

## Optimasi Produksi Selulosa Mikrokrystal dari Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit Menggunakan Metode Respon Permukaan

### *Optimization of Microcrystalline Cellulose Production from Oil Palm Empty Fruit Bunch Cellulose Using Response Surface Methodology*

Serarifi Elagin Harahap<sup>1</sup>, Michelle<sup>2</sup>, Silva Latisya<sup>1</sup>, Firda Dimawarnita<sup>1</sup>, Tjahjono Herawan<sup>3</sup>, dan Yora Faramitha<sup>1\*</sup>

**Abstrak** Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) merupakan limbah biomassa yang melimpah dengan kandungan selulosa tinggi, namun pemanfaatannya masih terbatas pada aplikasi konvensional seperti sebagai mulsa di perkebunan kelapa sawit. Padahal, TKKS berpotensi dikembangkan menjadi produk turunannya yang bernilai tinggi, seperti mikrokristalin selulosa (*microcrystalline cellulose*/MCC) yang memiliki aplikasi luas di berbagai industri, termasuk farmasi, makanan, dan material komposit. Penelitian ini bertujuan mengoptimasi produksi MCC dari selulosa TKKS melalui hidrolisis asam menggunakan pendekatan *Response Surface Methodology* (RSM) untuk mencapai yield tertinggi. Optimasi dilakukan terhadap tiga variabel utama, yaitu konsentrasi asam klorida/HCl (1,2,3 M), waktu hidrolisis (20, 40, 60 menit), dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl (25, 50, 75 g/L), dengan rancangan eksperimen Box-Behnken. Hasil menunjukkan bahwa yield MCC tertinggi sebesar 84,41% tercapai pada konsentrasi HCl 1,77 M, waktu hidrolisis 36,57 menit, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl 58,33 g/L. MCC yang diperoleh berdasarkan kondisi optimum memiliki kandungan alpha selulosa 71,42%; hemiselulosa 14,36%; dan lignin 0,59%. Analisis *Forier Transform Infrared* (FT-IR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD) mengkonfirmasi profil spektral dan kristalinitas yang sesuai dengan tipikal MCC. Hasil yang diperoleh

membuktikan bahwa optimasi produksi menggunakan RSM berhasil meningkatkan efisiensi produksi MCC dengan yield dan kandungan selulosa yang tinggi.

**Kata Kunci:** biomassa sawit, desain RSM Box-Behnken, hidrolisis asam, mikrokristalin selulosa, optimasi rendemen

**Abstract** Oil palm empty fruit bunches (OPEFB) are abundant biomass waste with high cellulose content, yet their utilization is limited to conventional applications such as mulch in palm oil plantations. However, OPEFB can be potentially developed into high-value derivative products, such as microcrystalline cellulose (MCC), which has widespread applications across various industries, including pharmaceuticals, food, and composite materials. This study aims to optimize MCC production from OPEFB cellulose through acid hydrolysis using the Response Surface Methodology (RSM) approach to achieve the highest yield. Optimization was conducted on three main variables: hydrochloric acid (HCl) concentration (1, 2, 3 M), hydrolysis time (20, 40, 60 minutes), and the mass ratio of cellulose to HCl volume (25, 50, 75 g/L), using a Box-Behnken experimental design. The results showed that the highest MCC yield of 84.41% was achieved at an HCl concentration of 1.77 M, a hydrolysis time of 36.57 minutes, and a cellulose mass ratio to the HCl volume of 58.33 g/L. The MCC obtained under optimal conditions has an alpha cellulose content of 71.42%; hemicellulose 14.36%; and lignin 0.59%. Fourier Transform Infrared (FT-IR) and X-Ray Diffraction (XRD) analyses confirmed spectral profiles and crystallinity consistent with typical MCC. The results demonstrate that production optimization using RSM successfully improved MCC production efficiency with

*Penulis yang tidak disertai dengan catatan kaki instansi adalah peneliti pada Pusat Penelitian Kelapa Sawit*

Yora Faramitha<sup>1\*</sup> (✉)

<sup>1</sup>Pusat Penelitian Kelapa Sawit Unit Bogor, Bogor, Jawa Barat  
Email : yora.faramitha@gmail.com

<sup>2</sup>Program Studi Rekayasa Hayati, Sekolah Ilmu dan Teknologi Hayati, Institut Teknologi Bandung, Bandung, Jawa Barat

<sup>3</sup>PT Riset Perkebunan Nusantara, Bogor, Jawa Barat

*high yield and cellulose content.*

**Keywords:** *oil palm biomass, Box-Behnken RSM design, acid hydrolysis, microcrystalline cellulose, yield optimization*

## PENDAHULUAN

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) adalah salah satu biomassa dari limbah padat di pabrik kelapa sawit dengan jumlah melimpah atau sekitar 23% dari tandan buah segar yang diolah (Silalahi & Supijatno, 2017; Windiastuti *et al.*, 2022). TKKS dimanfaatkan di perkebunan kelapa sawit secara konvensional sebagai mulsa dan pupuk organik, karena kandungan nutrisinya yang berpotensi meningkatkan kualitas dan kesuburan tanah (Harahap *et al.*, 2021). TKKS mengandung beberapa komponen utama, dengan selulosa sebagai penyusun terbesar yaitu sebesar 30-40% dari total massa (Dimawarnita *et al.*, 2023). TKKS memiliki kandungan selulosa yang tinggi, sehingga dapat menjadi bahan baku yang baik untuk dikonversi menjadi nanofiber (Supian *et al.*, 2020), selulosa mikrokristalin (Hassan *et al.*, 2020; Kuthi *et al.*, 2016; Susi *et al.*, 2023), selulosa nano-kristalin (Foo *et al.*, 2019), dan produk lainnya berbasis selulosa.

Selulosa adalah polimer homogen linier, yang terdiri dari unit d-glukosa  $[(C_6H_{10}O_5)_n]$  dihubungkan oleh ikatan  $\beta$ -1-4-glikosidik. Selulosa memiliki karakteristik tidak berbau, tidak berasa, kiral, dan hidrofobik (Trache *et al.*, 2016). Selulosa merupakan polimer alami paling melimpah di bumi yang memiliki dua bentuk utama yaitu selulosa amorf dan selulosa kristalin. Selulosa amorf (*amorph cellulose*) adalah bagian yang tidak teratur dan mudah larut, sedangkan selulosa kristalin (*crystalline cellulose*) memiliki struktur yang lebih teratur dan padat sehingga berfungsi untuk memberikan kekuatan mekanis pada dinding sel tanaman (Xiang *et al.*, 2016). *Microcrystalline cellulose* (MCC) diperoleh melalui proses pemisahan bagian amorf selulosa. Proses ini menyisakan serat kristalin yang stabil secara termal dan kimia, serta memiliki aplikasi luas di berbagai industri, seperti farmasi, makanan, dan material komposit (Susi *et al.*, 2023; Trache *et al.*, 2016).

