

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSULOSA SERBUK DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT MENGGUNAKAN ULTRASONIFIKASI

Tri Yuni Hendrawati¹, Efrizon Umar², Anwar Ilmar Ramadhan^{3,*}, Alvika Meta Sari⁴, Mutiara Salsabila⁵, Rahmawati Suryani⁶, Firmansyah⁷, Istianto Budhi Rahardja⁸

^{1,4,5,6}Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta, Jl. Cempaka Putih Tengah 27, Jakarta 10510

²Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN), Jl. Tamansari No 71 Bandung 40132

^{3,7}Program Studi Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta, Jl. Cempaka Putih Tengah 27, Jakarta 10510

⁸Program Studi Pengolahan Hasil Perkebunan Kelapa Sawit, Politeknik Kelapa Sawit Citra Widya Edukasi, Jl. Gapura No. 8, Bekasi, Jawa Barat 17520

*anwar.ilmar@umj.ac.id

Diterima: 21 November 2022

Direvisi: 20 Desember 2022

Disetujui: 30 Januari 2023

ABSTRAK

Indonesia merupakan negara penghasil minyak sawit terbesar di dunia. Dalam proses produksi minyak sawit, dihasilkan limbah padat, salah satunya tandan kosong kelapa sawit (TKKS) sebesar 25-26% b/b dari total bahan baku kelapa sawit. TKKS memiliki beberapa komponen penyusun seperti lignin, hemiselulosa dan selulosa. Tingginya kandungan α -selulosa pada TKKS dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan nanoselulosa. Nanoselulosa dibuat dalam penelitian ini melalui proses delignifikasi, ultrasonikasi dan hidrotermal dengan tujuan untuk mendapatkan suhu ultrasonikasi nanoselulosa yang optimum. Variasi suhu dilakukan 40, 50, 60 dan 70 °C selama 30 menit. Hasil proses sintesis dapat dilihat secara visual untuk masing-masing variasi suhu. Analisa karakterisasi dilakukan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy). Korelasi antara variasi suhu (x) terhadap persentase yield nanoselulosa (y) mengikuti persamaan $y = 7.921x + 7.345$ dan $R^2 = 0.9471$. Suhu dari proses ultrasonikasi yang optimum adalah 70 °C dengan yield 36,9%. Ukuran nanoselulosa serbuk yaitu 174,85-460,84 nm dengan SEM pada suhu 70 °C.

Kata kunci: sintesis, nanoselulosa serbuk, ultrasonifikasi, karakterisasi, yield

ABSTRACT

Indonesia is the largest palm oil producing country in the world. In the palm oil production process, solid waste is produced, one of which is empty palm fruit bunches (EPFB) of 25-26% w/w of the total palm oil raw material. EPFB has several constituent components such as lignin, hemicellulose and cellulose. The high content of α -cellulose in EPFB can be used as a base material for making nanocellulose. Nanocellulose was made in this study through delignification, ultrasonication and hydrothermal processes with the aim of obtaining the optimum ultrasonication temperature of nanocellulose. Temperature variations were carried out at 40, 50, 60 and 70 °C for 30 minutes. The results of the synthesis process can be seen visually for each temperature variation. Characterization analysis was performed using SEM (Scanning Electron Microscopy). The correlation between temperature variations (x) to the yield percentage of nanocellulose (y) follows the equation $y = 7.921x + 7.345$

and $R^2 = 0.9471$. The optimum temperature of the ultrasonication process is $70\text{ }^\circ\text{C}$ with a yield of 36.9%. The size of nanocellulose powder is 174.85-460.84 nm with SEM at $70\text{ }^\circ\text{C}$.

Keywords: synthesis, nano-cellulose powder, ultrasound, characterization, yield

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara penghasil kelapa sawit terbesar di dunia sejak tahun 2006. Kelapa sawit diekspor dalam bentuk produk turunan sebesar 83% sedangkan hanya 17% dalam bentuk CPO. Dimana permintaan kelapa sawit terus meningkat terlebih pada kondisi pandemik, dimana naik sekitar 60,71% produk turunan CPO atau sekitar 1,695 juta ton. Dimana kenaikan ini dikarenakan peningkatan produksi sabun, disinfektan dan biodiesel. (Indonesia, 2021). Dengan adanya potensi peningkatan produksi kelapa sawit dan turunannya, maka limbah yang dihasilkan juga akan meningkat. Proses pengolahan buah segar kelapa sawit akan dihasilkan limbah padat dan limbah cair. Limbah padat berupa tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dan cangkang kelapa sawit. Jumlah kedua limbah padat ini hampir sama dengan produksi minyak sawit mentah, dimana produksi minyak sawit tahun 2020 sebesar 44,8 ton (Direktorat Statistik Tanaman Pangan, 2020). Sehingga ketersediaan limbah padat ini besar untuk diolah menjadi produk yang bernilai.

