



**PAPER – OPEN ACCESS**

## Sintesis Nanoserat Selulosa dari Tandan Kosong Sawit (Tks) dengan Menggunakan Metode Tetramethyl Piperidine 1 Oxyl (TEMPO)

Author : Saharman Gea dkk.,  
DOI : 10.32734/st.v2i1.307  
Electronic ISSN : 2654-7082  
Print ISSN : 2654-7074

*Volume 2 Issue 1 – 2018 TALENTA Conference Series: Science & Technology (ST)*



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

Published under licence by TALENTA Publisher, Universitas Sumatera Utara



# Sintesis Nanoserat Selulosa dari Tandan Kosong Sawit (Tks) dengan Menggunakan Metode Tetramethyl Piperidine 1 Oxy (TEMPO)

Saharman Gea<sup>a</sup>, Ila Dwi Agrista, dan Cut Fatimah Zuhra<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sumatera Utara, Jalan Bioteknologi No.01 Kampus USU Medan

s.gea@usu.ac.id

## Abstract

The isolation of nanofiber from empty fruit bunches using a TEMPO has been carried out. The research was done in two stages i.e. the synthesis process of  $\alpha$ -cellulose from empty bunches and nanofiber process of using a oxidant TEMPO. Isolation  $\alpha$ -cellulose from empty bunches delignified by using 3,5% of  $\text{HNO}_3$  and  $\text{NaNO}_2$ , the next cellulose delignified with 17,5% of  $\text{NaOH}$  and whitening by 10%  $\text{H}_2\text{O}_2$  until the  $\alpha$ -cellulose were produced. Nanocellulose fiber were synthesized by adding  $\text{NaBr}$ ,  $\text{NaOCl}$ , TEMPO, a buffer solution 10 and in the stirrer for 2,5 hours. FTIR spectrum from nanofiber shows the peak vibration of the carbonyl group  $\text{C}=\text{O}$  at  $1743\text{ cm}^{-1}$ . Morphological analysis using SEM showed that the surface of the nanocellulose fibers appears homogeneous, more organized and have pores larger compare to  $\alpha$ - cellulose with the diameter average by using TEM shows of 31,4 nm.

Keywords: cellulose; SEM; TEM; FT-IR; nanofiber; TEMPO;

## 1. Pendahuluan

Nigeria, Afrika Barat merupakan asal dari Tanaman Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis Jacq*). Namun ada juga yang menyatakan berasal dari Brazil salah satu negara di Amerika Selatan oleh karena spesies kelapa sawit lebih banyak di Brazil daripada Afrika. Di negara-negara asia tenggara seperti Indonesia, Malaysia, Papua Nugini dan Thailand, tanaman kelapa sawit tumbuh subur bahkan dapat menghasilkan jumlah yang sangat tinggi tiap hektar. Kelapa sawit merupakan tanaman yang penting untuk perkembangan pembangunan perkebunan nasional. Lowongan kerja bidang perkebunan terbuka begitu lebar untuk meningkatkan kesejahteraan bagi warga masyarakat, selain merupakan salah satu sumber meningkatkan devisa negara [1].

Telah banyak penelitian yang dilakukan pada tanaman kelapa sawit tidak terkecuali limbah tanaman kelapa sawit. Hasil pengolahan limbah tanaman kelapa sawit beberapa diantaranya yaitu sebagai arang aktif dan pupuk organik yang dapat memberikan manfaat bagi keberlangsungan kehidupan. Tandan Kosong Sawit (TKS) dan tempurung kelapa sawit merupakan limbah padat berbagai industri kelapa sawit [2]. Ciri yang unik dari komposisi limbah padat adalah banyak mengandung serat [3].

Unsur hara yang berasal dari pupuk organik yang diproduksi dari TKS sangat dibutuhkan oleh tanah dan tanaman. Selain itu TKS juga dapat memproduksi serat yang kuat yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai hal. Serat kuat yang dihasilkan dari TKS dimanfaatkan untuk memproduksi bahan pengepak industri, matras, pot kecil, isian jok mobil dan berbagai hal lainnya. [4].

Biopolimer yang sangat berlimpah di alam semesta adalah selulosa, sifatnya yang mudah terurai, dapat diperbaharui dan tidak beracun. Susunan  $\beta$ -D Glukopiranosida dalam polimer karbohidrat yang terdiri dari gugus hidroksi per anhidro glukosa membuat derajat fungsionalitas dari selulosa semakin tinggi. Memiliki sifat yang mudah diperbaharui, selulosa dan turunannya mudah juga untuk dipelajari. Berbagai macam produk yang telah dihasilkan dengan bahan dasar selulosa seperti produksi kertas, biomaterial, makanan dan beberapa produk kesehatan. [5]. Nanoserat secara luas digunakan dalam obat-obatan, elektronik, membran, dan kertas. Dengan adanya penelitian

isolasi nanoserat ini dari TKS dengan proses lignifikasi dan pemutihan diharapkan hasil selulosa yang diperoleh sangat bagus [6].

