

EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI MIKROSELULOSA DARI RUMPUT LAUT COKLAT *SARGASSUM SP.* SEBAGAI BAHAN PENGUAT BIOPLASTIK FILM

Dwinna Rahmi¹, Mangala Tua Marpaung¹, Riska Dwi Aulia², Sofiani Eka Putri², Novi Nur Aidha¹, Rochmi Widjajanti²

¹Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian RI
Jl. Balai Kimia I Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur
²Politeknik STMI Jakarta, Kementerian Perindustrian RI
Jl. Letjen Suprpto No.26 Cempaka Putih, Jakarta 10510

E-mail: dwinna2002@yahoo.com

18 Agustus 2020; 25 Agustus 2020; 6 Oktober 2020

ABSTRAK

EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI MIKROSELULOSA DARI RUMPUT LAUT COKLAT *SARGASSUM SP.* SEBAGAI BAHAN PENGUAT BIOPLASTIK FILM. *Sargassum sp.* merupakan rumput laut coklat yang banyak tumbuh disepanjang pantai Indonesia. Tujuan dari penelitian ini adalah mengekstraksi mikroselulosa dari rumput laut coklat *Sargassum sp.* yang diambil dipantai daerah Banten. Selulosa dan mikroselulosa diekstraksi melalui dua tahapan yaitu proses alkalinisasi dengan kalium hidroksida (KOH) dan dilanjutkan proses hidrolisis dengan asam sulfat (H_2SO_4). Variable konsentrasi optimal KOH untuk menghasilkan selulosa adalah 0,1%, 0,7% dan 1,3% (b/v), dengan karakterisasi gugus fungsi produk menggunakan *Fourier-Transform Infra Red (FTIR)*. Hasilnya menunjukkan bahwa pola spektrum *FTIR* selulosa dengan alkalinisasi pada konsentrasi KOH 0,1% dan 0,7%, (b/v) berbeda dengan pola spektrum selulosa dengan konsentrasi KOH 1,3% b/v. Optimisasi proses hidrolisis untuk menghasilkan mikroselulosa dilakukan dalam H_2SO_4 1 M dengan variabel kecepatan pengadukan 1000 rpm, 1500 rpm, dan 2000 rpm serta variabel waktu proses 30 menit dan 90 menit. Spektrum *FTIR* mikroselulosa dari semua variabel menunjukkan pola yang sama. Bentuk permukaan selulosa hasil foto *Scanning Electron Microscope (SEM)* dengan pembesaran 100.000 kali terlihat seperti bulatan, sedangkan mikroselulosa berbentuk garis panjang. Penambahan mikroselulosa pada bioplastik pati tapioka/chitosan menghasilkan bioplastik yang lebih tahan terhadap air dibuktikan dengan sisa bioplastik lebih panjang dibanding blanko setelah direndam selama 8 hari.

Kata kunci : Rumput laut coklat, *Sargassum sp.*, selulosa, mikroselulosa, bioplastik

ABSTRACT

EXTRACTION AND CHARACTERIZATION OF MICROCELLULOSE FROM BROWN SEAWEED *SARGASSUM SP.* AS A BIOPLASTIC FILM STRENGTHENER. *Sargassum sp.* is a brown seaweed that grows along the Indonesian coast. The aim of this research is extraction of microcellulose from brown seaweed *Sargassum sp.* from Banten coast. Cellulose and microcellulose were extracted in two steps, there are the alkalization process with potassium hydroxide (KOH) and then continued with the hydrolysis process with sulfuric acid (H_2SO_4). The variable optimal concentration of KOH to produce cellulose was 0.1% ; 0.7% and 1.3% (wt/v), characterized analysis of functional groups used FTIR. The results showed that Fourier-Transform Infra Red (FTIR) spectrum pattern of cellulose with alkalinization at KOH concentration of 0.1%, and 0.7 % (wt/v) was different with a cellulose with KOH concentration of 1.3 % wt/v. The optimization of hydrolysis process to produce microcellulose was performed in H_2SO_4 1 M with variable stirring speed of 1000 rpm, 1500 rpm, and 2000 rpm and time processing of 30 minutes and 90 minutes. The spectrum FTIR of microcellulose of all variables showed the same pattern. The surface shape of cellulose of Scanning Electron Microscope (SEM) image 100.000 times magnification is seem as a circle while the microcellulose is a long line. The addition of microcellulose to the tapioca/chitosan starch bioplastics produced more resistant bioplastics in water which was proven by the remaining bioplastic more longer than blanco after soaked for 8 days.

Key words: Brown seaweed, *Sargassum sp.*, cellulose, microcellulose, bioplastics

PENDAHULUAN

Rumput laut *Sargassum* sp. merupakan rumput laut coklat yang banyak tumbuh disepanjang pantai Indonesia. Secara alami biomassa rumput laut mengandung lebih dari 30% kristal selulosa (Riwayati et al. 1990). Selulosa *sargassum* sp. termasuk biomassa dari polisakarida rantai linear yang dimanfaatkan secara luas, diantaranya untuk industri kertas, kemasan makanan, farmasi, dan berbagai inovasi komposit (Singh et al. 2017). Selulosa merupakan bahan yang dapat terurai di alam dan termasuk sumber terbarukan. Kristal selulosa mempunyai sifat mekanik, optik, kimia, dan reologi yang unik (George and Sabapathi 2015). Saat ini, penggunaan kristal selulosa sebagian besar adalah sebagai bahan biomedikal (Lee et al. 2019, Salim and Ernawati 2015). Pada bidang polimer, kristal selulosa berperan sebagai penguat bioplastik film (Silviana and Rahayu 2017).