Berbagai metode telah digunakan untuk menghilangkan bagian amorf pada selulosa dan mengisolasi MCC dari berbagai bahan lignoselulosa

(Trache *et al.*, 2016). Proses hidrolisis asam merupakan salah satu metode yang paling efektif untuk isolasi MCC (Davoudpour *et al.*, 2015). Proses hidrolisis asam menghilangkan bagian amorf pada selulosa tanpa mempengaruhi bagian kristalin atau struktur kimianya. Tingkat penghilangan bagian amorf untuk isolasi MCC dipengaruhi oleh parameter proses hidrolisis asam seperti konsentrasi asam dan waktu reaksi (Chen & Lee, 2018; Karimi & Taherzadeh, 2016). Pendekatan konvensional untuk isolasi MCC dari TKKS, yang meneliti satu variabel pada satu waktu, berpotensi mengabaikan aspek-aspek penting yang memengaruhi hasil MCC. Aspek-aspek tersebut mencakup efek kuadratik dan interaksi antarvariabel (Hassan *et al.*, 2020). Pendekatan kuantitatif untuk mengoptimalkan beberapa variabel dalam proses hidrolisis asam merupakan solusi efektif untuk memperoleh yield MCC yang optimal dari TKKS.

Metode respon permukaan (RSM) adalah teknik statistik yang efektif untuk menilai efek secara simultan dari beberapa variabel dalam proses tertentu. RSM adalah teknik pemodelan empiris yang menganalisis variabel input suatu proses baik secara matematis maupun statistik. RSM telah banyak digunakan di berbagai bidang penelitian untuk memodelkan pengaruh beberapa variabel input terhadap respons, dengan tujuan mengoptimalkannya. Pada saat ini, informasi yang dipublikasikan mengenai penentuan parameter optimal dalam proses hidrolisis asam untuk menghasilkan MCC masih terbatas.

Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimalkan produksi MCC dari selulosa TKKS melalui pendekatan *Response Surface Methodology* (RSM). Variabel utama yang dianalisis meliputi konsentrasi asam klorida (HCl), waktu hidrolisis, serta rasio massa selulosa terhadap volume HCl. Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan MCC dengan yield tertinggi dari proses produksi yang optimal dan efisien.

## BAHAN DAN METODE

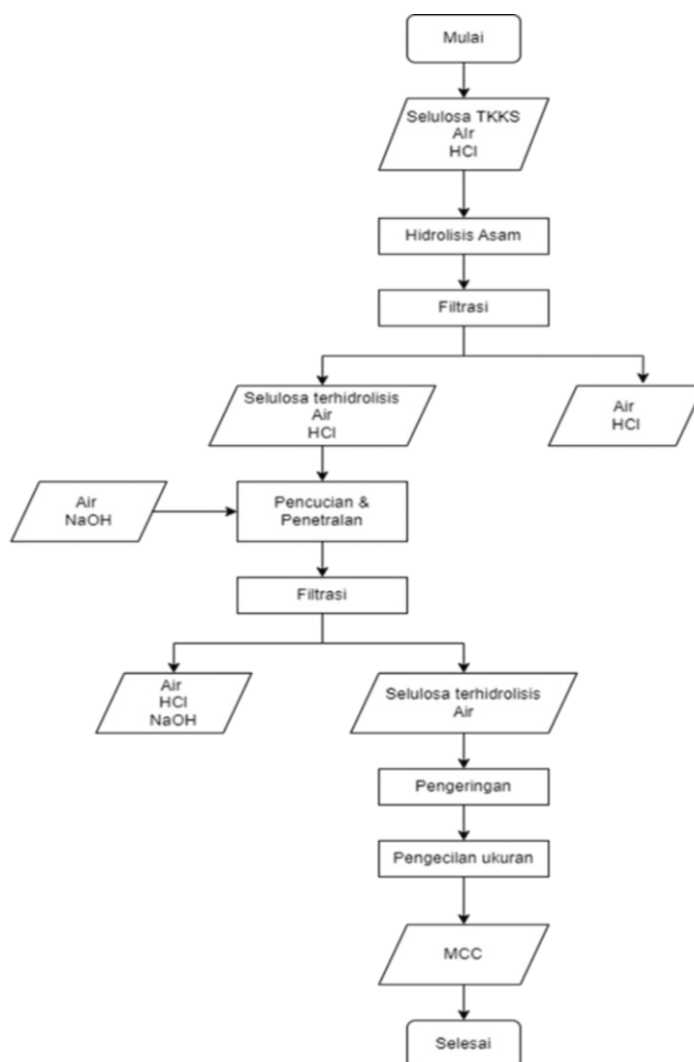
### Bahan dan alat

Selulosa TKKS yang digunakan pada penelitian ini diproduksi di laboratorium Bioindustri PPKS Unit Bogor dengan karakteristik kadar lignin 2,49%; hemiselulosa 24,70% dan alpha selulosa 64,28%. Bahan lain yang digunakan diantaranya NaOH teknis

dan HCl 32% teknis yang diperoleh dari PT. Ganendra Global Labtekindo (Indonesia). Air deionasi yang diperoleh dari Milli-DI System (Merck KGaA, Germany) digunakan untuk menyiapkan larutan pada penelitian ini. Adapun alat yang digunakan yaitu *blender*, *beaker*, *magnetic stirrer*, kertas pH, kain tahu, dan oven.

#### Desain eksperimen produksi MCC

Proses produksi MCC dari TKKS terdiri dari beberapa tahap, yaitu depolimerisasi dengan senyawa kimia serta tahapan pencucian dan pengeringan. Proses produksi MCC secara keseluruhan digambarkan dengan diagram alir pada Gambar 1.



Gambar 1. Diagram alir produksi MCC dari selulosa TKKS dengan menggunakan asam  
 Figure 1. MCC production flow chart from TKKS cellulose by acid treatment

Pada tahap depolimerisasi, selulosa TKKS dihidrolisis menggunakan asam klorida (HCl) dengan variasi konsentrasi (1-3 M) dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl yang divariasikan (25-75 g/L). Proses hidrolisis berlangsung pada suhu 105°C menggunakan *hot plate* (Thermo Fisher Scientific) sambil dilakukan pengadukan dengan kecepatan sedang menggunakan magnetic stirrer selama variasi waktu 20-60 menit. Setelah reaksi selesai, campuran didinginkan hingga mencapai suhu ruang ( $\pm 25^\circ\text{C}$ ). Padatan hasil hidrolisis kemudian disaring menggunakan kain saring nilon (200 mesh), dilanjutkan dengan pencucian berulang menggunakan air deionisasi dan larutan NaOH 5% hingga mencapai pH netral. Endapan Mikrokristalin selulosa (MCC) yang terbentuk dipisahkan dari filtrat menggunakan kain saring nilon (200 mesh), lalu dikeringkan menggunakan oven (Memmert) pada suhu 60°C selama 12 jam hingga berat konstan. Terakhir, MCC dihaluskan atau dilakukan pengecilan ukuran dengan menggunakan blender.