Isolasi selulosa dari serat sorghum dilakukan dengan menggunakan oksidator Tetramethyl Piperidine 1 oxyl (TEMPO). Peneliti menambahkan NaOH 4% pada suhu 70-90° C selama 4 jam. Hasil paling baik yang ditunjukkan oleh proses oksidasi radikal dimana hasil serat selulosanya paling terurai, kondisi permukaan paling bersih, serta nilai kristalin paling tinggi [7].

Penggunaan Tetramethyl Piperidine 1 oxyl (TEMPO) untuk menghasilkan nanoserat selulosa dari kayu dilakukan dengan menggunakan NaOCl (Natrium Hipoklorit) dan Natrium Bromida pada pH 10 dan suhu 25°C. Hasil menunjukkan bahwa parameter yang paling baik adalah proses oksidasi pada pembuatan nanoserat selulosa. Penggunaan TEMPO sebagai katalis sangat efisien untuk menghasilkan nanoserat paling baik [8]

Berdasarkan uraian diatas maka penulis tertarik untuk melakukan penelitian tentang Pembuatan nanoserat selulosa dari tandan kosong sawit dengan menggunakan oksidator tetramethyl piperidine 1 oxyl (TEMPO).

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat

Pada penelitian ini digunakan peralatan seperti, Seperangkat Alat-alat gelas, Neraca Analitis, Termometer, Hot Plate, Magnetic Stirer, Oven, Indikator pH Universal, Desikator, Seperangkat Alat SEM, Seperangkat Alat FTIR, dan Seperangkat Alat TEM.

### 2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu Tandan Kosong Sawit, aquades, NaOH, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>, HNO<sub>3</sub>, HCl, NaNO<sub>3</sub>, Na-Hipoklorit, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NaBr, TEMPO, NaOCl.

### 2.3. Prosedur Penelitian

#### 2.3.1. Pembuatan Larutan Pereaksi

##### 2.3.1.1. Larutan HNO<sub>3</sub> 3,5%

HNO<sub>3</sub> 64% sebanyak 54,6 ml ditambahkan NaNO<sub>3</sub> sebanyak 10mg lalu diencerkan dengan akuades dalam wadah labu ukur 1000 ml hingga garis tanda lalu dihomogenkan.

##### 2.3.1.2. Larutan NaSO<sub>3</sub> 2%

Sebanyak 10 g NaSO<sub>3</sub> dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml hingga garis tanda lalu dihomogenkan.

##### 2.3.1.3. Larutan NaOH 2%

Sebanyak 10 g NaOH pellet dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml hingga garis tanda lalu dihomogenkan.

##### 2.3.1.4. Larutan NaOH 17,5%

Sebanyak 87,5 g NaOH pellet dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml hingga garis tanda lalu dihomogenkan.

##### 2.3.1.5. Larutan Na-Hipoklorit 1,75%

Sebanyak 72,9 mL Na-Hipoklorit 12% diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml hingga garis tanda lalu dihomogenkan.

### 2.3.1.6. Larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10%

Sebanyak 167 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 500 ml hingga garis tanda lalu dihomogenkan.

### 2.3.1.7. Penyiapan Serbuk Tandan Kosong Sawit (TKS)

Tandan kosong sawit dibersihkan dan dicuci dengan air bersih. Dikeringkan dibawah sinar matahari sampai kering. Tandan kosong sawit yang sudah kering dipotong-potong hingga menjadi serat halus.

