

Pemanfaatan Limbah Kelapa Sawit menjadi Nanoselulosa dengan Variasi Waktu Ultrasonikasi

Athiek Sri Redjeki^{1,*}, Yustinah¹, Anwar Ilmar Ramadhan², Alvika Meta Sari¹,
Nurul Hidayati Fithriyah¹, Istianto Rahardja³, Mutiara Salsabila¹, dan
Rahmawati Suryani¹

¹Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta, Jl. Cempaka Putih Tengah XXVII, Cempaka Putih, Jakarta Pusat, 10510

²Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Muhammadiyah Jakarta, Jl. Cempaka Putih Tengah XXVII, Cempaka Putih, Jakarta Pusat, 10510

³Teknik Mesin, Fakultas Teknik Teknologi Bisnis dan Energi, Institut Teknologi Pembangkit Listrik Negara, Menara PLN, Jl. Lkr. Luar Barat, Duri Kosambi, Kecamatan Cengkareng, Kota Jakarta Barat, Daerah Khusus Ibukota Jakarta, 11750

* athiek.sriredjeki@umj.ac.id

ABSTRAK

Nanoselulosa merupakan polimer alam berukuran nano yang dapat disintesa dari berbagai limbah biomassa salah satunya adalah tandan kosong kelapa sawit (TKKS) karena kandungan selulosanya cukup tinggi. Sintesis nanoselulosa dapat dilakukan dengan berbagai macam metode. Penelitian ini bertujuan untuk mencari pengaruh waktu ultrasonikasi terhadap yield dan ukuran nanoselulosa dari TKKS. Nanoselulosa disintesis dari TKKS dengan metode delignifikasi, bleaching, hidrolisis asam dalam ultrasonikasi, hidrotermal dan pengeringan dengan variasi waktu ultrasonikasi. Variasi waktu ultrasonikasi dilakukan selama 30, 60, 90 dan 120 menit pada suhu 40°C. Untuk mengetahui gugus fungsi nanoselulosa yang dihasilkan dilakukan uji spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*). Analisa morfologi dilakukan menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Korelasi antara variasi waktu ultrasonikasi (x) terhadap persentase yield nanoselulosa (y) mengikuti persamaan $y = 0,487x + 0,1188$ dan $R^2 = 0,9106$. Spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi $-C-NO_2$ nitro aromatik pada bilangan gelombang 1499,26 cm^{-1} , 1459,39 cm^{-1} , 1421,04 cm^{-1} , 1364,43 cm^{-1} , serta 1311,06 cm^{-1} . Puncak serapan pada bilangan gelombang 1206,83 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi C-O-C eter, sedangkan puncak serapan pada bilangan gelombang 1106,10 cm^{-1} dan 896,53 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi $>CO$ aldehyd. Waktu ultrasonikasi yang optimum adalah 120 menit dengan yield 29,64%. Ukuran nanoselulosa yang didapatkan pada waktu ultrasonikasi 30 menit adalah 865,84 nm.

Kata kunci: FTIR, nano selulosa, tandan kosong kelapa sawit, waktu ultrasonikasi

ABSTRACT

Nanocellulose is a natural, nano-sized polymer that can be synthesized from various biomass waste, one of which is empty oil palm fruit bunches (EFB) because its cellulose content is quite high. Nanocellulose synthesis can be carried out using various methods. This research aims to determine the effect of ultrasonication time on the yield and size of nanocellulose from EFB. Nanocellulose is synthesized from EFB using delignification, bleaching, acid hydrolysis in ultrasonication, hydrothermal and drying methods with variations in ultrasonication time. The ultrasonication time varied for 30, 60, 90, and 120 minutes at 40°C. Functional groups were analyzed using FTIR (Fourier Transform Infra-Red) spectroscopy. Morphological analysis was performed using SEM (Scanning Electron Microscopy). The correlation between the ultrasonication time variation (x) and the yield percentage of nanocellulose (y) follows the equation $y = 0.487x + 0.1188$ and $R^2 = 0.9106$. The results of the FTIR spectrum showed the presence of aromatic nitro $-C-NO_2$ functional groups at wavenumbers of 1499.26 cm^{-1} , 1459.39 cm^{-1} , 1421.04 cm^{-1} , 1364.43 cm^{-1} , and 1311.06 cm^{-1} . The absorbance peak at wavenumber 1206.83 cm^{-1} indicated the presence of the C-O-C ether functional group, while those of 1106.10 cm^{-1} and 896.53 cm^{-1} indicated the presence of the functional group $>CO$ aldehyde. The optimum ultrasonication time was 120 minutes with a yield of 29.64%. The size of nanocellulose obtained at 30 minutes ultrasonication time was 865.84 nm