RSM digunakan untuk menentukan kondisi proses optimal meliputi konsentrasi HCl (M), waktu hidrolisis (menit), dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl (g : L) terhadap respon rendemen/ *yield* (%).

Parameter hidrolisis asam, seperti konsentrasi HCl ( $X_1$ ), waktu hidrolisis ( $X_2$ ), dan perbandingan massa selulosa dengan volume asam ( $X_3$ ) adalah variabel independen pada desain penelitian ini yang dikodekan oleh Persamaan (1).

$$X = \frac{x - [x_{\max} + x_{\min}]/2}{[x_{\max} + x_{\min}]/2} \quad (1)$$

di mana X adalah variabel yang dikodekan, x adalah variabel alami,  $x_{\max}$  adalah level tinggi dari variabel alami, dan  $x_{\min}$  adalah level rendah. Tingkat rendah, menengah, dan tinggi dari variabel ditetapkan sebagai -1, 0, dan +1, masing-masing, seperti yang disajikan dalam Tabel 1. Batas atas dan batas bawah untuk masing-masing variabel tersebut didasarkan dari berbagai literatur terkait produksi MCC melalui hidrolisis menggunakan HCl (Hassan *et al.*, 2020; Lestari, 2022; Li *et al.*, 2019; Ren *et al.*, 2019). Desain eksperimen ini menghasilkan 15 percobaan, dengan 3 percobaan akhir berupa titik tengah dari setiap variabel. Respons yang diamati dari rancangan RSM adalah *yield*/ perolehan.

Tabel 1. Rancangan RSM Box-Behnken  
Table 1. RSM Box-Behnken design

| Variabel /<br>Variables                                             | Kode /<br>Code | Tingkat/ Level |    |    |
|---------------------------------------------------------------------|----------------|----------------|----|----|
|                                                                     |                | -1             | 0  | +1 |
| Konsentrasi HCl (M) /<br><i>HCl concentration (M)</i>               | $X_1$          | 1              | 2  | 3  |
| Waktu Hidrolisis (menit) /<br><i>Hydrolysis duration</i>            | $X_2$          | 20             | 40 | 60 |
| Massa Selulosa : volum HCl<br>(g/L) / <i>Cellulose : Acid (g/L)</i> | $X_3$          | 25             | 50 | 75 |

Respon dari produksi MCC dapat dinyatakan dengan persamaan polinomial orde dua yang disajikan pada Persamaan (2).

$$Y = B_0 + \sum_{i=1}^n B_i X_i + \sum_{i < j} B_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^n B_{ii} X_i^2 \quad (2)$$

di mana Y adalah respon yang diprediksi dari *yield* MCC,  $B_0$ ,  $B_i$ ,  $B_{ij}$  dan  $B_{ii}$  masing-masing adalah koefisien konstan dari intersep, linear, interaksi, dan kuadratik; n adalah jumlah variabel; dan  $X_i$  dan  $X_j$  adalah variabel independen. Kecocokan model regresi diverifikasi oleh koefisien regresi ( $R^2$ ) dan koefisien determinasi *adjusted* ( $R^2_{\text{Adj}}$ ). Efek interaksi dari



variabel-variabel pada respon digambarkan dengan menggunakan representasi grafis 3D dari perilaku respon, yang disebut *response surface plot*.

Selanjutnya dilakukan penyusunan neraca massa berdasarkan proses yang telah dioptimasi parameter hidrolisisnya. Proses dilakukan dengan melakukan hidrolisis asam dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Kemudian dilakukan perhitungan yield menggunakan Persamaan (3).

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{massa MCC}}{\text{massa selulosa}} \times 100\% \quad (3)$$

#### Karakterisasi produk MCC pada kondisi optimum

Karakterisasi MCC yang diperoleh berdasarkan kondisi optimum meliputi kadar lignin,  $\alpha$ -selulosa, hemiselulosa, analisis FT-IR dan analisis XRD. Analisis kadar lignin,  $\alpha$ -selulosa, dan hemiselulosa dilakukan di Balai Besar Standarisasi dan Pelayanan Jasa Industri Selulosa (Bandung, Indonesia). kadar lignin diukur berdasarkan SNI 8429:2017, kadar  $\alpha$ -selulosa dianalisis berdasarkan ASTM D 1103, dan

kadar hemiselulosa dianalisis berdasarkan SNI 01-1561-1989. Pengujian *Fourier Transform Infrared Spectrometer* (FT-IR) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut BRIN Serpong menggunakan alat Thermoscientific Nicolet is-10. Pengujian *X ray diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Fisika BRIN Serpong menggunakan alat XRD smartlab Rigaku.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Optimasi Produksi MCC dengan RSM

Produksi MCC dilakukan dengan memvariasikan parameter proses hidrolisis asam, yaitu konsentrasi HCl, waktu hidrolisis, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl. Desain eksperimen *Box-Behnken* digunakan untuk mengatur variasi parameter dan diperoleh 15 percobaan eksperimen untuk dilakukan. Adapun RSM diaplikasikan untuk menganalisis pengaruh masing-masing parameter terhadap yield MCC. Hasil eksperimen disajikan secara lengkap pada Tabel 2.

Tabel 2. Persentase yield produksi MCC  
Table 2. MCC production yield percentage

| Run | X <sub>1</sub> | X <sub>2</sub> | X <sub>3</sub> | Yield (%) |
|-----|----------------|----------------|----------------|-----------|
| 1   | 1              | 20             | 50             | 82,41     |
| 2   | 3              | 20             | 50             | 75,39     |
| 3   | 1              | 60             | 50             | 73,89     |
| 4   | 3              | 60             | 50             | 63,29     |
| 5   | 1              | 40             | 25             | 75,69     |
| 6   | 3              | 40             | 25             | 67,45     |
| 7   | 1              | 40             | 75             | 78,10     |
| 8   | 3              | 40             | 75             | 80,26     |
| 9   | 2              | 20             | 25             | 75,34     |
| 10  | 2              | 60             | 25             | 63,41     |
| 11  | 2              | 20             | 75             | 76,28     |
| 12  | 2              | 60             | 75             | 80,03     |

(continued)

| Run | X <sub>1</sub> | X <sub>2</sub> | X <sub>3</sub> | Yield (%) |
|-----|----------------|----------------|----------------|-----------|
| 13  | 2              | 40             | 50             | 83,35     |
| 14  | 2              | 40             | 50             | 86,53     |
| 15  | 2              | 40             | 50             | 82,36     |