### 2.3.2. Isolasi $\alpha$ -selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS)

Sebanyak 75 g serat TKS dimasukkan ke dalam wadah beaker glass, kemudian ditambahkan 1000 ml campuran HNO<sub>3</sub> 3,5% dan 10 mg NaNO<sub>2</sub> dipanaskan di atas pemanas pada suhu 90° C selama 2 jam. Setelah itu disaring dan dicuci hingga filtrat netral. Selanjutnya di digesti dengan 750 ml larutan yang mengandung NaOH 2% dan Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> pada suhu 50° C selama 1 jam. Kemudian disaring dan dicuci hingga netral. Selanjutnya dilakukan pemutihan dengan 250 ml larutan NaOCl 1,75% pada suhu 70°C selama 30 menit. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai pH filtrat netral. Setelah itu dilakukan pemurnian  $\alpha$ -selulosa dari sampel dengan 500 ml larutan NaOH 17,5% pada suhu 80° C selama 30 menit. Kemudian disaring, dicuci hingga filtrat netral. Dilanjutkan pemutihan dengan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 10% pada suhu 60° C selama 15 menit. Kemudian disaring dan dicuci hingga filtrat netral dan dikeringkan didalam oven pada suhu 60°C kemudian disimpan dalam desikator. Selanjutnya  $\alpha$ -selulosa dikarakterisasi dengan analisa FT-IR.

### 2.3.3. Pembuatan Nanoserat selulosa dari $\alpha$ selulosa

Sebanyak 4 gram alfa selulosa dimasukkan kedalam beaker glass yang berisi 300 ml aquadest, kemudian ditambahkan NaBr sebanyak 2 g, selanjutnya ditambahkan TEMPO sebanyak 1 g dibiarkan beberapa menit hingga terbentuk suspensi. Dan ditambahkan larutan buffer 10 sambil Dilakukan pengadukan selama 3 jam dan diukur pHnya 10,5 dan disesuaikan pH dengan menambahkan larutan buffer 10 secukupnya, kemudian dilakukan penyaringan. Diperoleh filtrat dan residu, filtrat dibuang dan kemudian residu ditambahkan aquadest sebanyak 500 mL, dihomogenizer selama 6 menit dengan kecepatan 7500 rpm kemudian disonifikasi selama 4 menit, dan selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 8400 rpm selama 10 menit, setelah itu diperoleh nanoserat selulosa.

### 2.3.4. Analisis Gugus Fungsi Dengan Spektroskopi FTIR

Sampel diletakkan pada plat kea rah sinar infra merah lalu dijepit. Hasilnya akan diperoleh spectrum puncak absorbs infra merah dari sampel berupa plot bilangan gelombang (cm<sup>-1</sup>) dan persen transmitansi (%T) dimonitor dengan rentang bilangan gelombang 4000-500 cm<sup>-1</sup>

### 2.3.5. Analisis Permukaan Dengan SEM

Patahan sampel pada permukaan merupakan Proses pengamatan mikroskopis menggunakan SEM. Mula-mula sampel dilapisi dengan emas bercampur palladium dalam suatu ruangan (*vacuum evaporator*) bertekanan 0,2 Torr dengan menggunakan mesin TM 3000. Selanjutnya sampel disinari dengan pancaran electron bertenaga 20 kV pada ruangan khusus sehingga sampel mengeluarkan electron sekunder dan electron yang terpental dapat dideteksi oleh detector scientor yang diperkuat dengan suatu rangkaian listrik yang menyebabkan timbulnya gambar CRT (*cathode Ray Tube*) selama 4 menit. Kemudian coating dengan table lapisan 400 Amstrong dimasukkan ke dalam specimen Chamber pada mesin SEM (JSM-35C) untuk dilakukan pemotretan. Hasil pemotretan dapat disesuaikan dengan pembesaran yang diinginkan.

### 2.3.6. Analisis Permukaan Dengan TEM

Analisis morfologi nanoserat selulosa dilakukan dengan menggunakan alat TEM JEOL 1400 dengan tegangan sebesar 120 kV. Pertama-tama nanoserat selulosa ditetesi dengan cairan ammonium molibdat 2%, kemudian cairan yang terbentuk diperangkap dalam resin. Selanjutnya dilakukan pemotongan dengan menggunakan mikrogrid untuk memperoleh nanoserat selulosa tunggal. Nanoserat selulosa yang terbentuk dimasukkan ke dalam kisi karbon untuk dilakukan pengujian TEM. Dari analisis permukaan megunakan TEM dapat dihitung ukuran nanoserat selulosa dengan menggunakan persamaan 1.

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

### 3. Hasil Dan Pembahasan

#### 3.1. Hasil Isolasi $\alpha$ -Selulosa dari Tandan Kosong Sawit

Setelah melalui proses delignifikasi, pemutihan, dan pemurnian maka diperoleh  $\alpha$ -selulosa yang berwarna putih. Dari 75 g serbuk tandan kosong sawit yang digunakan diperoleh sebanyak 18,78 g selulosa. Hasil isolasi  $\alpha$ -selulosa yang diperoleh dari penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar. 3.1.  $\alpha$ -Selulosa yang Diisolasi dari Tandan Kosong Sawit

#### 3.2. Hasil Nanoserat Selulosa dari $\alpha$ -Selulosa

Selulosa yang diperoleh selanjutnya disentrifugasi sehingga menghasilkan nanoserat selulosa yang berbentuk serbuk berwarna putih. Dari 4 g  $\alpha$ -selulosa yang disentrifugasi pada waktu 10 menit diperoleh nanoserat selulosa sebanyak 1,5 g. Nanoserat selulosa yang dihasilkan tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.2.