Selama ini TKKS banyak digunakan sebagai pupuk untuk meningkatkan hasil perkebunan (Michael Osei Adu, 2022), dan bahan bakar, namun kandungan air yang tinggi menyebabkan suhu pembakaran yang rendah dan juga penurunan efisiensi energi (Jaechan Han, 2018). Selain itu, TKKS dapat dibuat menjadi activated carbon dengan aktivasi fisika (Osman Nba, 2016). TKKS juga Selain itu TKKS dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku kertas yang bernilai tinggi (Irwansyah, 2018). Juga sebagai Bio-briquette dengan campuran 25 : 75 TKKS dan cangkang kelapa sawit mempunyai nilai kalori yang memenuhi SNI (Musfiq Amrullah, 2020).

TKKS mengandung selulosa, hemiselulosa dan lignin dengan komposisi terbesar adalah selulosa sebesar 33.25 – 57.75% seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kandungan TKKS

Properties	a	b	c	d
Cellulose (glucan cellulose), %	35.7	33.25	35.66 – 57.75	44.4
Hemicellulose (xylan), %	20.1	24.24	6.61 – 15.96	30.9
Lignin, %	27.6	25.83	21.27 – 36.68	14.2
Kadar air, %		8.56		
Holosekulosa, %		56.49		

Referensi:

- (Hasumi, 2009)
- (Sudiyani, 2009)
- (Sudiyanti, 2013)
- (Pitaloka, 2013)

Nanoselulosa adalah material berukuran nano yang terbuat dari selulosa, berdiameter 1 – 100 nm dengan bentuk memanjang 500 – 2000 nm yang luas permukannya dan jumlah gugus hidroksilnya tinggi (Ningtyas, dkk, 2020). Aplikasi dari nanoselulosa sendiri sangat luas (Wang, et al, 2008). Nanoselulosa dapat berbentuk kristal dan serat. Nanokristal selulosa digunakan sebagai salah satu bahan baku pembuatan obat-obatan yang selama ini diimpor ke Indonesia sehingga harga obat relatif tinggi (Aulia, dkk, 2013). Menurut Ningtyas, dkk. (2020), nanoselulosa dapat diekstraksi dari bahan baku sumber selulosa, di antaranya dengan metode hidrolisis asam, enzimatis dan mekanik. Saat ini metode yang paling banyak digunakan adalah hidrolisis asam karena mudah dan mempunyai sifat yang lebih baik (Filson, et al, 2009). Pada penelitian terdahulu yang menggunakan metode hidrolisis asam dengan asam sulfat dihasilkan nanoselulosa berukuran 290,4 nm (Julianto, dkk, 2017), sedangkan pada metode mekanis yaitu hidrotermal (Li, et, al, 2012) dan ultrasonikasi (Hu, et al, 2017) dihasilkan ukuran nanoselulosa yang lebih kecil 50 – 250 nm (Li, et al, 2012).

Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi nanoselulosa berbentuk powder hasil dari proses sintesis menggunakan teknik ultrasonifikasi.

METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian

Bahan yang diperlukan adalah TKKS (tandan kosong kelapa sawit), NaOH 17,5%, NaOCl 2%, HCl pekat 32%, aquades.

Alat yang digunakan dalam penelitian

Alat yang dipakai adalah sebagai berikut: timbangan analitik, beaker glass, pipet tetes, labu ukur, labu leher tiga, termometer, cawan porselen, corong kaca, kertas saring, labu erlenmeyer, sonikator, autoclave hidrotermal, kondensor, heater, jar test, hot plate, oven.

Prosedur penelitian yang dilakukan sesuai dengan Gambar 1

1) Preparasi TKKS (tandan kosong kelapa sawit)

TKKS dicuci dan direndam dalam air selama 2 jam untuk menghilangkan debu dan zat pengotor lainnya. Selanjutnya dikeringkan di bawah sinar matahari dan digiling hingga diperoleh serat pendek sekitar 0,5 - 1 cm.

