

ISOLASI DAN KARAKTERISASI NANOKISTRAL SELULOSA DARI TANDAN SAWIT (*Elaeis guineensis* Jack)

ELISA PUTRI

Prodi Farmasi, Universitas Sains Cut Nyak Dhien, Kota Langsa
elisa.putri@uscnd.ac.id
<http://www.uscnd.ac.id>

SAHARMAN GEA

Jurusan Kimia, Universitas Sumatera Utara, Medan
s.gea@usu.ac.id
<http://www.usu.ac.id>

Abstract: This research on cellulosic nanocrystalline analysis by Laboratory research. This research was conducted to obtain the characterization information of isolated cellulose nanocrystals from empty palm bunches. The initial stage is α -cellulose isolation from empty palm bunches (TKS) through dilignification process using HNO_3 3,5% and NaNO_2 , then pulping process with 17% NaOH , and bleaching with H_2O_2 10%. The next step is isolation of cellulose nanocrystals from α -cellulose done with acid hydrolysis, that is by using sulfuric acid 48,84%, which then dialial until obtained nanokristal cellulose. The resulting cellulose Nanocrystals were characterized by their functional groups using FT-IR, and then morphological and size analyzes using TEM. The resulting nanocrystal size is 47.46 nm

Abstrak: Nanokristal selulosa (NKS) merupakan nanopartikel kristalin yang dapat diisolasi dari selulosa, dan digunakan sebagai bahan penguat pada bionanomaterial. Tujuan penambahan material dengan ukuran nano (NKS) adalah untuk menghasilkan bionanomaterial dengan sifat-sifat mekank yang lebih baik. Isolasi NKS dalam penelitian ini dilakukan secara laboratorium. Jenis penelitian ini menggunakan *true experimental*. Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan informasi karakterisasi NKS hasil isolasi dari tandan kosong sawit (TKS). Proses isolasi NKS dilakukan dengan mengisolasi α -selulosa dari TKS melalui proses *dilignifikasi* dengan menggunakan HNO_3 3,5% dan NaNO_2 , kemudian peoses *pulping* dengan NaOH 17%, dan pemutihan dengan H_2O_2 10%. Tahap selanjutnya yaitu isolasi NKS dari α -selulosa dilakukan dengan hidrolisis asam, yaitu dengan menggunakan asam sulfat 48,84%, yang kemudian didialisis hingga diperoleh nanokristal selulosa. Nanokristal selulosa yang dihasilkan dikarakterisasi gugus fungsinya dengan menggunakan FT-IR, dan kemudian analisis morfologi dan ukuran dengan menggunakan TEM. Ukuran nanokristal yang dihasilkan yaitu 47,46 nm.

Kata kunci : Tandan Kosong Sawit, Nanokristal selulosa, Hidrolisis asam.

1. PENDAHULUAN

Laju perkembangan industri kelapa sawit yang semakin pesat membutuhkan perhatian yang besar terutama dampaknya terhadap kelestarian lingkungan sekitarnya (Widhiastuti, 2001), karena limbah sawit, terutama tandan kosong sawit (TKS) akan menjadi masalah serius jika tidak ditangani, sehingga perlu penanganan yang baik agar kebersihan dan keapikan lingkungan dapat terjaga (Roosita, 2007). Menurut Fauzi (2012) TKS belum dimanfaatkan sesuai dengan kandungan kimia di dalamnya, lebih banyak dimanfaatkan secara komersial untuk kompos dan briket. Komponen terbesar dalam limbah padat TKS adalah selulosa 43%, hemiselulosa 24%, lignin 21%. Ketiga komponen tersebut dapat dikonversikan menjadi berbagai bahan kimia, material, dan produk bernilai (Herawan, 2013). Salah satu produk yang diperoleh dari TKS adalah nanokristal selulosa (NKS). Nanokristal selulosa merupakan nanopartikel kristalin yang terbuat dari selulosa, sangat relevan untuk pengembangan biomaterial. NKS dapat dimanfaatkan sebagai perangkat biomedis, implant, dan tekstil mengingat sifatnya yang biokompetibel dan tidak beracun (Benavides, 2011).

Selulosa banyak digunakan sebagai agent penguat pada berbagai komposit polimer (Peng, 2011). Baru-baru ini material komposit dengan penguat berukuran nano yang disebut dengan nanokomposit sangat menarik perhatian. Penggabungan elemen nano ke dalam matriks polimer biasanya menghasilkan sifat-sifat yang lebih baik (Ranby, 1952). Seperti tingginya luas permukaan, tingginya modulus Young's, tingginya kekuatan regang, dan koefisien ekspansi termalnya rendah (Samir, 2005).