Selulosa dapat diekstrak dari berbagai sumber biomassa seperti serat tebu, serat kelapa sawit, serat rami, batang jagung, atau limbah kayu dengan metode kimia yaitu hidrolisis asam dan metode mekanik seperti dispersi tekanan tinggi, pengadukan, dan ultrasonikasi (Lee et al. 2019). Hidrolisis dengan menggunakan asam sulfat menghasilkan nanoselulosa dengan tingkat kristal 72% sampai 76% (Wulandari, Rochliadi, and Arcana 2016; Kumar et al. 2014). Selulosa dari serat pelepah kelapa sawit yang mengandung 32,2% selulosa, 31,6% hemiselulosa dan 23,9% lignin dapat dimurnikan dengan proses alkalinisasi dengan natrium hidroksida (NaOH) menghasilkan selulosa dengan kemurnian 81,1% (Chieng et al. 2017). Nanoselulosa dengan panjang 250 nm dan lebar 12 nm telah dihasilkan dari proses alkalinisasi menggunakan NaOH/H₂O₂ dan hidrolisis dengan H₂SO₄ buah *calotropis procera*, menghasilkan kadar selulosa 64 % (Song et al. 2019). Saat ini nanoselulosa digunakan sebagai penguat komposit, tidak hanya bioplastik tapi juga penguat semen. Nanoselulosa dari tandan kosong kelapa sawit berhasil meningkatkan kuat tarik komposit semen (Mazlan et al. 2020).

Beberapa tahun terakhir penggunaan bioplastik meningkat. Bioplastik dipandang ramah lingkungan karena dapat terurai kembali menjadi CO₂ (Sidek et al. 2019). Saat ini, kelestarian lingkungan sudah menjadi komitmen sebagian besar industri. Hal ini membuka peluang besar dalam pengembangan bioplastik. Bioplastik diharapkan dapat mensubsitusi penggunaan plastik dan dapat dikomersialisasikan karena merupakan bahan terbarukan, terurai di alam, dan ramah lingkungan. Namun, kelemahan bioplastik pada umumnya adalah bersifat hidrofilik sehingga

mudah rusak bila terkena air. Selulosa yang tidak larut dalam air dapat dipakai sebagai penguat bioplastik sehingga tahan terhadap air (Silviana dan Pudjirahayu 2017), contohnya plastik film, kemasan, dan alat kesehatan (Sidek et al. 2019). Kristal selulosa dengan ukuran nano merupakan bahan nanokomposit kinerja tinggi yang menghasilkan produk inovasi diberbagai bidang seperti teknik biomedis, ilmu material, elektronik, dan katalisis (George and Sabapathi 2015).

Rumput laut mengandung selulosa dengan tingkat kristal yang tinggi. Rumput laut tersebut antara lain adalah rumput laut merah, rumput laut hijau, dan rumput laut coklat (George and Sabapathi 2015). Pada rumput laut coklat, dinding sel nya terdiri dari alginat dan selulosa (Rasyid 2003). Saat ini alginat sudah di produksi secara industri, namun untuk selulosa masih belum dimanfaatkan secara optimal. Selain itu, hasil samping proses ekstraksi alginat yang merupakan selulosa juga belum dimanfaatkan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengekstraksi mikroselulosa dari rumput laut coklat *Sargassum* sp. kering yang akan dijadikan bahan penguat bioplastik film, dan mengkarakterisasi produk yang terbentuk serta menguji daya tahannya di dalam air. Metoda ini diharapkan dapat diterapkan pada industri kecil menengah untuk menghasilkan mikroselulosa.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat

Rumput laut *Sargassum* sp. disampling dari perairan pantai Anyar dan Carita Banten Jawa Barat lalu dikeringkan dengan sinar matahari. KOH dan NaOCl teknis. H₂SO₄ 97 % (Merck). Sedangkan alat yang digunakan adalah *homogenizer* (IKA Labortechnik RW 16 Basic) dan alat sentrifugasi (Kokusan H-103 N) serta alat-alat gelas lainnya. Alat uji yang digunakan adalah *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Thermoscientific nicolet is5), *Thermogravimetric analysis* (TGA) (TG55), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merek FEI Inspect F50.

Penelitian dilakukan di laboratorium riset kimia Balai Besar Kimia dan Kemasan, sedangkan pengujian dilakukan dilaboratorium uji Balai Besar Kimia dan Kemasan, Politeknik STMI Jakarta dan Fakultas Teknik Metalurgi UI.

Ekstraksi Mikroselulosa

Proses ekstraksi mikroselulosa dalam penelitian ini mengacu kepada metode Huang et al. (2017) dan Wulandari et al. (2016) dengan sedikit modifikasi. Proses ini dilakukan dua tahap yaitu pertama adalah proses alkalinisasi

dan tahap kedua adalah proses hidrolisis. Proses alkalinisasi dilakukan menggunakan larutan KOH dengan variabel konsentrasi 0,1%; 0,7% dan 1,3% (b/v). Selanjutnya proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan larutan H₂SO₄ 1 M. Dalam proses hidrolisis ini dilakukan pengadukan dengan 3 variabel kecepatan pengadukan (1000 rpm, 1600 rpm dan 2000 rpm) dan 2 variabel waktu pengadukan (30 menit dan 90 menit).

Proses alkalinisasi dilakukan dengan cara merendam 100 g *Sargassum* sp. kering ke dalam akuades selama 5 jam di dalam gelas piala. Selanjutnya, rendaman *Sargassum* sp. disaring dengan kain kasa. Kemudian bagian padatan di rendam di dalam larutan KOH sebanyak 700 mL selama 30 menit pada suhu 55 °C. Hasil rendaman selanjutnya disaring dan dibilas dengan akuades sebanyak tiga kali. Lalu padatan dipucatkan di dalam 500 mL NaOCl teknis 8 % (b/v) selama 2 jam pada suhu 50 °C. Setelah itu, dilakukan penyaringan dan pencucian kembali dengan akuades sebanyak tiga kali. Selulosa yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C selama 5 jam.

