74% dan kekuatan tarik, kekuatan putus dan modulus elastisitas terbesar dengan nilai masing-masing yaitu 20,1 kPa, 17,6 kPa dan 1335 kPa. Konsentrasi asam dalam kisaran konsentrasi kritis menyebabkan selulosa bersifat anisotropis sehingga menghasilkan derajat kristalinitas dan sifat mekanis yang rendah.

#### Daftar Pustaka

1. Biro Perencanaan, Sekretariat Jendral. Statistik Kementerian Kehutanan 2013 Bagian Data dan informasi. Jakarta: Kementerian Kehutanan.2014
2. Idris MM, Rachman O, Pasaribu AR, Rolidi H, Hadjib N, Muslich M, Jasni, Rulliaty S, Siagian MR. Petunjuk Praktis Sifat-Sifat Dasar Jenis Kayu (A Handbook of Selected Indonesia Wood Species) Indonesia: Indonesia Sawmill and woodworking Association (ISWA). 2008

3. Prasetya AH. Arang Aktif Serbuk Gergaji Sebagai Bahan Pengisi untuk Pembuatan Kompon Ban Luar Kendaraan Bermotor. *Jurnal Riset Industri*; 6(2): p. 165-173.
4. Rodiansono U, Baroroh LU, Nana W. Hidrolisis Lignoselulosa dari Tandan Kosong Kelapa Sawit menggunakan Katalis Asam Karboksilat. *Sains dan Terapan Kimia*; 7(1): p. 60-72.
5. Beck SC, Maren R, Derek GG. Effect of Reaction Conditions on the Properties and Behavior of Wood Cellulose Nanocrystal Suspensions. *Biomacromolecules*; 6(2): p. 1048-1054.
6. Arini AN, Malino BM, Wahyuni D. Analisis Pengaruh Waktu Hidrolisis terhadap Sifat Mekanis Selulosa Kristalin dari Campuran Serbuk Gergaji Kayu Belian, Bengkirai, Jati dan Meranti. *Positron*; 5(2): p. 70-73.
7. Lestari S. Analisis Sifat Mekanis dan Viskositas Mooney. Skripsi. Pontianak: FMIPA UNTAN.
8. Nurbayani A, Budiman A, Ahmad M. Waktu Optimasi Isolasi Nanokristalin Selulosa Bakterial dari Limbah Kulit Nanas. *Jurnal Sains dan Teknologi Kimia*; 5(1): p. 75-84.
9. Jimmy. Analisis Morfologi dan Kristalinitas Selulosa Kristalin dari Serbuk Gergaji Kayu Belian (*Eusideroxylon Zwageri*). Skripsi. Pontianak: FMIPA UNTAN.
10. Kakani SL, Amit K. *Material Science New Delhi: New Age International (P).*2004
11. Louer D, J PA. A Precise Determination of the Shape, Size and Distribution of Size of Crystallites in Zinc Oxide by X-Ray Line-Broadening Analysis. *J.Appl.Cryst*; 16: p. 183-191.