2) Delignifikasi

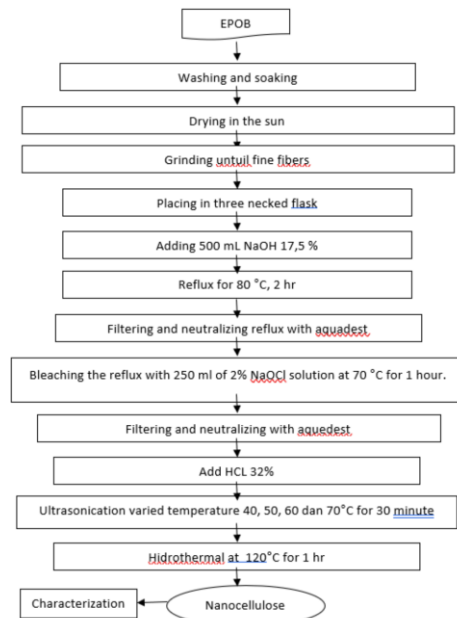
Sebanyak 50 gram TKKS dimasukkan ke dalam labu leher tiga, kemudian ditambah 500 mL NaOH 17,5% dan direfluks pada suhu 80°C selama 2 jam. Setelah itu disaring dan residu yang diperoleh merupakan selulosa. Selulosa tersebut dicuci hingga netral. Selanjutnya dilakukan pemucatan dengan 250 mL larutan NaOCl 2% pada temperatur 70 °C selama 1 jam, kemudian disaring dan selulosa yang diperoleh dicuci sampai putih dan pH filtrat netral.

3) Sintesa Nanoselulosa dengan Ultrasonikasi
Campuran selulosa dan HCl dihomogenisasi menggunakan sonikator pada variasi temperature 40, 50, 60 dan 70 °C pada 30 menit dengan frekuensi 40 Hz.

4) Pemanasan hidrotermal

Setelah proses sonikasi, campuran selulosa dimasukkan ke dalam autoclave hidrotermal. Proses pemanasan hidrotermal dilakukan pada tekanan kesetimbangan pada suhu 120°C selama 1 jam. Produk berupa filtrat dan padatan dipisahkan, kemudian padatan dicuci

menggunakan aquadest sampai pH netral. Setelah itu sampel dikeringkan di dalam oven. 5) Karakterisasi produk nanoselulosa. Produk nanoselulosa lalu dianalisa menggunakan FTIR dan SEM.

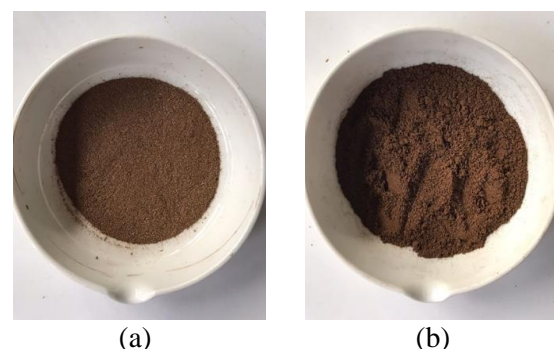


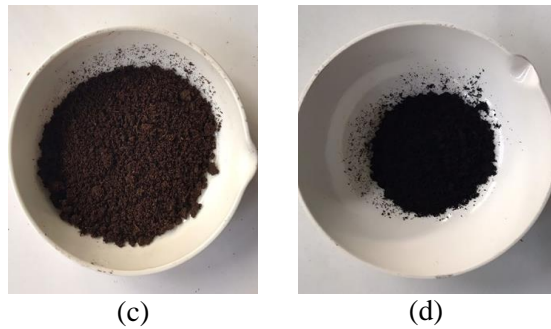
Gambar 1. Alur penelitian yang dilakukan

HASIL DAN PEMBAHASAN

Visualisasi Nanoselulosa serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP)

Hasil proses sintesis dari nanoselulosa berbentuk serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP) dari proses ultrasonifikasi berdasarkan variasi suhu (40, 50, 60, dan 70 °C), dapat dilihat pada Gambar 2.