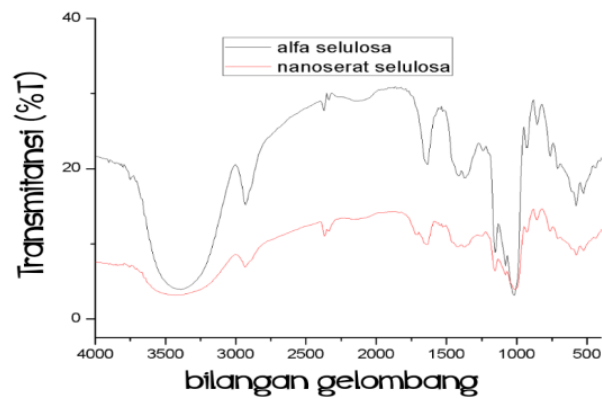
Gambar. 3.2 Nanoserat Selulosa

#### 3.3. Hasil Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Mengetahui gugus fungsi suatu molekul dalam satu sampel diperlukan teknik analisis menggunakan Spektroskopi FT-IR. Hasil analisis FT-IR yang telah dilakukan pada penelitian ini, untuk mengetahui gugus fungsi  $\alpha$ -selulosa dan nanoserat selulosa yang dapat dilihat pada Tabel 3.1, Gambar 3.2.

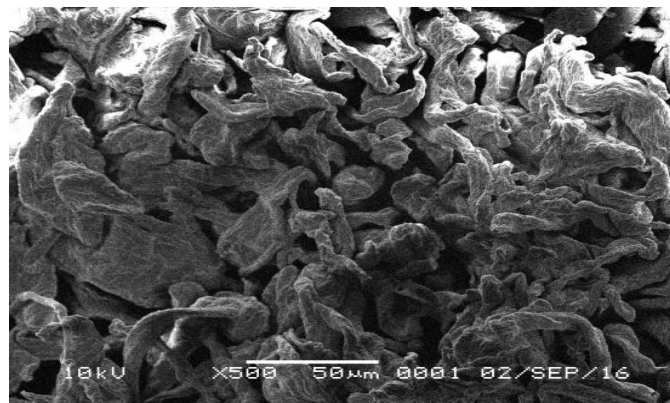
Tabel. 3.1 Bilangan Gelombang dari Gugus Fungsi Pada  $\alpha$  – selulosa dan Nanoserat Selulosa

Bilangan Gelombang (Cm <sup>-1</sup> )		Gugus Fungsi
$\alpha$ - selulosa	Nanoserat Selulosa	
3387	3425	O-H
2931	2931	C-H
-	1743	C=O
1018	1018	C-O
1157	1157	C-O-C
856	856	C-H

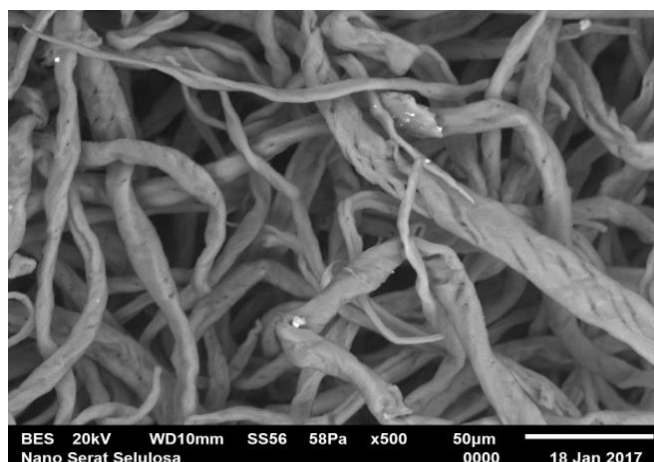
Gambar. 3.3 Spektrum FTIR dari  $\alpha$ -selulosa dan Nanoserat Selulosa

#### 3.4. Hasil Analisis Morfologi Menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy)

Hasil morfologi permukaan dari selulosa hasil isolasi dari tandan kosong sawit dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy) dapat dilihat pada Gambar 3.4 dan 3.5 berikut.