Selanjutnya proses hidrolisis untuk mendapatkan mikroselulosa. Proses hidrolisis dilakukan dengan menimbang 5 g selulosa kering dan dimasukkan ke dalam 400 mL H₂SO₄ 1 M. Campuran ini selanjutnya di aduk pada kecepatan (1000 rpm, 1600 rpm, dan 2000 rpm) dengan waktu pengadukan (30 menit dan 90 menit). Setelah itu, dipisahkan mikroselulosa yang didapat dengan menggunakan sentrifugasi. Mikroselulosa yang didapat selanjutnya dicuci dengan akuades sebanyak tiga kali. Padatan yang merupakan mikroselulosa yang mengandung kristal selulosa dikeringkan pada 24 °C sampai 26 °C.

Pembuatan Bioplastik

Bioplastik dibuat mengikuti metode Syuhada (Syuhada, Sofa, and Sedyadi 2020) dengan cara mengkombinasikan pati tapioka dan kitosan dengan rasio 1 : 1. Sebanyak 1 g tapioka dan 1 g kitosan dilarutkan di dalam 50 mL CH₃COOH 1 % (v/v). Di tempat lain disiapkan 3 wadah yang masing-masing berisi campuran tapioka dan kitosan. Pada wadah ke-1 ditambahkan air sebagai blanko, wadah ke-2 ditambahkan 1 g selulosa hasil ekstraksi dan wadah ke-3 ditambahkan 1 g mikroselulosa hasil ekstraksi. Kemudian masing-masing campuran tersebut dipanaskan sambil diaduk diatas magnetik *stirrer* pada suhu 50 °C selama 15 menit. Lalu campuran ditambahkan 1 mL C₃H₈O₃ sambil diaduk dan dipanaskan. Selanjutnya pencetakan bioplastik, yaitu masing-masing campuran dituangkan ke media cetak akrilik yang sebelumnya telah dibersihkan

dengan alkohol teknis 96 %. Kemudian masing-masing bioplastik dikeringkan selama kurang lebih 24 jam pada suhu 24 °C sampai 26 °C.

Karakteristik

Karakteristik bahan baku *Sargassum* sp. kering, selulosa dan mikroselulosa dilakukan dengan menggunakan beberapa instrumen yaitu gugus fungsi dengan *FTIR*, sifat panas dengan *TGA*, bentuk permukaan dengan *SEM*. Spektrum *FTIR Sargassum* sp., selulosa dan mikroselulosa dianalisa dengan panjang gelombang inframerah kisaran 4500 cm⁻¹ sampai 200 cm⁻¹ menggunakan alat *FTIR* merek *Thermoscientific nicolet is5*. Perbedaan gugus fungsi dari variabel konsentrasi KOH pada proses alkalinisasi dilihat untuk mengetahui konsentrasi optimal untuk memisahkan selulosa dari non selulosa. Sifat panas mikroselulosa diukur menggunakan *TGA (TG 55 TA Instruments US)*. Sampel ditimbang sekitar 2 mg hingga 10 mg dan dipanaskan dari 30 °C hingga 600 °C di bawah atmosfer nitrogen pada wadah aluminium dengan tingkat pemanasan adalah 10 °C per menit. Bentuk permukaan bahan baku *Sargassum* sp., selulosa, dan mikroselulosa diamati dengan menggunakan mikroskop elektron (*SEM (Inspect F50)*).

Penentuan Kelarutan

Dalam penentuan kelarutan menggunakan metode Darni, Sitorus, and Hanif (2014) yang telah dimodifikasi waktu kelarutannya. Disediakan 3 wadah yang berisi akuades masing-masing 50 mL. Kemudian disiapkan bioplastik dengan ukuran lebar 1,5 cm dan panjang 2,5 cm yang selanjutnya dimasukkan ke dalam wadah berisi *akuades*. Keutuhan bioplastik dalam air diamati setiap hari selama 8 hari. Kemudian sisa bioplastik diambil dan dikeringkan di bawah sinar matahari. Panjang maksimum dari masing-masing sisa bioplastik kering diukur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh konsentrasi KOH pada proses alkalinisasi terhadap gugus fungsi selulosa dan mikroselulosa yang dihasilkan

Polisakarida pada rumput laut terdiri dari dua jenis yaitu polisakarida simpanan dan polisakarida struktural. Polisakarida simpanan akan dikeluarkan ketika dibutuhkan, sedangkan polisakarida struktural yaitu polisakarida yang diperoleh dari dinding sel tumbuhan. Selulosa merupakan polisakarida struktural yang terkandung pada dinding sel *Sargassum* sp. (Percival 1979, Sari, Bandol Utomo, and Tambunan 2014) Suasana alkali dengan perendaman *Sargassum* sp. dalam KOH dimaksudkan untuk memisahkan selulosa dari