Gambar 2. Visualisasi nanoselulosa berbentuk serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP) variasi temperature (a) 40 °C, (b) 50 °C, (c) 60 °C, (d) 70 °C

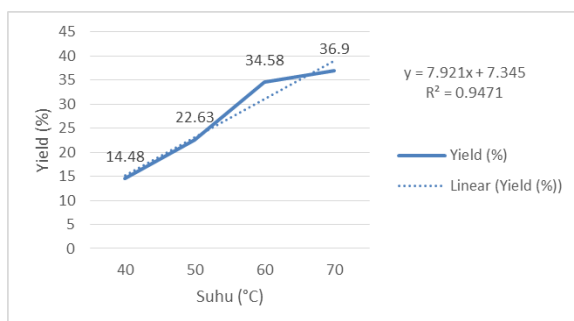
Yield (%) dari Nanoselulosa Serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP) berdasarkan temperatur

Persentase yield optimum pada penelitian ini ditentukan melalui variasi temperatur atau suhu dari proses ultrasonikasi. Berat masing-masing sampel TKKS yang digunakan adalah 50 gram. Sebelum ultrasonikasi, sampel terlebih dahulu dilakukan proses delignifikasi untuk memperoleh selulosa awal, seperti terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil uji yield dari Nanoselulosa

Sample	Ultrasonication temperature (°C)	Massa awal (gr)	Massa produk (gr)	Yield (%)
A	40	40.59	5.88	14.48
B	50	48.06	10.88	22.63
C	60	49.18	17.01	34.58
D	70	49.04	18.1	36.9

Dari hasil **Tabel 1** dapat dilihat secara grafik dari persentase Yield yang diperoleh seperti pada Gambar 3.



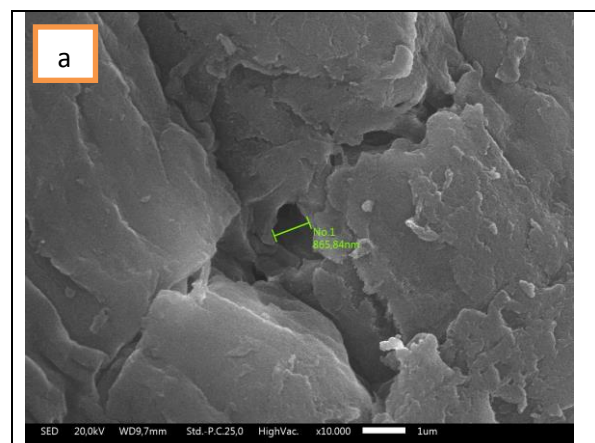
Gambar 3. Persentase yield yang diperoleh

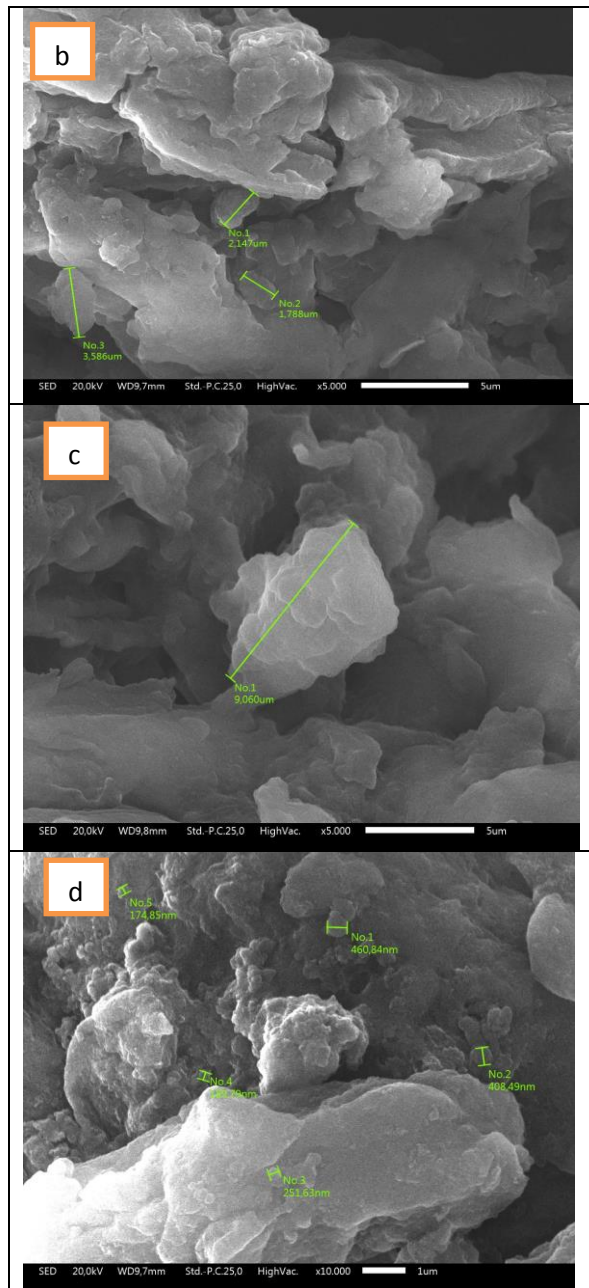
Berdasarkan Gambar 3 pada variasi suhu 30°C hingga 70 °C terjadi kenaikan secara signifikan