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada Tabel 2, persentase *yield* MCC berada pada rentang 63,29% hingga 86,53%. *Yield* MCC tertinggi, yaitu sebesar 86,53% dicapai pada kondisi HCl 2M, waktu hidrolisis 40 menit, dan rasio selulosa:HCl sebesar 50 g/L. Sementara itu, *yield* terendah (63,29%), diperoleh pada konsentrasi HCl 3M, waktu hidrolisis 60 menit, dan rasio selulosa:HCl sebesar 50 g/L. Hasil percobaan ini menunjukkan bahwa pada konsentrasi HCl yang terlalu tinggi (3 M) dan waktu hidrolisis yang lebih lama (60 menit) dapat menyebabkan degradasi berlebih, mengurai selulosa menjadi glukosa atau senyawa turunan lain, sehingga mengurangi *yield* MCC. Mekanisme hidrolisis asam yang terlalu agresif dapat memutus ikatan  $\beta$ -1,4-glikosida secara acak, mengurangi derajat polimerasi, dan mengubah MCC menjadi glukosa atau oligomer selulosa (Chen. *et al.*, 2021). Hal ini sejalan dengan penelitian Hassan *et al.* (2020) yang menunjukkan penurunan *yield* MCC pada konsentrasi asam > 2,5 N akibat hidrolisis berlebih.

Perolehan *yield* dari optimasi produksi MCC dari TKKS yang juga dilakukan oleh Hassan *et al.* (2020) berada pada rentang 68-98%. Perbedaan hasil yang diperoleh dapat disebabkan oleh variasi kondisi proses, termasuk rentang waktu yang lebih singkat (10-30 menit); suhu yang lebih tinggi (80, 105, 130°C); dan konsentrasi asam yang berbeda (1,5 - 3,5 N). Selain itu, faktor-faktor seperti sumber TKKS diperoleh, metode pretreatment TKKS dan proses isolasi selulosa juga dapat menjadi penyebab perbedaan *yield* MCC.

Pada tiga *run* percobaan terakhir, persentase *yield* menunjukkan variasi yang tidak konsisten (82,36 - 86,53%). Variasi yang terjadi diduga disebabkan oleh beberapa faktor, seperti: pengaruh homogenitas pencampuran, sifat higroskopis MCC, dan kehilangan saat filtrasi. Pada proses pencampuran suspensi selulosa-HCl yang tidak sempurna (pengadukan yang tidak konsisten), menyebabkan terjadinya variasi lokal. Karakteristik MCC yang higroskopis sehingga rentan terhadap fluktuasi berat. Pada pengeringan yang tidak

sempurna, sisa air atau HCl mungkin masih terperangkap sehingga *yield* terlalu tinggi. Sebaliknya, pada pengeringan pada suhu yang terlalu tinggi, MCC dapat terdegradasi sehingga *yield* terlalu rendah. Selain itu, kehilangan partikel halus selama proses netralisasi dan filtrasi juga dapat berkontribusi pada deviasi *yield*. Variasi yang terjadi dapat diminimalisir dengan menjaga proses pada lingkungan terkontrol dan metode analisis yang presisi.

#### Analisis ANOVA

Model permukaan respon polinomial orde dua (Persamaan 2) digunakan untuk menentukan variabel respon (Y). Analisis regresi dan analisis varians (ANOVA) digunakan untuk membuat model dan menentukan signifikansi statistik dari variabel-variabel tersebut serta interaksinya (Luo *et al.*, 2014). Tingkat signifikansi dari suatu faktor dievaluasi dengan mempertimbangkan nilai p-value pada tingkat kepercayaan 95% ( $\alpha=0,05$ ).

Berdasarkan Tabel 3 diketahui jika variabel linear untuk konsentrasi HCl, waktu hidrolisis, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl; variabel kuadrat untuk konsentrasi, waktu, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl; variabel interaksi untuk waktu dengan rasio massa selulosa terhadap volume HCl berpengaruh signifikan dalam persentase perolehan MCC. Sedangkan, variabel interaksi konsentrasi dengan waktu dan variabel interaksi konsentrasi dengan rasio massa selulosa terhadap volume HCl tidak berpengaruh signifikan.

Nilai R<sup>2</sup> dapat menilai kecocokan model regresi dengan menunjukkan proporsi variasi dalam respon karakteristik (Hassan *et al.*, 2020). Pada umumnya, model yang cocok memiliki nilai R<sup>2</sup> lebih besar dari 0,80 (Hossain *et al.*, 2016). Nilai R<sup>2</sup> yang lebih rendah mengindikasikan bahwa model tersebut tidak cocok untuk memprediksi hubungan antar variabel. Namun, Koocheki *et al.* (2009) melaporkan bahwa metode yang paling tepat untuk menentukan keakuratan model permukaan respon adalah dengan menentukan

nilai  $R^2_{Adj}$ . Selain itu, istilah “*lack of fit*” merupakan indikasi kegagalan suatu model. “*Lack of fit*” yang signifikan dari sebuah model mengindikasikan bahwa respon prediktornya diabaikan (Hossain *et al.*, 2015). Hasil yang diperoleh dari ANOVA dan analisis regresi menunjukkan nilai  $R^2$  sebesar 93,24% dan nilai  $R^2_{adj}$  sebesar 81,08% (Tabel 4).

Nilai  $R^2$  dan  $R^2_{adj}$  yang tinggi mengindikasikan bahwa tidak ada variabel yang signifikan yang tidak ada dalam model (Davoudpour *et al.*, 2015). “*Lack of fit*” yang tidak signifikan dari model untuk variabel yang diteliti, mengindikasikan bahwa model tersebut akurat untuk memprediksi respon yang relevan dari *yield* MCC.