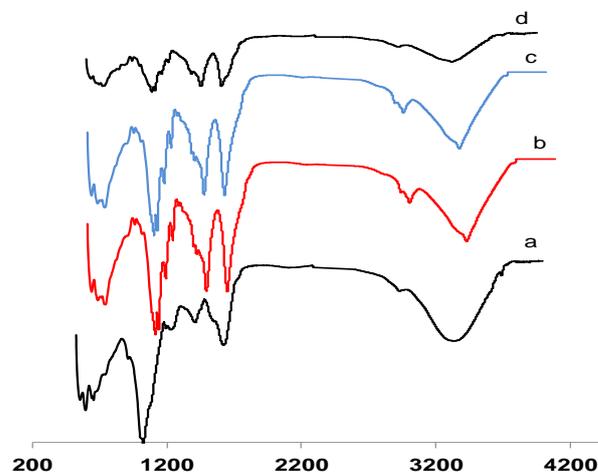
lignin dan hemiselulosa. Proses alkanisasi dengan NaOH 4 % b/v dapat menurunkan kandungan lignin dari 23 % menjadi 5 % dan hemiselulosa dari 31 % ke 13% dalam pelepah kelapa sawit sudah berhasil dilakukan oleh Chieng et al. (2017). Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi selulosa dengan variabel konsentrasi 0,1 %, 0,7 % dan 1,3 % (b/v). Hasil rendemen berturut-turut adalah 33,33 %, 26,67 % dan 18,33 % dengan kadar abunya berturut-turut adalah 67,12 %, 67,97 % dan 50,87 % dari 0,1 %, 0,7 % dan 1,3 % b/v KOH. Rendemen dihitung dari perbandingan berat kering hasil ekstraksi dengan berat kering bahan baku. Rendemen hasil ekstraksi menurun dengan bertambahnya konsentrasi KOH. Hal ini diduga bahwa KOH 1,3 % b/v sudah berhasil memisahkan sebagian besar mineral seperti magnesium, besi, kalium, kalsium (Mg, Fe, K, Na, Ca) dan pengotor lainnya dari selulosa. Hal ini sesuai dengan Manteu, Nurjanah, dan Nurhayati (2018) dalam risetnya juga menyimpulkan bahwa KOH dapat menurunkan kandungan mineral dalam selulosa.

Hasil uji gugus fungsinya dapat dilihat pada Gambar 1. Puncak yang muncul pada panjang gelombang 1070 cm^{-1} terlihat tajam dan kuat. Puncak ini mengindikasikan adanya gugus fungsi C-O-C yang muncul pada semua sampel. Puncak penyerapan pada panjang gelombang 1280 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus aryl C-O yang muncul pada spektrum FTIR rumput laut. Gugus C=C pada struktur aromatik yang terindikasi dengan adanya puncak tajam pada panjang gelombang 1500 cm^{-1} . Puncak ini muncul pada spektrum selulosa dengan alkanisasi KOH 1,3 % b/v. Puncak yang muncul pada panjang gelombang 1690 cm^{-1} yang merupakan grup karboksil adalah gugus C=O yang terlihat tajam pada spektrum rumput laut. Gugus C-O-C pada panjang gelombang 1550 cm^{-1} terlihat jelas pada selulosa yang di alkanisasi pada konsentrasi 0,1 % dan 0,7 %.

Perpaduan puncak dari gugus fungsi ini perlu diamati secara seksama karena puncak yang keluar pada panjang gelombang 1200 cm^{-1} sampai 1700 cm^{-1} juga merupakan puncak gugus fungsi yang ada pada lignin dan hemiselulosa (Wulandari, Rochliadi, and Arcana 2016). Pada penelitian ini puncak tajam pada panjang gelombang 1690 cm^{-1} dan 1200 cm^{-1} terlihat jelas pada sampel bahan baku rumput laut. Puncaknya bergeser pada panjang gelombang 1500 cm^{-1} hingga 1550 cm^{-1} pada selulosa hasil proses alkanisasi. Hal ini menandakan adanya pengurangan lignin dan hemiselulosa seperti spektrum FTIR yang ditampilkan Wulandari et al pada selulosa ampas tebu. Puncak yang muncul pada panjang gelombang sekitar 3400 cm^{-1} dan 2900 cm^{-1} merupakan gugus O-H dan C-H yang mengindikasikan gugus fungsi yang ada pada polisakarida yang ada dalam selulosa. Puncak ini terlihat ada pada semua sampel yang diuji.

Pengaruh waktu dan kecepatan pengadukan terhadap karakter produk mikroselulosa yang dihasilkan

Metode kimiawi menggunakan asam lebih baik dibanding metode mekanik untuk memisahkan kristal selulosa dari biomassa (George and Sabapathi 2015). Pada penelitian ini dipilih proses hidrolisis menggunakan asam sulfat karena sudah dibuktikan lebih efisien oleh beberapa peneliti untuk menghasilkan nanoselulosa. Kumar et al., 2014 telah berhasil mendapatkan nanoselulosa dalam ampas tebu dengan proses hidrolisis menggunakan larutan 64 % w/w H_2SO_4 (Kumar et al. 2014). Begitu juga Huang et al., 2017 juga sukses menghasilkan nanoselulosa dari batang jagung yang dihidrolisis di dalam 60 wt % H_2SO_4 (Huang et al. 2017). Pengaruh waktu proses dan kecepatan pengadukan diharapkan menghasilkan gaya geser karena tumbukan.

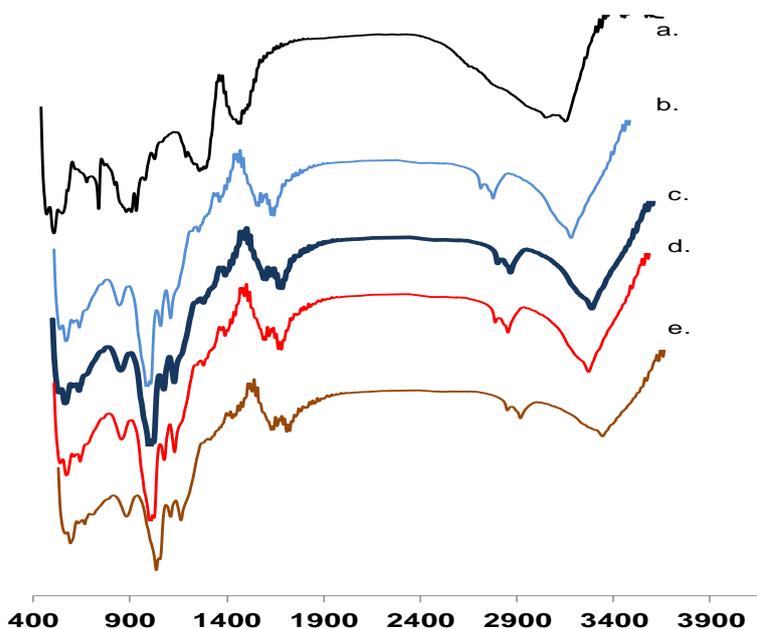


Gambar 1 Spektrum FTIR (a) *Sargassum* sp. kering, (b) selulosa setelah alkanisasi dengan konsentrasi KOH 0,1 % b/v, (c) 0,7 % b/v, (d) 1,3 % b/v