pada yield (%) nanoselulosa serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP). Salah satu faktor yang mempengaruhi yield (%) nanoselulosa yaitu suhu reaksi. Suhu yang rendah membutuhkan waktu reaksi yang lebih lama untuk menghasilkan nanoselulosa yang dapat membentuk suspensi yang homogen, namun reaksi dari suhu yang tinggi sulit dikendalikan dikarenakan degradasi yang terlalu cepat [17]. Gambar 3 menunjukkan pengaruh temperatur ultrasonikasi terhadap persentase yield (%) nanoselulosa menurut persamaan regresi linear, yaitu $y = 7.921x + 7.345$. Diketahui koefisien determinasi $R^2 = 0.9471$ yang menunjukkan korelasi antara variabel terikat dan variabel bebas. Nilai tersebut mendekati 1, yang berarti hubungan kedua variabel sangat erat dan memiliki keterkaitan. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa persentase yield nanoselulosa serbuk optimum diperoleh pada suhu 70°C sebesar 36,9 %.

Karakterisasi Nano selulosa serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP)

Gambar 4 menunjukkan analisis mikrostruktur nanoselulosa serbuk atau Nano-Celulose Powder (NCP) menggunakan mikroskop elektron pemindaian. Gambar SEM dari NCP yang diperlakukan dengan suhu ultrasonikasi yang berbeda. Dapat dilihat bahwa partikel NCP berkurang ukurannya karena ultrasonikasi suhu yang lebih tinggi.





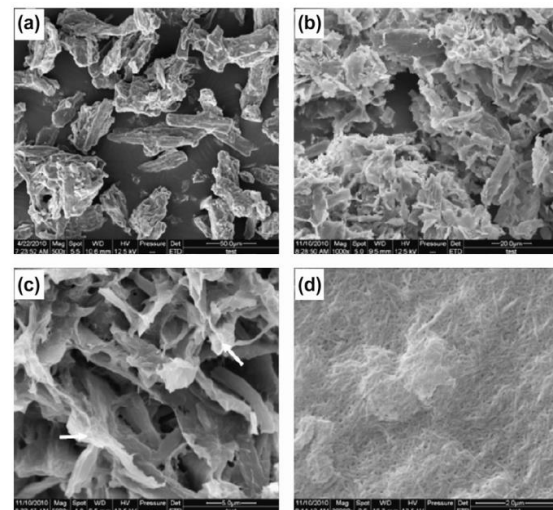
Gambar 4. Variasi ukuran dengan variasi suhu ultrasonikasi (a) 40 °C, (b) 50 °C, (c) 60 °C, (d) 70 °C

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa bentuk nanoselulosa serbuk atau *Nano-Celulose Powder* (NCP) belum beraturan dan adanya rongga di Gambar 4 (a), tetapi mulai beraturan ketika suhu dinaikkan menjadi 50 dan 60 °C dengan ukuran yang bervariasi. Pada suhu 70 °C, ukuran partikel menjadi sangat bervariasi dari 174,85 – 460,84 nm, dimana hal ini menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel

belum merata dan sudah membentuk ukuran nanometer yang diharapkan.

Perbandingan dengan literatur

Gambar 5 menunjukkan perbandingan gambar SEM (*scanning electron microscope*) dari nanoselulosa dan nanokristalin berbentuk batang (NCC) dibuat dari selulosa mikrokristalin (MCC) menggunakan metode fisik murni ultrasonikasi intensitas tinggi. Hasil mengungkapkan bahwa NCC yang disiapkan memiliki batang struktur berbentuk, dengan diameter antara 10 dan 20 nm dan panjang antara 50 dan 250 nm. Hasil difraksi sinar-X menunjukkan bahwa NCC (nanoselulosa dalam bentuk kristalin) memiliki struktur kristal selulosa yang mirip dengan NCP.