Tabel 3. Analisis regresi dan analisis varians (ANOVA) model reaksi hidrolisis asam MCC

Table 3. Regression and analysis of variance (ANOVA) of the MCC acid hydrolysis reaction model

| Source                  | DF | Adj SS | Adj MS | F-Value | P-Value |
|-------------------------|----|--------|--------|---------|---------|
| Model                   | 9  | 636,55 | 70,73  | 7,67    | 0,019   |
| Linier                  | 3  | 308,18 | 102,73 | 11,13   | 0,012   |
| Konsentrasi             | 1  | 70,24  | 70,24  | 7,61    | 0,04    |
| Waktu                   | 1  | 103,68 | 103,68 | 11,24   | 0,02    |
| S:L                     | 1  | 134,26 | 134,26 | 14,55   | 0,012   |
| Square                  | 3  | 236,78 | 78,93  | 8,55    | 0,02    |
| Konsentrasi*Konsentrasi | 1  | 70,23  | 70,23  | 7,61    | 0,04    |
| Waktu*Waktu             | 1  | 131,73 | 131,73 | 14,28   | 0,01    |
| S: L*S:L                | 1  | 69,63  | 69,63  | 7,55    | 0,04    |
| 2-Way Interaction       | 3  | 91,60  | 30,53  | 3,31    | 0,12    |
| Konsentrasi*Waktu       | 1  | 3,20   | 3,20   | 0,35    | 0,58    |
| Konsentrasi*S:L         | 1  | 27,01  | 27,01  | 2,93    | 0,15    |
| Waktu*S:L               | 1  | 61,38  | 61,38  | 6,65    | 0,05    |
| Error                   | 5  | 46,13  | 9,23   |         |         |
| Lack-of-Fit             | 3  | 36,63  | 12,21  | 2,57    | 0,29    |
| Pure Error              | 2  | 9,50   | 4,75   |         |         |
| Total                   | 14 | 682,68 |        |         |         |

Tabel 4. Nilai  $R^2$  dari RSM untuk produksi MCC

Table 4.  $R^2$  values of RSM for MCC production

| $R^2$  | $R^2_{adj}$ |
|--------|-------------|
| 93,24% | 81,08%      |

Dengan menerapkan analisis regresi berganda pada data percobaan, variabel respon dan variabel uji

dihubungkan dengan persamaan polinomial orde dua berikut ini:

$$Y = 52,8 + 11,07 X_1 + 0,712 X_2 + 0,337 X_3 - 4,36 X_1^2 - 0,01493 X_2^2 - 0,00695 X_3^2 - 0,0447 X_1 X_2 + 0,1039 X_1 X_3 + 0,00783 X_2 X_3 \quad (4)$$

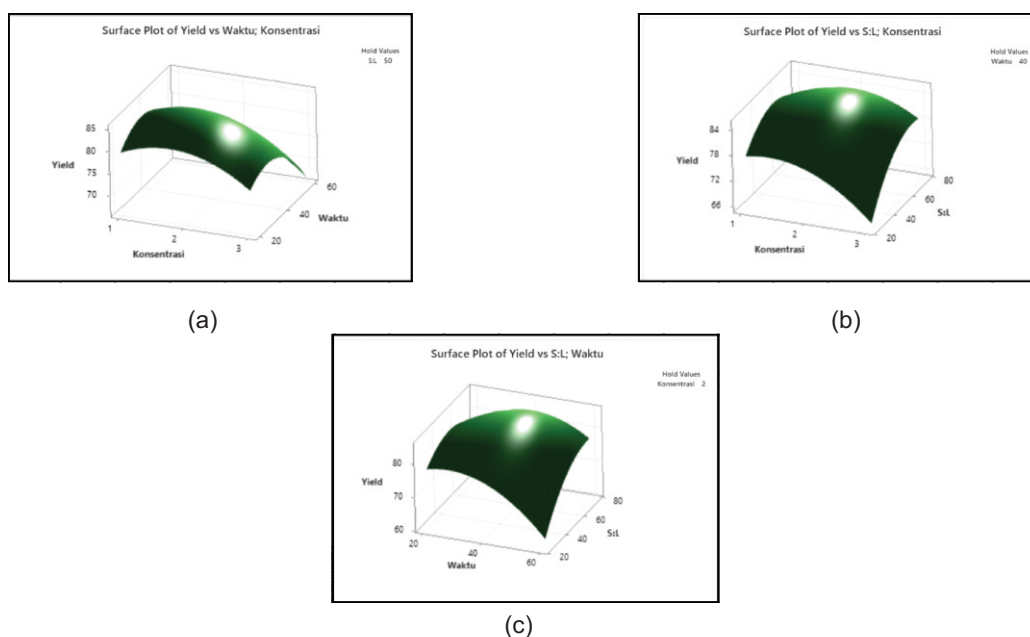
Model regresi polinomial orde dua memiliki kesesuaian yang baik dengan data eksperimen, dan dengan demikian, model ini dapat menentukan kondisi operasi yang optimal untuk yield MCC.

### Analisis Response Surface Plot

*Surface plot* merupakan sebuah diagram tiga dimensi, yang menunjukkan hubungan antara variabel dependen (Y), dan dua variabel independen (X dan Z) (Maxfield, 2014). Pada rancangan ini, variabel dependen merupakan responsnya, yaitu persentase *yield*. Sedangkan variabel independennya adalah konsentrasi HCl, waktu

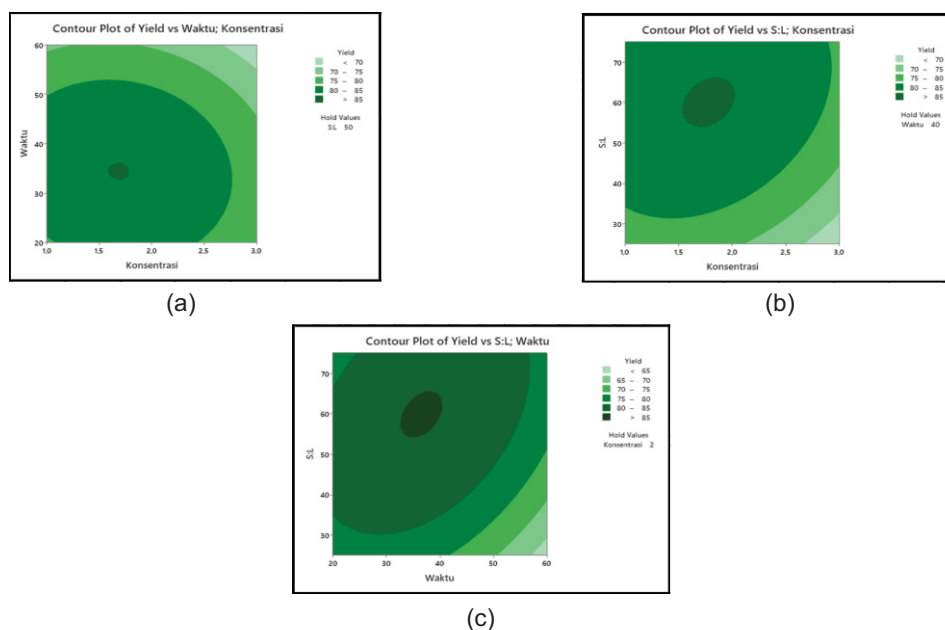
hidrolisis, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl. Grafik *surface plot* dari hasil RSM dapat dilihat pada Gambar 3.