Gaya geser memisahkan serat selulosa di sepanjang sumbu longitudinal dan membantu mengekstraksi mikrofibril selulosa (Feng et al. 2015). Perubahan gugus fungsi dan sifat thermal mikroselulosa yang dihasilkan diamati dengan FTIR dan TGA. Karakter gugus fungsi permukaan sampel dengan kondisi proses yang berbeda dapat dilihat pada spektrum FTIR (Gambar 2). Pola spektrum FTIR dari keempat variabel (Gambar 2b sampai 2e) terlihat hampir sama, namun intensitasnya berbeda. Terlihat puncak kecil dengan panjang gelombang 1100 cm^{-1} pada sampel mikroselulosa, tapi tidak muncul pada sampel selulosa. Pola spektrum selulosa setelah hidrolisis (Gambar 2b sampai 2e) berbeda signifikan dengan pola spektrum selulosa tanpa hidrolisis (Gambar 2a). Puncak yang menonjol muncul pada panjang gelombang 1050 cm^{-1} hingga 850 cm^{-1} dari keempat variabel hidrolisis (Gambar 2b sampai 2e). Puncak ini mengindikasikan adanya gugus C-O-C. Hasil penelitian Feng et al. (2015) menunjukkan bahwa area puncak 1500 cm^{-1} samapai dengan 500 cm^{-1} merupakan *fingerprint* adanya nanokristal selulosa (CNC) dari *dealginate*. Puncak ini tidak muncul pada selulosa tanpa hidrolisis (Gambar 2a). Hasil ini menandakan polisakarida non-selulosa sudah hilang yang kemungkinan adalah amorf dan pengotor lainnya. Asam kuat dilaporkan dapat menembus ke dalam bagian amorf dan menghidrolisis sehingga menyisakan bagian kristal (Feng et al. 2015). Puncak pada serapan 1350 cm^{-1} yang muncul pada spektrum FTIR selulosa tanpa

hidrolisis bergeser ke spektrum 1200 cm^{-1} dan 1100 cm^{-1} pada selulosa setelah hidrolisis. Hanya saja ketajaman puncak pada selulosa dengan hidrolisis dalam waktu 30 menit tidak setajam sampel lainnya. Puncak yang sama yaitu pada panjang gelombang 1110 cm^{-1} merupakan puncak yang menandakan adanya CNC dari hasil penelitian Wulandari, Rochliadi, dan Arcana (2016).

Puncak yang muncul pada panjang gelombang 1510 cm^{-1} ada pada sampel selulosa, sedangkan pada mikroselulosa muncul puncak pada panjang gelombang 1630 cm^{-1} hingga 1720 cm^{-1} . Hasil penelitian Feng et al. (2015) menyatakan bahwa spektrum sekitar 1530 cm^{-1} mengindikasikan adanya struktur aromatik rumput laut C=C yang berkaitan dengan cincin aromatik lignin. Puncak yang paling lebar muncul pada panjang gelombang 3410 cm^{-1} menunjukkan gugus O-H terlihat jelas pada semua sampel termasuk sampel tanpa proses hidrolisis. Puncak ini menunjukkan sifat hidrofilik dari rumput laut (Singh et al. 2017). Puncak yang muncul pada panjang gelombang 2900 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-H tidak terlihat pada sampel tanpa hidrolisis. Bila dibandingkan dengan gugus fungsi literatur, adanya puncak 2900 cm^{-1} (C-H), 1630 cm^{-1} (O-H), 1050 cm^{-1} (C-O-C) dan puncak 850 cm^{-1} merupakan puncak yang mengindikasikan gugus yang pada CNC. Puncak-puncak ini hampir sama dengan puncak pada penelitian Singh et al dengan proses hidrolisis rumput laut dengan metode *microwave* (Singh et al. 2017).



Gambar 2 Spektrum FTIR (a) selulosa tanpa hidrolisis, (b) mikroselulosa setelah hidrolisis selama 30 menit/1600 rpm, (c) 90 menit/1600 rpm, (d) 90 menit/1000 rpm, (e) 90 menit/2000 rpm.

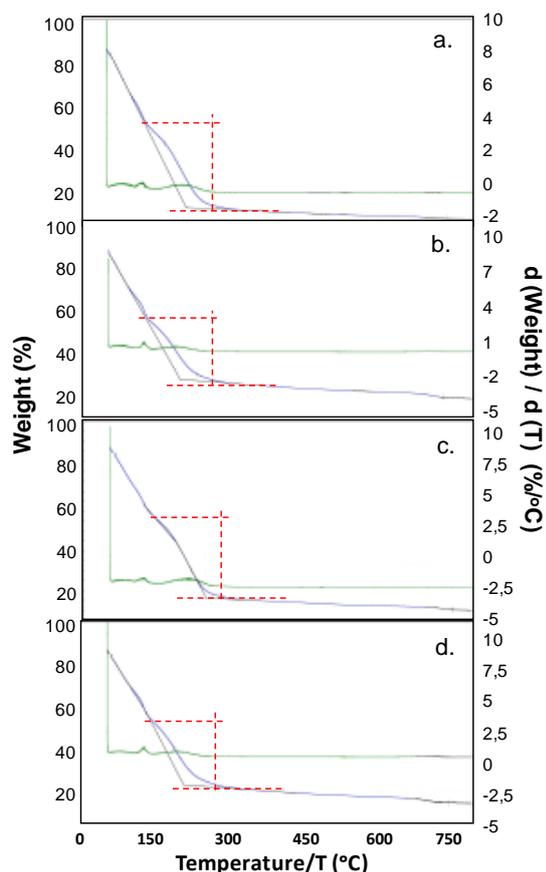
Hasil analisa sifat *thermal* dengan termogravimetri (TGA) di ditampilkan pada Gambar 3. Penurunan berat diamati pada suhu mulai 50 °C sampai 130 °C disemua variabel perlakuan. Penurunan berat ini merupakan adanya penghilangan molekul air yang terikat pada sampel. Bila dihubungkan dengan spektrum FTIR, puncak pada panjang gelombang 1630 cm⁻¹ adanya ikatan hidrogen antarmolekul air (Gambar 4). Fenomena ini sama dengan yang dilakukan oleh Duhno et al pada bioplastik yang mengandung *sargassum* (Doh, Dunno, and Whiteside 2020). Selanjutnya dekomposisi terjadi pada kisaran 150 °C untuk sampel yang dihidrolisis selama 30 menit dan 130 °C untuk sampel yang lain. Pada suhu ini terjadi dekomposisi mikroselulosa dan stabil mulai suhu 250 °C. Penurunan berat cukup tajam pada semua sampel hasil hidrolisis karena adanya gugus sulfat aktif yang menyebabkan stabilitas thermal kristal selulosa terpengaruh (Doh, Lee, and Whiteside 2020).