Gambar 5. Perbandingan SEM (*scanning electron microscope*) dari Nano Selulosa untuk berbagai bentuk (Li, Yue, & Liu, 2012)

KESIMPULAN

Dalam penelitian ini, visualisasi nano selulosa dalam bentuk serbuk atau *Nano-Celulose Powder* (NCP), persentasi yield optimum dan SEM (*scanning electron microscope*) *Nano-Celulose Powder* (NCP) dari TKKS (tandan kosong kelapa sawit) diselidiki untuk empat suhu ultrasonikasi (40, 50, 60, dan 70 °C) pada waktu konstan 30 menit untuk proses ultrasonifikasi yang dilakukan. Pada Suhu 70 °C memperoleh Yield (%) kinerja yang tertinggi sebesar 36,9%. Hasil percobaan menunjukkan bahwa suhu 70 °C memberikan ukuran terkecil yaitu 174,85-460,84 nm untuk karakterisasi dengan SEM.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Lembaga Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (LPPM) Universitas Muhammadiyah Jakarta, Rektor dan pimpinan Universitas Muhammadiyah Jakarta yang telah mendukung penelitian yang dilakukan. Ucapan terima kasih kami haturkan kepada Badan Riset dan Inovasi Nasional Republik Indonesia yang telah memberikan pendanaan melalui Prioritas Riset Nasional (PRN) dengan program Riset dan Inovasi untuk Indonesia Maju (RIIM) tahun 2022 dengan nomor kontrak 40/IV/KS/06/2022.

DAFTAR PUSTAKA

- Aulia, F., Marpongahtun, Gea, S. (2013). Studi Penyediaan Nanokristal Selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS). *Jurnal Saintia Kimia* Vol. 1 No. 2.
- Dewanti, D. P. (2018). Potensi Sellulosa dari Limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit sebagai Bahan Baku Bioplastik Ramah Lingkungan. *Jurnal Teknologi Lingkungan*, 81 - 87.
- Direktorat Statistik Tanaman Pangan, H. d. (2020). *Statistik Kinerja Sawit Indonesia*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.
- Dong, X. M., Revol, J. F., & Gray, D. G. (1998). Effect of microcrystallite preparation conditions on the formation of clloid crystals of cellulose. *Cellulose* 5, 19 - 32.
- Effendi, F., Elvia, R., & Amir, H. (2018). Preparasi dan Karakterisasi Mikrokristalin Sellulosa (MCC) Berbahan Baku Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). *ALOTROP, Jurnal Pendidikan dan Ilmu Kimia vol 1 no.1*, 52 - 57.
- Filson, P.B, Dawson-Andoh, B.E. and Schwegler-Berry, D., "Enzymatic-mediated production of cellulose nanocrystals from recycled pulp," *Green Chemistry*, pp. 1808-1814, 2009.
- F S Irwansyah, J. Y. (2018). Optimization of Empty Fruit Bunches (EFB) as a solution to deforestation as a result of the exploitation from the paper industry in Riau of conferences. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. 434, 012189.
- Gaol, M. R., Sitorus, R., S, Y., Surya, I., & Manurung, R. (2013). Pembuatan Selulosa Asetat dari α -Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit. *Jurnal Teknik Kimia Vol.2 No.3*, 33 - 39.
- Gopakumar, D. A., Thomas, S., & Grohens, Y. (2016). Nanocellulose as Innovative Polymers for Mmembrane Applications. In D. Puglia, E. Fortunati, & J. M. Kenny, *Multifunctional Polymers Nanocomposites Based on Cellulosic Reinforcements* (pp. 253-275). New York: William Andrew Applied Science Publisher - Elsevier.
- Hamed, S. A., & Hassan, M. L. (2019). A new mixture of hydroxypropyl cellulose and nanocellulose for wood consolidation. *J. Cult. Herit.* 35, 140–144.
- Hasumi, A. N. (2009). Struktural micro-analysis of residual lignin in pulp by pyrolysis-GC mass-spectrometry. *Jpn. Tappi J.* 63, 959 - 970.
- Indayaningsih, F. D. (2017). Material processing of oil palm empty fruit bunches for use as raw material of conductive carbon paper. *J. Phys.: Conf. Ser.* 817, 012060.
- Indonesia, K. P. (2021). *Tantangan dan Prospek Hilirisasi Sawit Nasional*. Jakarta: Pusdatin Kemenperin.
- Jaechan Han, J. K. (2018). Process Simulation and Optimization of 10-MW EFB Power Plant. *Computer Aided Chemical Engineering*, 723-729.
- Julianto, H, Farid, M. & Rasyida, A. (2017). Ekstraksi Nanoselulosa dengan Metode Hidrolisis Asam sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Jurnal Teknik ITS*. Vol.6 No.2.
- Kim, J., Lee, D., Lee, Y., Chen, W., & Lee, S. (2018). Nanocellulose for Energy Storage Systems: Beyond the Limits of Synthetic Materials. *Advanced Material*.
- Kusmono, Listyanda, R., Wildan, M. W., & Ilman, M. N. (2020). Preparation and characterization of cellulose nanocrystal extracted from ramie fibers by sulfuric acid hydrolysis. *Heliyon* 6, e05486.