*Contour plot* digunakan untuk memvisualisasikan data tiga dimensi dalam plot dua dimensi (Maxfield, 2014). Pada grafik, sumbu X dan Y merupakan variabel pada rancangan penelitian yaitu konsentrasi HCl, waktu hidrolisis, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl. Respon berupa persentase yield akan ditunjukkan dengan gradasi warna pada grafik. Hal tersebut menyebabkan pada *contour plot*, respons tidak akan bisa diketahui nilainya secara langsung. Gambar 4 merupakan *contour plot* hasil RSM untuk produksi MCC.



Gambar 3. Grafik *surface plot* persentase yield terhadap (a) waktu hidrolisis dan konsentrasi HCl, (b) rasio massa selulosa terhadap volume HCl, (c) rasio massa selulosa terhadap volume HCl dan waktu hidrolisis

Figure 3. *Surface plot of yield percentage against (a) hydrolysis duration and HCl concentration, (b) cellulose to acid ratio and HCl concentration, (c) cellulose to acid ratio and hydrolysis duration.*



Gambar 4. Grafik *contour plot* persentase *yield* terhadap (a) waktu hidrolisis dan konsentrasi HCl, (b) rasio massa selulosa terhadap volume HCl, (c) rasio massa selulosa terhadap volume HCl dan waktu hidrolisis

Figure 4. *Contour plot* of yield percentage against (a) hydrolysis duration and HCl concentration, (b) cellulose to acid ratio and HCl concentration, (c) cellulose to acid ratio and hydrolysis duration.

Berdasarkan Gambar 3(a) dan 4(a) dapat terlihat persentase *yield* MCC meningkat seiring dengan meningkatnya waktu hidrolisis hingga diantara 30 dan 40 menit, lalu menurun. Persentase *yield* juga meningkat seiring peningkatan konsentrasi HCl hingga diantara 1,5 dan 2 M lalu menurun. Grafik tersebut menunjukkan kecenderungan persentase *yield* yang dihasilkan lebih besar pada konsentrasi HCl yang lebih rendah dan waktu yang lebih singkat.

Gambar 3(b) dan 4(b) menunjukkan persentase *yield* MCC meningkat seiring dengan meningkatnya rasio massa selulosa terhadap volume HCl hingga disekitar 60 kemudian menurun. Persentase *yield* juga meningkat seiring meningkatkan konsentrasi HCl hingga diantara 1,5 dan 2 M lalu menurun. Dari grafik tersebut dapat disimpulkan bahwa persentase *yield* akan lebih besar rasio massa selulosa terhadap volume HCl yang lebih besar dan konsentrasi HCl yang lebih rendah.

Gambar 3(c) dan 4(c) menunjukkan persentase *yield* MCC meningkat seiring dengan meningkatnya rasio massa selulosa terhadap volume HCl hingga disekitar 60, setelah itu menurun. Persentase *yield*

juga meningkat seiring meningkatkan waktu hidrolisis hingga diantara 30 dan 40 menit dan kemudian menurun. Dari grafik tersebut dapat dilihat kecenderungan *yield* yang dihasilkan lebih tinggi saat rasio massa selulosa terhadap volume HCl yang lebih besar dan waktu hidrolisis lebih singkat.

Hasil menunjukkan *yield* yang tinggi dihasilkan dari konsentrasi HCl yang rendah, waktu hidrolisis singkat, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl yang tinggi. Waktu yang lebih lama dapat menyebabkan lebih banyak selulosa amorf dan hemiselulosa yang terhidrolisis. Namun, apabila waktu reaksi terus bertambah, tidak hanya daerah amorf yang akan terhidrolisis, tetapi juga daerah kristal (Ren *et al.*, 2019). Hal yang serupa juga terjadi ketika pada variabel konsentrasi HCl, dimana peningkatan konsentrasi HCl akan melarutkan lebih banyak monomer glukosa. Namun, konsentrasi HCl yang tinggi dapat mengakibatkan degradasi selulosa yang berlebihan sehingga memungkinkan HCl menembus lebih cepat ke dalam lapisan jaringan untuk menghidrolisis selulosa dan kemudian menghidrolisis daerah amorf dari kristal selulosa (Fitrya *et al.*, 2021). *Yield* MCC akan bergantung terhadap jumlah dan

konsentrasi HCl, hal ini sesuai dengan hasil penelitian mengenai variabel rasio massa selulosa terhadap volume HCl. Ketika HCl berlebihan maka bagian kristal selulosa juga akan terhidrolisis, sedangkan HCl yang kurang tidak dapat menghidrolisis seluruh selulosa (Li *et al.*, 2019).

Prediksi *yield* dilakukan dengan menggunakan persamaan model yang telah dibuat. Model yang diinginkan pada umumnya menunjukkan nilai fungsi keinginan (*desirability function*) mendekati 1 (Baskaran *et al.*, 2015). Hasil prediksi *yield* tertinggi MCC dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil perhitungan optimasi  
Table 5. Results of optimization calculation

| Konsentrasi HCl/<br><i>HCl</i><br><i>concentration</i> | Waktu<br>Hidrolisis/<br><i>Hydrolysis</i><br><i>duration</i> | Selulosa : HCl/<br><i>Cellulose :</i><br><i>Acid</i> | Prediksi<br>Rendemen/ <i>Yield</i><br><i>prediction (%)</i> | Rendemen<br>rata-rata /<br><i>Average yield</i><br>(%) |
|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------|
| 1,77                                                   | 36,57                                                        | 58,33                                                | 85,39                                                       | 84,41                                                  |

Berdasarkan Tabel 5, kondisi optimum untuk menghasilkan prediksi MCC dengan *yield* tertinggi adalah dengan konsentrasi HCl 1,77 M, waktu hidrolisis selama 36,57 menit, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl sebesar 58,33 g/L. Persentase *yield* prediksi dengan kondisi optimum tersebut adalah 85,39%. Prediksi *yield* MCC tertinggi menggunakan model kemudian divalidasi oleh hasil eksperimen dengan kondisi optimum dan diperoleh nilai persentase *yield* dengan pengulangan 1, 2, dan 3 masing-masing sebesar 84,01%, 85,27%, dan 83,94%. Dari hasil tersebut nilai rata-rata persentase *yield* kondisi optimasi adalah  $84,41 \pm 0,75\%$ .

### Karakteristik MCC

Karakteristik MCC yang dihasilkan pada kondisi optimum memiliki kandungan alpha selulosa 71,42%; hemiselulosa 14,36%; lignin 0,59%. Kandungan alpha selulosa pada MCC hampir dua kali lipat dari kandungan alpha selulosa pada bahan baku TKKS (37,07%) (Faramitha, *et al.*, 2024). Selain itu, jika dibandingkan dengan bahan baku selulosa TKKS, juga terjadi peningkatan dimana alpha selulosa dari selulosa TKKS adalah 64,28%. Sebaliknya, kandungan lignin pada MCC sangat kecil, menandakan bahwa semakin banyak lignin hilang saat proses isolasi MCC. Kandungan alpha selulosa yang tinggi dan kandungan lignin yang sangat kecil pada

MCC menunjukkan kesesuaian parameter proses kondisi dalam memproduksi MCC.