Karakteristik permukaan

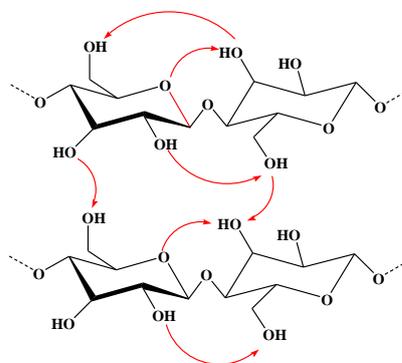
Gambar 5 menunjukkan perbedaan bentuk dan warna dari *Sargassum* sp. basah, *Sargassum* sp. kering, selulosa setelah proses alkalinisasi dan mikroselulosa setelah proses hidrolisis. *Sargassum* sp. basah berwarna coklat kekuningan, setelah dikeringkan warnanya menjadi kehitaman. Setelah dilakukan proses alkalinisasi dan pemucatan warnanya menjadi krem dengan serat terlihat kasar. Mikroselulosa hasil proses hidrolisis berwarna krem muda dengan permukaan berbentuk butiran yang lebih halus.

Gambar yang dihasilkan dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 6 berturut-turut adalah rumput laut kering, rumput laut hasil alkalinisasi dan selulosa hasil hidrolisis. Pada Gambar 6a sebelah kiri adalah foto dengan pembesaran 5.000 kali dan sebelah kanan pembesaran 100.000 kali. Gambar 6a kiri terlihat adanya butiran-butiran kasar dan tidak terlihat jelas pada pembesaran 100.000 kali (Gambar 6a kanan). Gambar 6b terlihat seperti partikel berbentuk butiran-butiran yang lebih kecil yang diselubungi pasta disekitarnya. Hal ini kemungkinan karena proses alkalinisasi yang dilakukan sudah dapat menguraikan hemiselulosa dan lignin yang melekat pada permukaan selulosa. Huang et al, 2017 juga melaporkan bahwa foto SEM selulosa proses alkalinisasi terlihat seperti butiran-butiran kecil yang diselubungi bagian halus yang menandakan adanya pengangkatan hemiselulosa dan lignin (Huang et al. 2017). Namun pada Gambar 6c yaitu mikroselulosa terlihat terlihat bayangan garis-garis panjang. Bayangan garis ini manandakan terjadinya pengecilan ukuran selulosa menjadi

mikroselulosa setelah proses hidrolisis, namun garis ini tidak terlihat jelas ketika foto SEM diperbesar 100.000 kali. Ketidak jelasan garis menandakan bahwa proses hidrolisis dengan pengadukan 1500 rpm selama 90 menit belum sepenuhnya dapat menghilangkan bagian non selulosa. Perlakuan mekanik seperti high pressure homogenizer atau sonikasi perlu ditambahkan untuk mendapatkan selulosa yang lebih murni seperti kristal selulosa (Lee et al. 2019).



Gambar 3 Termogram TGA mikroselulosa hasil proses hidrolisis (a) 30 menit/ 1600 rpm, (b) 90 menit/1600 rpm, (c) 90 menit/1000 rpm, (d) 90 menit/ 2000 rpm.



Gambar 4 Struktur kimia selulosa dengan ikatan hidrogen antarmolekul air

Pengaruh penambahan mikroselulosa terhadap bioplastik yang dihasilkan

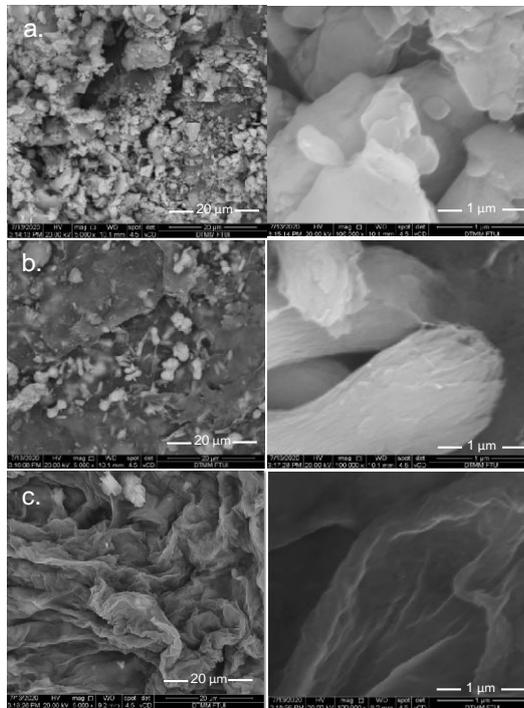
Pengamatan dilakukan selama 8 hari perendaman bioplastik. Gambar 7 merupakan kondisi saat perendaman 1 jam dan 3 hari. Terlihat bioplastik blanko yaitu tapioka/kitosan baik 1 jam sedikit mengembang sementara bioplastik yang ditambahkan mikroselulosa masih terlihat utuh. Hal yang sama terlihat jelas pada perendaman 3 hari. Ini menandakan bahwa sifat hidrofilik dari bioplastik telah berkurang dengan adanya mikroselulosa. Tidak

terjadi perubahan yang signifikan pada pengamatan sampai hari ke 8.