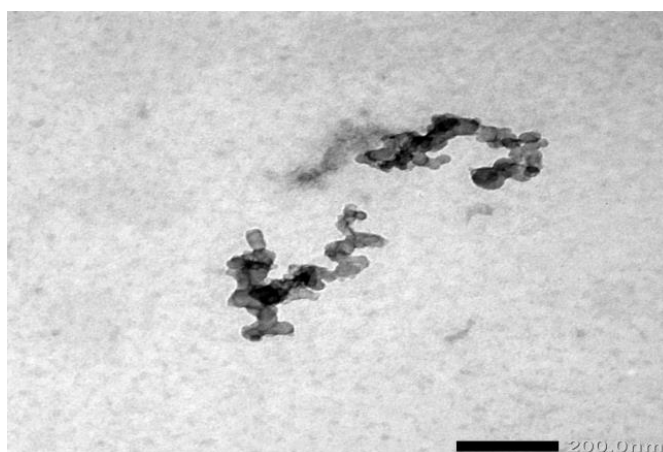
Gambar. 3.4 Hasil SEM dari Selulosa Tandan Kosong Sawit



Gambar. 3.5 Hasil SEM dari nanoserat Selulosa

### 3.5. Hasil Analisa Morfologi Menggunakan TEM

Pada Analisis menggunakan TEM terlihat bahwa nanoserat selulosa merupakan serat tunggal yang saling terpisah antara satu dengan yang lain. Hasil analisis menunjukkan ukuran diameter nanoserat selulosa berkisar antara 31,04 nm, dimana nanoserat selulosa yang dianalisis telah memenuhi kriteria dari nanoteknologi yang memiliki skala 1-100 nm.



Gambar 3.6 Hasil Nanoserat Selulosa menggunakan TEM

## 4. Kesimpulan Dan Saran

### 4.1. Kesimpulan

Hasil Nanoserat selulosa dari  $\alpha$ -selulosa dengan menggunakan oksidator TEMPO adalah berupa serat dan berwarna putih. Penelitian ini memberikan karakteristik yaitu pada analisis gugus fungsi FT-IR gugus menunjukkan adanya puncak serapan gugus O-H pada daerah bilangan gelombang  $3425\text{ cm}^{-1}$  dan didukung oleh vibrasi gugus karbonil C=O pada daerah bilangan gelombang  $1743\text{ cm}^{-1}$ . Analisis permukaan menggunakan SEM menunjukkan bahwa permukaan selulosa tampak homogen, lebih teratur dan nanoserat selulosa telah bercampur. Analisis ukuran partikel menggunakan TEM menunjukkan bahwa nanoserat selulosa memiliki ukuran diameter sekitar 31,04 nm.

## Referensi

- [1] A. Prasetyo and S. Marwanti, "MENTAH INDONESIA DI PASAR INTERNASIONAL Comparative Advantage and Export Performance of Indonesian Crude Palm Oil in International Markets," vol. **35**, no. **2**, pp. 89–103, 2017.
- [2] E. Kurniati, "Pemanfaatan Cangkang Kelapa Sawit Sebagai Arang Aktif," *Penelit. Ilmu Tek.*, vol. **8**, no. **2**, pp. 96–103, 2008.
- [3] R. N. Yanti, E. Hambali, G. Pari, and A. Suryani, "The characteristics of palm oil plantation solid biomass wastes as raw material for bio oil," in *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 2018, vol. **x**, no. **1**.
- [4] S. Shinoj, R. Visvanathan, S. Panigrahi, and M. Kochubabu, "Oil palm fiber (OPF) and its composites: A review," *Industrial Crops and Products*, vol. **33**, no. **1**, pp. 7–22, 2011.
- [5] D. Bell, D. Coffey, and A. Henderson, "Cellulose and Cellulose Derivatives," in *Food Polysaccharides and Their Applications*, CRC Press, 2006, pp. 147–179.
- [6] A. K. Bledzki and J. Gassan, "Composites reinforced with cellulose based fibres," *Prog. Polym. Sci.*, vol. **24**, no. **2**, pp. 221–274, 1999.
- [7] author Abdul Aziz Ammar, "Isolasi selulosa mikrofibril dari serat sorghum (sorghum bicolor) dengan metode kimiawi = Isolation of microfibril cellulose on sorghum fiber (sorghum bicolor) using chemical methods / Abdul Aziz Ammar," 2015.
- [8] A. Lindgren and S. Wennberg, "Preparation of Nanofibers from Pulp Fibers," *Technology*, 2010.