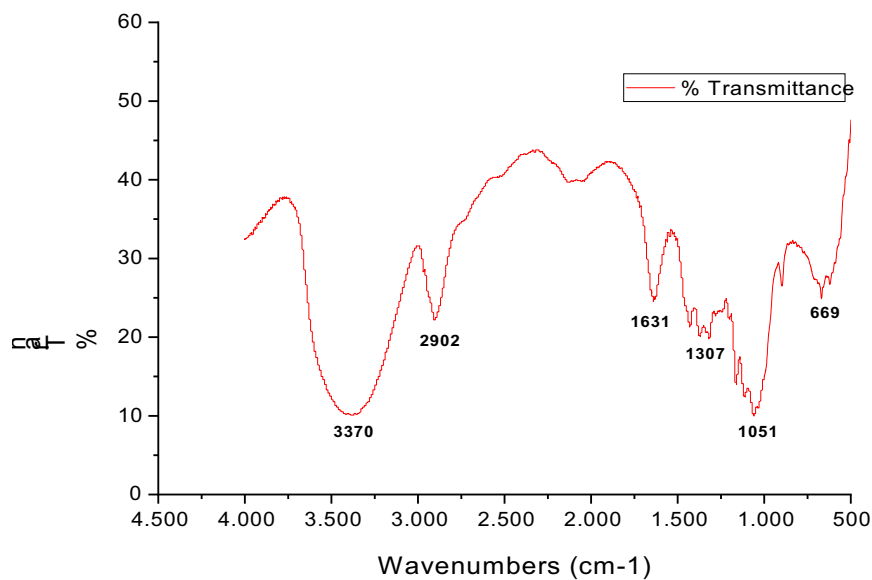
Spektrum FT-IR dari MCC TKKS pada Gambar 5 menunjukkan adanya puncak serapan utama pada  $3378,84 \text{ cm}^{-1}$  yang disebabkan oleh peregangan –OH, menunjukkan adanya ikatan hidrogen antar molekul selulosa dan air. Puncak serapan pada  $2902,71 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan terdapat peregangan C–H dalam gugus metil dan metilen. Terdapat pula puncak  $1639,05 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya penyerapan air, dihasilkan dari mode tekukan molekul air akibat interaksi kuat antara selulosa dan air. Puncak pada  $1372,73 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan terkait dengan getaran deformasi CH, yang merupakan karakteristik dari gugus metil dalam selulosa. Puncak serapan  $1162,75 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1051,15 \text{ cm}^{-1}$  muncul dan diduga sesuai dengan adanya getaran kerangka cincin pirano C–O–C, menunjukkan struktur dasar dan puncak  $669,18 \text{ cm}^{-1}$  diduga muncul karena berhubungan dengan getaran deformasi dari berbagai gugus fungsional atau komponen minor dalam struktur MCC TKKS.

Hasil difraksi X-Ray (XRD) dari MCC TKKS pada Gambar 6 menunjukkan adanya puncak dengan intensitas tertinggi pada  $2\theta = 22,42^\circ$ , diikuti dengan puncak yang lebih rendah pada kisaran  $2\theta = 15,77^\circ$ , serta puncak-puncak kecil lainnya pada rentang  $2\theta = 31,61^\circ - 36,36^\circ$ . Pola difraktogram pada Gambar 6 merupakan tipikal difraktogram untuk selulosa. Bentuk

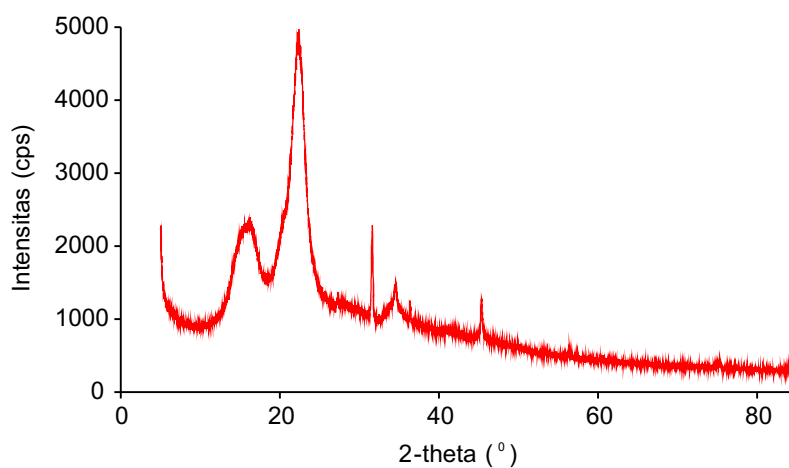


puncak yang tinggi dan tajam pada  $2\theta = 22,42^\circ$  menunjukkan peningkatan kristalinitas, yang

mengindikasikan penghilangan bagian amorf pada selulosa oleh larutan asam cukup efisien.



Gambar 5. Spektrum FT-IR dari MCC TKKS  
Figure 5. FT-IR spectra of OPEFB MCC



Gambar 6. Pola XRD dari MCC TKKS  
Figure 6. XRD pattern of OPEFB MCC

## KESIMPULAN

Produksi MCC dari selulosa TKKS berhasil dilakukan melalui proses depolimerisasi menggunakan hidrolisis asam klorida (HCl) pada suhu tinggi. Berdasarkan analisis RSM dengan desain eksperimen Box-Behnken, diperoleh kondisi optimum hidrolisis dengan konsentrasi HCl 1,77 M, waktu hidrolisis selama 36,57 menit, dan rasio massa selulosa terhadap volume HCl sebesar 58,33 g/L. Kondisi optimum tersebut menghasilkan persentase *yield* MCC sebesar 84,41%. Analisis komposisi kimia dari MCC TKKS pada kondisi optimum menunjukkan kandungan alpha selulosa 71,42%; hemiselulosa 14,36%; dan lignin 0,59%. Hasil karakterisasi menggunakan FT-IR dan XRD mengkonfirmasi bahwa MCC yang dihasilkan memiliki profil spektrum dan pola kristalinitas yang sesuai dengan tipikal MCC.