Nanokristal selulosa merupakan nanopartikel kristalin yang terbuat dari selulosa, sangat relevan untuk pengembangan biomaterial yang dapat diperbaharui dalam banyak bidang kimia, makanan, farmasi, dan lain-lain. NKS diperoleh dari proses hidrolisis α -selulosa menggunakan asam, dan baru-baru ini banyak digunakan sebagai nanokomposit (Habibi dkk, 2010). Pada saat proses hidrolisis asam bagian amorf dari selulosa terlarut, sehingga menghasilkan kristalin berbentuk nanopartikel dengan diameter dari 8 sampai 20 nm dan panjang 100 nm sampai beberapa mikrometer, tergantung pada sumber selulosa (Lima, 2004).

Menurut Peng (2011) NKS yang dihasilkan dari hidrolisis asam sulfat dan asam klorida berbeda, karena kelimpahan dari gugus sulfat pada permukaannya, NKS yang diperoleh dari hidrolisis asam sulfat dapat terdispersi dengan mudah dalam air, sedangkan NKS yang diperoleh dari hidrolisis asam klorida tidak terdispersi dengan mudah, dan suspensi larutan cenderung terflokulasi.

Dari penelitian Sumaiyah (2014), NKS yang diisolasi dari tandan kosong aren dengan metode hidrolisis asam menggunakan asam sulfat 54%, dan membandingkan antara NKS dan MKS, dari hasil TEM dapat diketahui bahwa dimensi dari nanokristal selulosa tandan kosong aren memiliki ukuran nanomater dan memiliki ukuran spherical (bola). Difraktogram XRD menunjukkan bahwa nanoselulosa yang dihasilkan merupakan selulosa tipe II dan mengandung selulosa dengan kristalin yang tinggi.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian Analisis Nanokristal Selulosa Hasil Isolasi Dari Tandan Kosong Sawit. Di mana proses isolasi tandan kosong kelapa sawit dilakukan dengan metode hidrolisis asam, yaitu dengan menggunakan asam sulfat 48,84%.

2. METODE PENELITIAN

Jenis penelitian adalah *true experimental* dengan rancangan penelitian menggunakan metode hidrolisis asam, adapun tahapan isolasi NKS melalui 2 (dua) tahap, yaitu:

1. Tahap pertama, isolasi α -selulosa dari TKS meliputi proses *delignifikasi* dengan HNO_3 3,5% dan NaNO_2 , *pulping* dengan NaOH 17%, dan pemutihan H_2O_2 10%. Pada tahap ini α -selulosa yang dihasilkan dianalisa menggunakan *Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FT-IR)*.
2. Tahap kedua yaitu, proses isolasi NKS dari α -selulosa dengan metode hidrolisis asam menggunakan H_2SO_4 48,84%, kemudian disentrifugasi untuk menghilangkan amorf, dan didialisis sehingga diperoleh NKS. Karakterisasi NKS dengan menggunakan *Transmisi Electron Microscopy (TEM)*.

Prosedur Kerja

1. Proses Isolasi α – Selulosa dari Tandan Kosong Sawit

Sebanyak 75 g serbuk TKS, ditambahkan 1 L campuran larutan HNO_3 3,5% dan 10 mg NaNO_2 , dipanaskan pada suhu 90 °C selama 2 jam, kemudian disaring dan residu dicuci hingga filtrat netral, selanjutnya didigesti dengan 750 mL larutan yang mengandung NaOH 2% dan Na_2SO_3 2% pada suhu 50 °C selama 1 jam, kemudian disaring dan residu dicuci sampai pH filtrat netral, selanjutnya dilakukan pemutihan dengan 250 mL larutan NaOCl 1,75% pada suhu 70 °C selama 0,5 jam, kemudian disaring dan residu dicuci sampai pH filtrat netral, kemudian dilakukan pemurnian α -selulosa dari sampel dengan 500 mL larutan NaOH 17,5% pada suhu 80 °C selama 0,5 jam, kemudian disaring dan residu dicuci hingga pH filtrat netral, dilanjutkan pemutihan dengan H_2O_2 10% pada suhu 60°C, disaring dan α - selulosa dicuci. α -selulosa yang dihasilkan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C (Ohwoavworhua, 2005).