Keywords: FTIR, nanocellulose, empty fruit bunches, ultrasonication time

1. PENDAHULUAN

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) sebagai biomassa padat industri pabrik kelapa sawit tersedia melimpah yaitu sekitar 25 – 26% dari total produksi kelapa sawit. Dimana Indonesia memproduksi minyak kelapa sawit sebesar 50.07 juta ton pada tahun 2023 [1]. Pada proses pengolahan kelapa sawit dihasilkan minyak sawit sebagai produk utama dan juga dihasilkan limbah sebagai hasil sampingnya. Limbah yang dihasilkan berupa limbah cair dan limbah padat. Adapun limbah cair terjadi pada pengolahan tandan buah segar, sedangkan limbah padat merupakan limbah yang pertama dihasilkan dari pengolahan kelapa sawit. Limbah padat terdiri dari tandan kosong kelapa sawit (TKKS), pelepah, cangkang, dan lain-lain. Sebanyak 25-26% dari total produksi kelapa sawit merupakan TKKS yang menjadi produk samping. Baru sebanyak 10% dari TKKS yang sudah dimanfaatkan untuk bahan bakar boiler maupun kompos [2], dan sisanya masih menjadi limbah [3].

TKKS memiliki beberapa komponen penyusun seperti lignin, hemiselulosa dan selulosa. Selulosa berdasarkan jenis ikatannya dapat dibedakan menjadi 3, yaitu: α -selulosa, β -selulosa dan γ -selulosa. Kandungan α -selulosa yang terdapat pada TKKS adalah 94,26% [4]. Tingginya kandungan α -selulosa pada TKKS dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan nanoselulosa.

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 [5]. Aplikasi dari nanoselulosa sendiri sangat luas [6]. 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 [7].

Menurut Ningtyas, dkk. [5], nanoselulosa dapat diekstraksi dari bahan baku sumber selulosa, di antaranya dengan metode hidrolisis asam, enzimatis

[8] dan mekanik. Saat ini metode yang paling banyak digunakan adalah hidrolisis asam karena mudah dan mempunyai sifat yang lebih baik [9]. Pada penelitian terdahulu yang menggunakan metode hidrolisis asam dengan asam sulfat dihasilkan nanoselulosa berukuran 290,4 nm [10], sedangkan pada metode mekanis yaitu hidrotermal [11] dan ultrasonikasi [12] dihasilkan ukuran nanoselulosa yang lebih kecil 50 – 250 nm [13].

Ultrasonikasi merupakan salah satu teknik paling efektif dalam pencampuran, proses reaksi, dan pemecahan bahan dengan bantuan energi tinggi. Batas atas rentang ultrasonik mencapai 5 MHz untuk gas dan 500 MHz untuk cairan dan padatan [14]. Ultrasonikasi merupakan proses mekanik yang menggunakan gelombang ultrasonik untuk menghasilkan tegangan mekanik yang kuat yang dapat menyebabkan kavitasi, yaitu peristiwa pembentukan, pertumbuhan dan meledaknya gelembung di dalam cairan yang melibatkan sejumlah energi yang sangat besar, sehingga menghasilkan efek panas yang menyebar ke dalam suspensi. Fenomena ini yang dimanfaatkan untuk memisahkan serat selulosa ke dalam bentuk yang lebih kecil.

Pada penelitian ini disintesis nanoselulosa dari TKKS dengan tujuan mengetahui waktu optimum ultrasonikasi.

2. METODELOGI PELAKSANAAN

Alat dan Bahan

Alat yang dipakai dalam penelitian ini 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.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

tandan kosong kelapa sawit, NaOH 17,5%, NaOCl 2%, HCl, Aquadest

Prosedur Penelitian [15]

1) Preparasi TKKS

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 waktu 30, 60, 90 dan 120 menit pada suhu 40°C 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.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Pengamatan

• Pengaruh Waktu Terhadap Yield Nanoselulosa

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

Tabel 1. Data Variasi Waktu Ultrasonikasi dan Persentase Yield

Sampel	Waktu	Massa Selulosa Awal (gr)	Massa Produk (gr)	Yield (%)
A	30	53,97	8,12	15,04%
B	60	56,54	13,18	23,31%
C	90	47,38	13,36	28,19%
D	120	58,36	17,30	29,64%

• Analisa Spektrofotometer FTIR

Pengujian spektrofotometer FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan serapan khas yang terkandung dalam nanoselulosa. Secara umum selulosa dalam TKKS tersusun atas alkana, ester, aromatik, dan alkohol. Rentang panjang gelombang infra merah yang digunakan untuk tujuan analisis adalah $2,5 \times 10^{-6}$ m sampai dengan 16×10^{-6} m. Satuan yang digunakan dalam spektroskopi inframerah adalah untuk bilangan gelombang yaitu cm^{-1} .