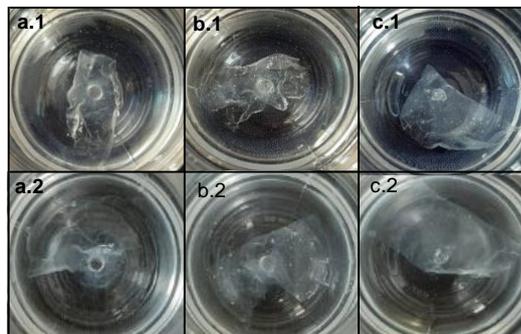
Gambar 8 menampilkan foto bioplastik sampel (atas) dan sisa bioplastik kering setelah 8 hari perendaman (bawah). Dari hasil pengukuran sisa bioplastik didapatkan bagian terpanjang berturut-turut 1, 2 dan 2,5 cm untuk blanko, bioplastik dengan penambahan selulosa dan mikroselulosa. Hasil ini membuktikan bahwa dengan penambahan mikroselulosa dapat memperkuat bioplastik dari air.



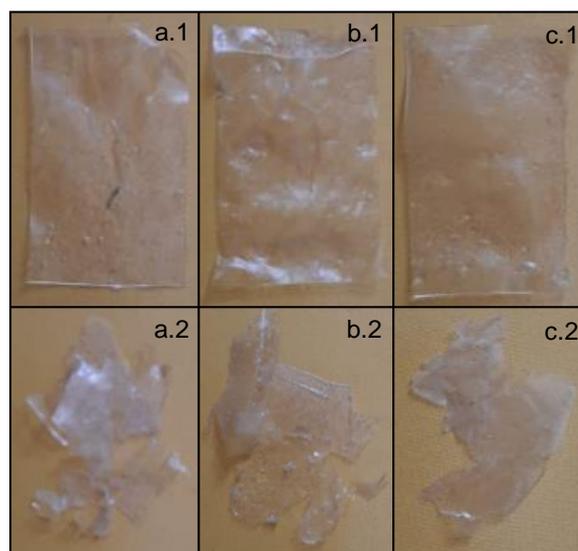
Gambar 5 Fotografi rumput laut dari kiri *Sargassum* sp. basah, *Sargassum* sp. kering, selulosa dan mikroselulosa



Gambar 6 (a) Hasil SEM terhadap *Sargassum* sp., (b) selulosa, (c) mikroselulosa. Foto kiri pembesaran 5.000 kali dan kanan pembesaran 100.000 kali.



Gambar 7 Kelarutan bioplastik dalam air (a.1) tapioka/kitosan selama 1 jam, (a.2) tapioka/kitosan selama 3 hari, (b.1) tapioka/kitosan/selulosa selama 1 jam, (b.2) tapioka/kitosan/selulosa selama 3 hari, (c.1) tapioka/kitosan/ mikroselulosa selama 1 jam, (c.2) tapioka/kitosan/ mikroselulosa selama 3 hari



Gambar 8 Fotografi bioplastik sebelum direndam (atas) dan sisa setelah direndam 8 hari (bawah) a. tapioka/kitosan, b. tapioka/kitosan/selulosa, c. tapioka/kitosan/mikroselulosa

KESIMPULAN

Proses ekstraksi mikroselulosa rumput laut coklat *Sargassum* sp. dan karakterisasi telah dilakukan dengan FTIR, TGA dan SEM. Mikroselulosa yang terbentuk diaplikasikan dalam memperkuat pembuatan bioplastik film. Penambahan mikroselulosa dalam bioplastik tapioka dan kitosan dapat meningkatkan daya tahannya terhadap air selama 8 hari.