2. Proses Isolasi NKS dari α – Selulosa

Sebanyak 1 g α -selulosa dihidrolisis dengan 20 mL H_2SO_4 48,84 % pada suhu 45 °C selama 25 menit. Kemudian didinginkan dan ditambahkan dengan 25 mL akuades, dibiarkan selama satu malam hingga terbentuk suspensi. Suspensi yang terbentuk disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm selama 20 menit hingga pH netral. Suspensi putih dimasukkan ke dalam membran dialisis yang telah direndam dalam 100 mL akuades pada suhu 40 °C, didialisis selama 1- 8 hari. Hasil dari dialisis diultrasonifikasi selama 15 menit dengan power 60%. Setelah itu akuades diuapkan pada suhu 60 °C untuk mendapatkan NKS (Jackson, 2011).

3. Karakterisasi NKS

Nanokristal yang dihasilkan kemudian dianalisis melalui analisis FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi selulosa dari α -selulosa yang dihasilkan, kemudian analisis Morfologi dengan *Transmission Electron Microscopy*, untuk mengetahui morfologi permukaan kristal dan ukuran dari kristal nanokristal yang

dihasilkan.

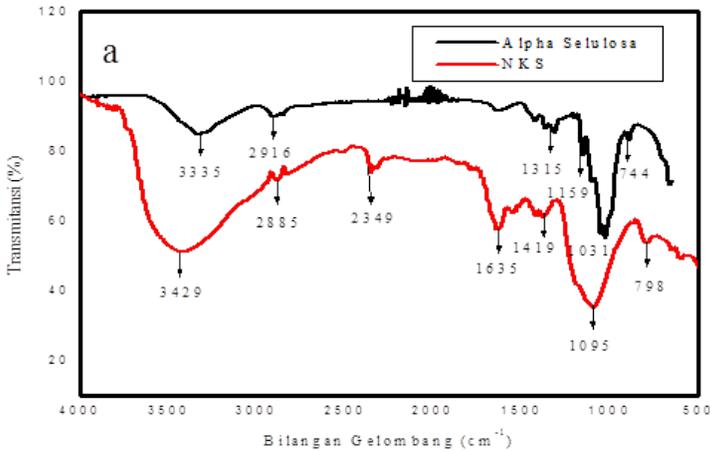
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil penelitian yang dilakukan pada tahap isolasi α -selulosa, dari 75 g TKS diperoleh α -selulosa sebesar 32,11g (42,81% dari berat awal TKS), melalui beberapa tahap yaitu, delignifikasi, *swelling*, dan pemutihan.

Tahap pertama dari isolasi α -selulosa dari TKS adalah proses delignifikasi dengan menggunakan HNO_3 3,5% dan NaNO_2 untuk menghilangkan lignin dari TKS dalam bentuk nitrolignin yang larut dalam air (Ohwoavworhwa, 2005). Selanjutnya proses *swelling* dengan menggunakan NaOH 2% dan Na_2SO_3 2%, pada proses ini terjadi pengembangan serat sehingga hemiselulosa, garam-garam mineral, dan abu hilang, dan menghasilkan pulp berwarna kuning kecoklatan (Sheltami, 2012). Oleh karena itu dilakukan proses pemutihan dengan menggunakan NaOCl 1,75%.

Dari hasil pemutihan dengan menggunakan NaOCl 1,75% diperoleh selulosa yang berwarna putih. Selulosa yang diperoleh ini masih terdiri dari α , β , dan γ -selulosa. Oleh karena itu perlu dilakukan pemisahan α -selulosa dari β , dan γ -selulosa, maka pemisahan dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 17,5%, yang menyebabkan β , dan γ -selulosa akan larut, sedangkan α -selulosa akan mengendap (Wibisono, 2002). Dari proses ini α -selulosa yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan, oleh karena itu perlu dilakukan pemutihan dengan menggunakan H_2O_2 10%, α -selulosa yang dihasilkan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60 °C, kemudian dianalisis gugus fungsi dengan menggunakan FT-IR.

Dari gambar di atas dapat dilihat bahwa spektrum untuk α -selulosa, dan nanokristal selulosa tidak menunjukkan perbedaan yang mencolok. Pada kedua spektra FTIR di atas terdapat pita yang melebar pada daerah bilangan gelombang 3000-4000 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan O-H dari selulosa, dan pada bilangan gelombang 800-1300 cm^{-1} merupakan vibrasi ikatan C-O, dan terdapat pita serapan pada 700-900 cm^{-1} ini merupakan ikatan dari β -glikosidik antar unit glukosa dari selulosa (Sun dkk, 2004).