Tabel 2. Daerah Serapan Infra Merah Nanoselulosa dari TKKS [16]

Peak	Daerah Serapan (cm-1)	Ikatan dan Jenis Gugus Fungsi
1	3336,12	OH Alkohol
2	3350,16	OH Alkohol
3	2903,10	NH Amida
4	2136,62	-N=C=N Diimnida
5	1592,27	N-H(b) Amina atau -C-NO ₂ Nitro
6	1499,28	-C-NO ₂ Nitro aromatik
7	1459,39	-C-NO ₂ Nitro aromatik
8	1421,04	-C-NO ₂ Nitro aromatik
9	1364,43	-C-NO ₂ Nitro aromatik
10	1311,08	-C-NO ₂ Nitro aromatik
11	1206,83	C-O-C Eter
12	1157,40	C-O-C Eter
13	1106,10	>CO Aldehid
14	896,50	>CO Aldehid
15	794,62	-(CH ₂) _n Senyawa Lain
16	699,89	-(CH ₂) _n Senyawa Lain

Analisa SEM

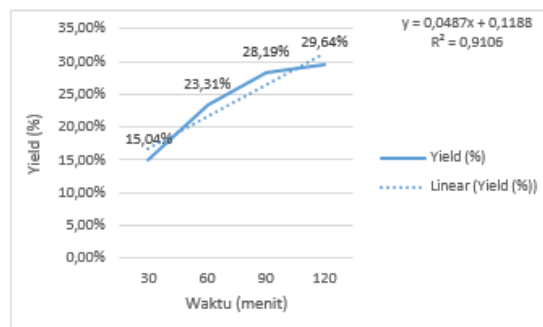
Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui ukuran nanoselulosa yang dihasilkan pada sampel menggunakan sebuah mikroskop elektron yang didesain untuk mengamati permukaan objek solid secara langsung. SEM memiliki perbesaran 10 – 3.000.000 kali, kedalaman 4 – 0.4 mm dan resolusi sebesar 1 – 10 nm. SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Ukuran nanoselulosa yang di dapatkan dapat dilihat pada tabel 3. di bawah ini.

Tabel 3. Data Ukuran Nanoselulosa pada Analisa SEM

Suhu (°C)	Ukuran Nanoselulosa (nm)	Perbesaran (kali)
40	865,84	10.000

Pembahasan

Waktu ultrasonikasi memberikan dampak yang cukup signifikan terhadap rendemen (*yield*) yang diperoleh, Seperti terlihat pada Gambar 1.

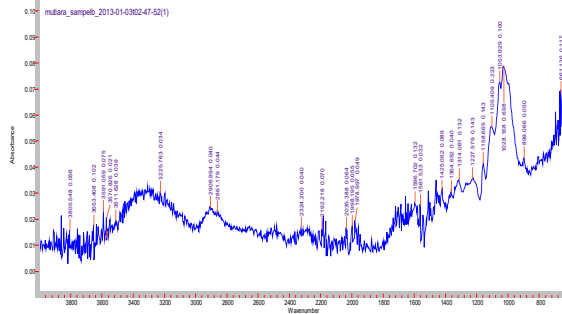


Gambar 1. Pengaruh Waktu Ultrasonikasi Terhadap Persentase Yield Nanoselulosa

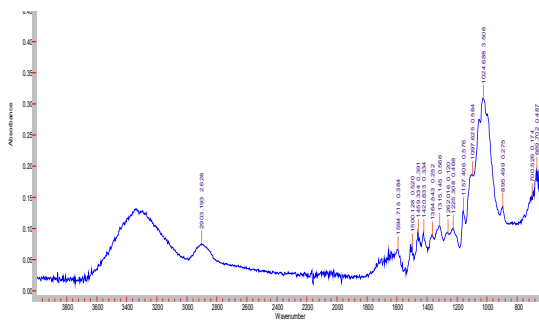
Berdasarkan Gambar 1 pada 60 menit sampai 90 menit terjadi kenaikan secara terus menerus pada yield nanoselulosa. Kenaikan yield yang paling signifikan terjadi pada waktu 30 menit sampai 90 menit. Salah satu faktor yang mempengaruhi yield nanoselulosa yaitu suhu reaksi. Suhu yang rendah membutuhkan waktu 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 1 menunjukkan pengaruh waktu ultrasonikasi terhadap persentase yield nanoselulosa menurut persamaan regresi linear, yaitu $y = -0,0487x + 0,1188$. Diketahui koefisien determinasi $R^2 = 0.9106$ 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 optimum diperoleh pada waktu 120 menit yaitu sebesar 29,64 %.