- Li, W., Yue, J., & Liu, S. (2012). Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly(vinyl alcohol) composites. *Ultrasonics Sonochemistry* 19, 479 - 485.
- Li, J.; Wei, X.; Wang, Q., (2012). Homogeneous isolation of nanocellulose from sugarcane bagasse by high pressure homogenization. *Carbohydrate Polymers*, 90(4), 1609–1613
- Lin, N., & Dufresne, A. (2014). Nanocellulose in biomedicine : Current status and future prospect. *European Polymer Journal* vol 59, 302 - 325.
- Li, W.; Yue, J.; Liu, S., (2012). Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly(vinyl alcohol) composites. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19, 479-485
- Michael Osei Adu, K. A.-L. (2022). The use of oil palm empty fruit bunches as a soil amendment to improve growth and yield of crops. A meta-analysis. *Agron. Sustain. Dev.* 42, 13.
- Musfiq Amrullah, R. K. (2020). Study of bio-briquette formulation from mixture palm oil empty fruit bunches and palm oil shells. *IOP Conference Series Earth and Environmental Science* 443, 012079.
- Ningtyas, K.R., Muslihudin, M Sari, I.N. (2020). Sintesis Nanoselulosa dari Limbah Hasil Pertanian Menggunakan Variasi Konsentrasi Asam. *Jurnal Penelitian Pertanian Terapan* Vol. 20 (2)
- Osman NBa, S. N. (2016). Activated Carbon of Oil Palm Empty Fruit Bunch (EFB); Core and Shaggy. *Procedia Engineering* 148, 758 – 764.
- Padzil, F. N., Lee, S. H., & Zuriyat. (2020). Potential of Oil Palm Empty Fruit Bunch Resources in Nanocellulose Hydrogel Production for Versatile Applications: A Review. *Materials (Basel)* V.13 (5), 1245.
- Phanthong, P., Reubroycharoen, P., Hao, X., Xu, G., Abudula, A., & Guan, G. (2018). Nanocellulose: Extraction and application. *Carbon Resources Conversion* 1, 32–43.
- Pitaloka, A. S. (2013). Water Hyacinth for Superabsorbent Polymer Material. *Bioresource Technology* Vol 100, 2259 - 2264.
- Sudiyani, Y. (2009). Utilization of Biomass Waste Empty Fruit Bunch Fiber of Palm Oil for Bioethanol Production. *eassearch or shop on Sustainable Biofuel*, 1-15.
- Sudiyanti, Y. (2013). *Pemanfaatan Limbah Biomassa Industri Kelapa Sawit untuk Produksi Bioetanol Generasi 2 dan Co-products*. Jakarta: Lembaga Ilmu Penelitian Indonesia.
- Thakur, V., Guleria, A., Kumar, S., Sharmad, S., & Singh, K. (2021 2). Recent advances in nanocellulose processing, unctionalization and applications: a review. *Material Advances*, 1872 - 1895.
- Wang, N.; Enyong, D.; Rongshi, C., (2008). Preparation and Liquid Crystalline Properties of Spherical Cellulose Nanocrystals. *Langmuir*, 24, 5-8
- Z. Hu, R. Zhai, J. Li, Y. Zhang, and J. Lin, (2017) “Preparation and Characterization of Nanofibrillated Cellulose from Bamboo Fiber via Ultrasonication Assisted by Repulsive Effect” *Int. J. Polym. Sci.*, vol. 2017.