Gambar 1. Spektrum FTIR dari α -Selulosa dan Nanokristal Selulosa

Tabel 1. Daerah Absorpsi FTIR dari Gugus Fungsi α -Selulosa, Nanokristal Selulosa

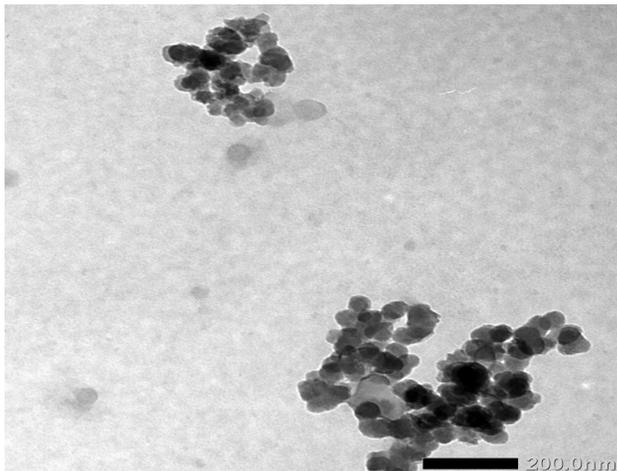
Sampel	Bilangan Gelombang	Gugus Fungsi	Pustaka(Rosa dkk, 2010.,Fessenden, 1986)
α -Selulosa	3335 cm ⁻¹	OH	3000-4000 cm ⁻¹
	2916 cm ⁻¹	H-C-H	2841-2967 cm ⁻¹
	1315 cm ⁻¹	C-H	1300-1470 cm ⁻¹
	1159 cm ⁻¹	C-O-C	800-1300 cm ⁻¹
NKS	3249 cm ⁻¹	OH	
	2885 cm ⁻¹	H-C-H	
	1419 cm ⁻¹	C-H	
	1095 cm ⁻¹	C-O-C	

α -Selulosa yang dihasilkan kemudia dihidrolisi dengan H₂SO₄ 48,84 %, dan didialisis selama 8 hari dengan menggunakan membran dialisis, dan diperoleh nanokristal selulosa sebanyak 0,18 gram (18 % dari massa awal α -selulosa), kemudian nanokristal yang dihasilkan dianalisis morfologi dan ukurannya dengan

menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM).

Saat proses hidrolisis dengan H_2SO_4 48,84% terjadi esterifikasi gugus hidroksil selulosa dengan ion sulfat yang bermuatan negatif pada permukaan kristal selulosa sehingga suspensi kristal stabil (Li dkk, 2011). Hidrolisis dengan asam sulfat tidak mengubah gugus fungsional selulosa, tetapi hanya diskontiniu pada cincin glukosa (Sumaiyah dkk, 2014).

Setelah proses hidrolisis, selanjutnya dilakukan proses sentrifugasi selama 20 menit dengan kecepatan 10.000 rpm untuk menetralkan dan menghilangkan sisa asam, dan dilakukan ultrasonifikasi selama 15 menit untuk memecah agregat nanopartikel yang terbentuk, dengan demikian akan memperkecil ukuran nanopartikel (Grieser dkk, 1999). Tahap selanjutnya yaitu dialisis yang dilakukan selama 8 hari dengan menggunakan membran dialisis (ukuran pori 100 nm), dilanjutkan dengan proses penguapan pelarut untuk menghasilkan nanokristal.



Gambar 2. Morfologi Nanokristal Selulosa Menggunakan TEM

Analisa morfologi NKS dilakukan dengan menggunakan alat TEM JEOL JEM-1400 dengan skala 200 nm. Dari hasil analisa dapat dilihat bahwa nanokristal selulosa yang dihasilkan merupakan kristal tunggal yang saling terpisah antara satu dan lainnya. Ukuran nanokristal selulosa dapat diketahui dari perhitungan besar diameter gambar morfologi nanokristal selulosa,

dengan persamaan di bawah ini (Chang dkk, 2010):

$$\frac{\text{Panjang skala}}{\text{panjang diameter gambar}} = \frac{\text{Ukuran skala}}{x} \quad (1)$$

Berdasarkan persamaan di atas diperoleh ukuran NKS berkisar antara 47,46 nm.

4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa Isolasi α -selulosa dan Nanokristal Selulosa dari TKS telah berhasil dilakukan. Spektrum FTIR menunjukkan adanya pelebaran pita pada daerah bilangan gelombang 3000-4000 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ikatan O-H dari selulosa, dan pada bilangan gelombang 800-1300 cm^{-1} merupakan vibrasi ikatan C-O, dan terdapat pita serapan pada 700-900 cm^{-1} ini merupakan ikatan dari β -glikosidik antar unit glukosa dari selulosa, dan nanokristal selulosa dari TKS yang dihasilkan memiliki ukuran berkisar antara 46,19 – 48,73 nm.