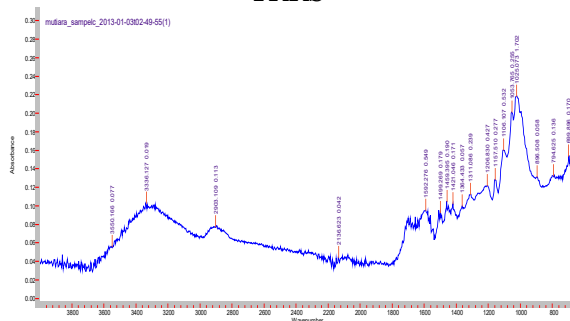
Selanjutnya diperoleh hasil FTIR yang ditunjukkan pada Gambar 2-5.



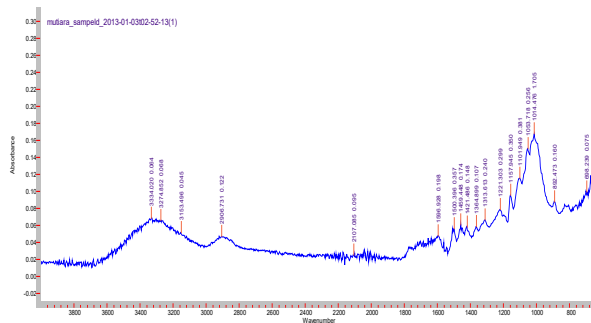
Gambar 2. Spektroskopi FTIR Sampel A Nanoselulosa TKKS



Gambar 3. Spektroskopi FTIR Sampel B Nanoselulosa TKKS



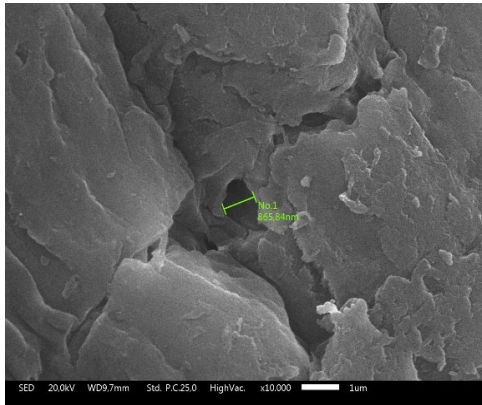
Gambar 4. Spektroskopi FTIR Sampel C Nanoselulosa TKKS



Gambar 5. Spektroskopi FTIR Sampel D Nanoselulosa TKKS

Gambar 2 - 5 menunjukkan daerah serapan infra merah nanoselulosa TKKS setelah melewati tiga perlakuan yaitu *alkali treatment*, *bleaching*, serta sonikasi. Perlakuan pertama yaitu alkali treatment dengan cara merefluks menggunakan NaOH 17,5 %. Perlakuan ini akan mereduksi ikatan hidrogen akibat penghilangan kelompok hidroksil dengan bereaksi bersama sodium hidroksida. Hasil dari *alkali treatment* yaitu adanya gugus -OH ditunjukkan dengan adanya puncak daerah serapan antara bilangan gelombang 3336,12 cm⁻¹ dan 3550,16 cm⁻¹. Gugus fungsi utama pada selulosa murni adalah gugus hidroksi (O-H) karena selulosa merupakan rantai panjang dari β glukosa. Perlakuan kedua adalah *bleaching*. *Bleaching* bertujuan untuk menghilangkan kandungan lignin. Hasil spektrum FTIR menunjukkan adanya gugus fungsi -C-NO₂ nitro aromatik pada bilangan gelombang 1499,26 cm⁻¹, 1459,39 cm⁻¹, 1421,04 cm⁻¹, 1364,43 cm⁻¹, serta 1311,06 cm⁻¹. Puncak serapan pada bilangan gelombang 1206,83 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus fungsi C-O-C eter, sedangkan pada bilangan gelombang 1106,10 cm⁻¹ dan 896,53 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus fungsi >CO aldehyd. Pada sampel A hasil analisa FTIR menunjukkan tidak ada gugus hidroksi (O-H) yang menunjukkan adanya kandungan selulosa waktu yang digunakan terlalu pendek sehingga tidak terbentuk nanoselulosa.