## DAFTAR PUSTAKA

- Baskaran, M., Hashim, R., Sulaiman, O., Hiziroglu, S., Sato, M., & Sugimoto, T. (2015). Optimization of press temperature and time for binderless particleboard manufactured from oil palm trunk biomass at different thickness levels. *Materials Today Communications*, 3, 87–95. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2015.04.005>
- Chen, Y. W., & Lee, H. V. (2018). Revalorization of selected municipal solid wastes as new precursors of “green” nanocellulose via a novel one-pot isolation system: A source perspective. *International Journal of Biological Macromolecules*, 107(PartA), 78–92. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.08.143>
- Davoudpour, Y., Hossain, M. S., Abdul Khalil, H. P. S., Mohamad Haafiz, M. K., Mohd Ishak, Z. A., Hassan, A., & Sarker, Z. I. (2015). Optimization of high-pressure homogenization parameters for the isolation of cellulosic nanofibers using response surface methodology. *Industrial Crops and Products*, 74, 381–387. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.05.029>
- Dimawarnita, F., Faramitha, Y., Prakoso, H. T., Puspitasari, I., Kalbuadi, D. N., & Prasetyo, D. (2023). Characterization of cellulose from oil palm empty fruit bunches by fast delignification process with different solvents. *E-Journal Menara Perkebunan*, 91(2). <https://doi.org/10.22302/iribb.jur.mp.v91i2.542>
- Faramitha, Y., Dimawarnita, F., Cifriadi, A., Widiastuti, H., & Herawan, T. (2024). Fabrication and characterization of biocomposite pellets from cassava starch and oil palm empty fruit bunch fibers. *Menara Perkebunan*, 92(1).
- Fitrya, F., Fithri, N. A., Wijaya, D. P., & Sembiring, E. P. (2021). Optimization of acid concentration and hydrolysis time in the isolation of microcrystalline cellulose from water hyacinth (*Eichornia crassipes* solm). *Tropical Journal of Natural Product Research*, 5(3), 503–508. <https://doi.org/10.26538/tjnpr/v5i3.14>
- Foo, M. L., Tan, C. R., Lim, P. D., Ooi, C. W., Tan, K. W., & Chew, I. M. L. (2019). Surface-modified nanocrystalline cellulose from oil palm empty fruit bunch for effective binding of curcumin. *International Journal of Biological Macromolecules*, 138, 1064–1071. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.07.035>
- Harahap, A. F., Hidayat, M., & Suhanan. (2021). Utilization of oil palm empty fruit bunches as mulch in community owned oil palm plantations (Case study in Simardona Village, North Sumatra). *ASEAN Journal of System Engineering*, 5(2), 44–50. <http://journal.ugm.ac.id/index.php/ajse>
- Hassan, T. M., Hossain, M. S., Kassim, M. H. M., Ibrahim, M., Rawi, N. F. M., & Hussin, M. H. (2020). Optimizing the acid hydrolysis

- process for the isolation of microcrystalline cellulose from oil palm empty fruit bunches using response surface methods. *Waste and Biomass Valorization*, 11(6), 2755–2770. <https://doi.org/10.1007/s12649-019-00627-8>
- Hossain, M. S., Nik Ab Rahman, N. N., Balakrishnan, V., F.M. Alkarkhi, A., Ahmad Rajion, Z., & Ab Kadir, M. O. (2015). Optimizing supercritical carbon dioxide in the inactivation of bacteria in clinical solid waste by using response surface methodology. *Waste Management*, 38(1), 462–473. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2015.01.003>
- Hossain, M. S., Norulaini, N. A. N., Naim, A. Y. A., Zulkhairi, A. R. M., Bennama, M. M., & Omar, A. K. M. (2016). Utilization of the supercritical carbon dioxide extraction technology for the production of deoiled palm kernel cake. *Journal of CO2 Utilization*, 16, 121–129. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2016.06.010>
- Karimi, K., & Taherzadeh, M. J. (2016). A critical review of analytical methods in pretreatment of lignocelluloses: Composition, imaging, and crystallinity. In *Bioresource Technology* (Vol. 200, pp. 1008–1018). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.11.022>
- Koocheki, A., Taherian, A. R., Razavi, S. M. A., & Bostan, A. (2009). Response surface methodology for optimization of extraction yield, viscosity, hue and emulsion stability of mucilage extracted from *Lepidium perfoliatum* seeds. *Food Hydrocolloids*, 23(8), 2369–2379. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.06.014>
- Kuthi, F. A. A., Norzali, N. R. 'Adawiyah, & Badri, K. H. (2016). Sifat terma mikrokristal selulosa daripada biojisim tandan kosong sawit. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 20(5), 1112–1122. <https://doi.org/10.17576/mjas-2016-2005-17>
- Lestari, Y. P. (2022). Optimasi konsentrasi hcl pada proses hidrolisis untuk pembuatan mikrokristalin selulosa (mcc) dari eceng gondok. *Journal of Innovation Research and Knowledge*, 1(10), 1335–1343.
- Li, M., He, B., & Zhao, L. (2019). Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from cotton stalk waste. *BioResources*, 14(2), 3231–3246. <https://bioresources.cnr.ncsu.edu/resource/s/isolation-and-characterization-of-microcrystalline-cellulose-from-cotton-stalk-waste/>
- Luo, X., Guan, R., Chen, X., Tao, M., Ma, J., & Zhao, J. (2014). Optimization on condition of epigallocatechin-3-gallate (EGCG) nanoliposomes by response surface methodology and cellular uptake studies in Caco-2 cells. *Nanoscale Research Letters*, 9(1), 1–9. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-9-291>
- Maxfield, B. (2014). *Essential PTC Mathcad Prime 3.0 A Guide for New and Current Users*. Elsevier.
- Silalahi, B. M., & Supijatno. (2017). Waste management of palm oil (*Elaeis guineensis* Jacq.) in Angsana Estate, South Kalimantan. *Bul. Agrohorti*, 5(3), 373–383.
- Supian, M. A. F., Amin, K. N. M., Jamari, S. S., & Mohamad, S. (2020). Production of cellulose nanofiber (CNF) from empty fruit bunch (EFB) via mechanical method. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(1). <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103024>
- Susi, S., Ainuri, M., Wagiman, W., & Falah, M. A. F. (2023). High-yield alpha-cellulose from oil palm empty fruit bunches by optimizing thermochemical delignification processes for use as microcrystalline cellulose. *International Journal of Biomaterials*, 2023.

- <https://doi.org/10.1155/2023/9169431>
- Trache, D., Hussin, M. H., Hui Chuin, C. T., Sabar, S., Fazita, M. R. N., Taiwo, O. F. A., Hassan, T. M., & Haafiz, M. K. M. (2016). Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review. In *International Journal of Biological Macromolecules* (Vol. 93, pp. 789–804). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056>
- Windiastruti, E., Suprihatin, Bindar, Y., & Hasanudin, U. (2022). Identification of potential application of oil palm empty fruit bunches (EFB): A review. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1063(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/1063/1/012024>
- Xiang, L. Y., Mohammed, M. A., & Samsu Baharuddin, A. (2016). Characterisation of microcrystalline cellulose from oil palm fibres for food applications. *Carbohydrate Polymers*, 148, 11–20. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.04.055>