Nanokristal selulosa yang dihasilkan merupakan berupa kristal jarum berdasarkan analisis morfologi dan ukuran dengan mengguakan TEM, Nanokristal selulosa memiliki ukuran partikel sebesar 47,46 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Benavides, E, Cellulose Nanocrystals Properties and Applications in Renewable Nanocomposites.(USA: Clemson University, 2011),
- Fauzi, Y, Kelapa Sawit. Edisi Revisi. (Jakarta: Penebar Swadaya, . 2012)
- Fessenden, Kimia Organik. Edisi ketiga. (Jakarta : Erlangga, 1986).
- Grieser, F., Ashokkumar, M., and Sostric, J. Z., Sonochemistry and Sonoluminescence. (Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 1999).
- Chang, R. P., Jian, R., Yu, J., and Ma, X, "Fabrication and Characterisation of Chitosan Nanoparticle/Plasticised-Strach Composites", Journal of Food Chemistry (Volume 120, Number 14, 2010) 736.

- Habibi, Y., Lucia, L.A. and Rojas, O.J, “ Cellulose Nanocrystal: Chemistry, Self-Assembly and Application”, *Journal of Chemical Review*, (Volume 110, Number 6, 2010) 3479.
- Herawan, T ., Rivani, M., Sinaga, K., dan Sofwan, G, “Pembuatan Mikrokrystal Selulosa Tandan Kosong Sawit Sebagai Bahan Pengisi Tablet Karoten Sawit”, *Jurnal Farmasi*, (Volume 2, Nomor 2, 2013) 124.
- Jackson,J. K., Letchford, K., Wasserman, B. Z., Ye, L., Hamad, W. Y., Burt, H. M, “The Use of Nanocrystalline Cellulose for The Binding and Controlled Release of Drugs”, *International Journal of Nanomedicine*, (Volume 6, 2011), 321.
- Ohwoavworhua, F, “Phosporic Acid-Mediated Depolymerization and Decrystalization of α -Cellulose Obtained from Corn Cob : Preparation of Low Crystallinity Cellulose and Some Physicochemical Properties”, *Tropical Journal of Pharmaceutical Reserch*, Volume 4.Number 2, 2005), 509.
- Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L., Tam, K. C, “Chemistry and Applications of Nanocrystalline Cellulose and Its Derivaties: A Nanotechnology Perspective”, *The Canandian Journal of Chemical Engeneering*. (Volume 9999, 2011.) 1.
- Ranby. B, G, “Physicochemical Investigations on Bacterial Cellulose” dalam Cann, M C, *Nanocelullose and Applications, and Case Studies*, (New York: CRC Press, 2011) 249.
- Roosita, H, *Perkebunan Kelapa Sawit*, (Jakarta: Deputi Bidang Tata Lingkungan-Kementerian Negara Lingkungan Hidup, 2007).
- Sheltami, I. M., Alloin, S. A., Ahmad, I., Dufresne, A., Kargarzadeh.,” Extraction of Cellulose Nanocrystal from Mengkuang Leaves (*Pandanus tectorius*)”, *Journal of Carbohydrate Polymer*, (Volume, 88, 2012) 772.
- Samir, M.A., Alloin, S.A., Sanchez, F.J. and Dufresne, A.,”Review of Recent Research Into Cellulosic Whiskers, Their Properties and Their Application in Nanocomposite Field”, *Biomacromol* (Volume 6, Number 2, 2012) 612.

- Sumaiyah., Wirjosentono, B., Karsono., Nasution, M.P. and Gea, S, "Preparation and Characterization of Nanocrystalline Cellulose from Sugar Palm Bunch (*Arenga pinnata* (Wurmb) Merr.)" International Journal of PharmTech Research. (Volume.6, Number 2, 2014) 814.
- Sun, J. X., Sun, F. X., Zhao, H., Sun, R.C, "Isolation and Characterization of Cellulose from Sugarcane Bagass", Journal of Polymer Degradation and Stability (Volume 84, 2004) 331.
- Widhiastuti, R, Pola Pemanfaatan Limbah Pabrik Pengolahan Kelapa Sawit dalam Upaya Menghindari Pencemaran Lingkungan., (Medan: Universitas Sumatera Utara, 2001).