DAFTAR PUSTAKA

- Ruslan, and Agrippina Wiraningtyas. 2018. "EKSTRAKSI ZAT WARNA DARI RUMPUT LAUT *Sargassum* Sp." *Jurnal Redoks (Jurnal Pendidikan Kimia Dan Ilmu Kimia)* 2 (01): 1–10. doi:10.33627/re.v2i01.72.
- Chiang, Buong Woei, Syn Huey Lee, Nor Azowa Ibrahim, Yoon Yee Then, and Yuet Ying Loo. 2017. "Isolation and Characterization of Cellulose Nanocrystals from Oil Palm Mesocarp Fiber." *Polymers* 9 (8): 1–11. doi:10.3390/polym9080355.
- Dari, Produksi Bioetanol, I Riwayat, I Hartati, L Kurniasari, and R D Ratnani. 1990. "Bonggol Jagung Melalui Proses Trichordema Reesei," 1–5.
- Darni, Yuli, Tosty Maylangi Sitorus, and Muhammad Hanif. 2014. "Produksi Bioplastik Dari Sorgum Dan Selulosa Secara Termoplastik." *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan* 10 (2): 55–62. doi:10.23955/rkl.v10i2.2420.
- Doh, Hansol, Kyle D Dunno, and William Scott Whiteside. 2020. "Preparation of Novel Seaweed Nanocomposite Film from Brown Seaweeds *Laminaria Japonica* and *Sargassum Natans*." *Food Hydrocolloids*. Elsevier Ltd, 105744. doi:10.1016/j.foodhyd.2020.105744.
- Doh, Hansol, Min Hyeock Lee, and William Scott Whiteside. 2020. "Physicochemical Characteristics of Cellulose Nanocrystals Isolated from Seaweed Biomass." *Food Hydrocolloids* 102. Elsevier B.V. doi:10.1016/j.foodhyd.2019.105542.
- Feng, Xin, Xianghao Meng, Jingpeng Zhao, Miao Miao, Liyi Shi, Shuping Zhang, and Jianhui Fang. 2015. "Extraction and Preparation of Cellulose Nanocrystals from Dealginate Kelp Residue: Structures and Morphological Characterization." *Cellulose* 22 (3). Springer Netherlands: 1763–72. doi:10.1007/s10570-015-0617-z.
- George, Johnsy, and S. N. Sabapathi. 2015. "Cellulose Nanocrystals: Synthesis, Functional Properties, and Applications." *Nanotechnology, Science and Applications* 8: 45–54. doi:10.2147/NSA.S64386.
- Huang, Siwei, Ling Zhou, Mei Chun Li, Qinglin Wu, and Dingguo Zhou. 2017. "Cellulose Nanocrystals (CNCs) from Corn Stalk: Activation Energy Analysis." *Materials* 10 (1): 1–13. doi:10.3390/ma10010080.
- Kumar, Anuj, Yuvraj Singh Negi, Veena Choudhary, and Nishi Kant Bhardwaj. 2014. "Characterization of Cellulose Nanocrystals Produced by Acid-Hydrolysis from Sugarcane Bagasse as Agro-Waste." *Journal of Materials Physics and Chemistry* 2 (1): 1–8. doi:10.12691/jmpc-2-1-1.
- Lee, Hyung-Joo, Heon-Seok Lee, Junwon Seo, Yong-Hak Kang, Woosuk Kim, and Thomas Kang. 2019. "State-of-the-Art of Cellulose Nanocrystals and Optimal Method for Their Dispersion for

- Construction-Related Applications.” *Applied Sciences* 9 (3): 426. doi:10.3390/app9030426.
- Manteu, Shindy Hamidah, Nurjanah, and Tati Nurhayati. 2018. “Karakteristik Rumput Laut Cokelat (Sargassum Polycystum Dan Padina Minor) Dari Perairan Pohuwato Provinsi Gorontalo.” *Jphpi* 21 (3): 396–405.
- Mazlan, Dianah, Santhana Krishnan, Mohd Fadhil Md Din, Chiharu Tokoro, Nur Hafizah Abd Khalid, Izni Syahrizal Ibrahim, Hideki Takahashi, and Daisuke Komori. 2020. “Effect of Cellulose Nanocrystals Extracted from Oil Palm Empty Fruit Bunch as Green Admixture for Mortar.” *Scientific Reports* 10 (1): 1–11. doi:10.1038/s41598-020-63575-7.
- Percival, Elizabeth. 1979. “The Polysaccharides of Green, Red and Brown Seaweeds: Their Basic Structure, Biosynthesis and Function.” *British Phycological Journal* 14 (2): 103–17. doi:10.1080/00071617900650121.
- Rasyid, Abdullah. 2003. “Algae Coklat (Phaeophyta) Sebagai Sumber Alginat.” *Oseana XXVIII* (1): 33–38.
- Salim, Z., and Ernawati. 2015. *Info Komoditi RUMPUT LAUT. 2013.*
- Sari, Rodiah Nurbaya, Bagus Sediadi Bandol Utomo, and Armansyah H. Tambunan. 2014. “Kondisi Optimum Produksi Bioetanol Dari Rumput Laut Coklat (Sargassum Duplicatum) Menggunakan Trichoderma Viride Dan Pichia Angophorae.” *Jurnal Pascapanen Dan Bioteknologi Kelautan Dan Perikanan* 9 (2): 121. doi:10.15578/jpbkp.v9i2.105.
- Sidek, Izathul Shafina, Sarifah Fauziah Syed Draman, Siti Rozaimah Sheikh Abdullah, and Nornizar Anuar. 2019. “Current Development on Bioplastics and Its Future Prospects: An Introductory Review.” *INWASCON Technology Magazine* 1: 03–08. doi:10.26480/itechmag.01.2019.03.08.
- Silviana, and Puji Rahayu. 2017. “Pembuatan Bioplastik Berbahan Pati Sagu Dengan Penguat Mikrofibril Selulosa Bambu Terdispersi KCl Melalui Proses Sonikasi.” *Reaktor* 17 (3): 151–56. doi:10.14710/reaktor.17.3.151-156.
- Singh, Suman, Kirtiraj K. Gaikwad, Su Il Park, and Youn Suk Lee. 2017. “Microwave-Assisted Step Reduced Extraction of Seaweed (Gelidiella Aceroso) Cellulose Nanocrystals.” *International Journal of Biological Macromolecules* 99. Elsevier B.V.: 506–10. doi:10.1016/j.ijbiomac.2017.03.004.
- Song, Kaili, Xiaoji Zhu, Weiming Zhu, and Xiaoyan Li. 2019. “Preparation and Characterization of Cellulose Nanocrystal Extracted from Calotropis Procera Biomass.” *Bioresources and Bioprocessing* 6 (1). Springer Singapore. doi:10.1186/s40643-019-0279-z.
- Syuhada, Mahfud, Sintia Ainus Sofa, and Endarujy Sedyadi. 2020. “The Effect of Cassava Peel Starch Addition to Bioplastic Biodegradation Based On Chitosan On Soil and River Water Media.” *Biology, Medicine, & Natural Product Chemistry* 9 (1): 7–13. doi:10.14421/biomedich.2020.91.7-13.
- Wulandari, W. T., A. Rochliadi, and I. M. Arcana. 2016. “Nanocellulose Prepared by Acid Hydrolysis of Isolated Cellulose from Sugarcane Bagasse.” *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 107 (1). doi:10.1088/1757-899X/107/1/012045.