Selanjutnya diperoleh ukuran nanoselulosa yang ditunjukkan pada Gambar 6. Pada Gambar 6 terlihat bahwa ukuran nanoselulosa yang didapatkan adalah 865,84 nm.



Gambar 6. Analisa SEM Nanoselulosa pada Ultrasonikasi 30 menit dengan suhu 40 °C (perbesaran 10.000 kali)

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 Direktorat Riset, Teknologi, dan Pengabdian Kepada Masyarakat Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Riset dan Teknologi dengan program Hibah Penelitian Fundamental tahun 2024 dengan nomor kontrak 105/E5/PG.02.00.PL/2024.

KESIMPULAN DAN SARAN

KESIMPULAN

Semakin lama waktu ultrasonikasi maka hasil persentase yield nanoselulosa yang didapatkan semakin besar. Waktu optimum ultrasonikasi adalah 120 menit dengan yield sebesar 29,64%. Adanya gugus -OH selulosa ditunjukkan dengan adanya puncak serapan antara bilangan gelombang 3336,12 cm^{-1} dan 3550,16 cm^{-1} . Ukuran nanoselulosa yang didapatkan Selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS).

pada waktu ultrasonikasi 30 menit pada suhu 40°C yaitu sebesar 865,84 nm.

SARAN

Sebaiknya pada proses delignifikasi pada TKKS ukuran mesh saringan yang digunakan lebih kecil lagi agar ukuran nanoselulosa yang dihasilkan juga lebih kecil. Perlu dilakukan pengembangan dan uji lebih lanjut untuk hasil nanoselulosa yang didapat sehingga dapat mengetahui keefektifan nanoselulosa yang didapatkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Direktorat Statistik Tanaman Pangan, H.D. (2020). Statistik Kelapa Sawit Indonesia. Jakarta. Badan Pusat Statistik.
- Sudiyanti, Y. (2013). Pemanfaatan Limbah Biomassa Industri Kelapa Sawit untuk Produksi Bioetanol Generasi 2 dan Co-Products
- Ngadi, N., & Lani, N. S. (2014). *Extraction and Characterization of Cellulose Acetate from Empty Friut Bunch (EFB) Fiber*. Jurnal Teknologi, 35-36.
- Allaily, A., Nahrowi, N., Ridla, M., & Yaman, M. A. (2015). Organic acid and inhibition of complete silage ration on the growth of Salmonella enteritidis. In *International Seminar on Tropical Animal Production (ISTAP)* (pp. 252-256).
- 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)
- Wang, N.; Enyong, D.; Rongshi, C., (2008). *Preparation and Liquid Crystalline Properties of Spherical Cellulose Nanocrystals*. Langmuir, 24, 5-8
- Aulia, F., Marpongahtun, Gea, S. (2013). Studi Penyediaan Nanokristal

Jurnal Saintia Kimia Vol. 1 No. 2.

- 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.
- Wulandari, W.T., Rochliadi, A. and Arcana, I.M. 2016. Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 107 012045.
- Julianto, H, Farid, M. & Rasyida, A. (2017). Ekstraksi Nanoselulosa dengan Metode Hidrolisis Asam sebagai Penguat Komposit Absorpsi
- 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
- Anjana, F. (2016). Studi Pembuatan Nanokristal Selulosa Dari Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) Melalui Proses Sonikasi-
- Garry D. Christian. (1971). *Analytical Chemistry 2nd Edition*. New York : John Wileys & Sons.
- X. Li, E. Ding, and G. Li, (2001). "A Method of Preparing Spherical Nano-Crystal Cellulose with Mixed Crystalline Forms of Cellulose I and II," Chinese J. Polym. Sci., vol. 19, no. 3, pp. 291-296.
- Suara. Jurnal Teknik ITS. Vol.6 No.2.
- Li, J.; Wei, X.; Wang, Q., (2012). *Homogeneous isolation of nanocellulose from sugarcane bagasse by high pressure homogenization.* *Carbohydrate Polymers*, 90(4), 1609-1613
- 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.
- Mason, TJ, Lorimer, JP. 2002. *Applied Sono-chemistry: The Uses of Power Ultrasound in Chemistry and Processing.* Wiley, USA
- Hydrothermal (Doctoral dissertation, Institut Teknologi Sepuluh Nopember).