

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kelapa Sawit

Kelapa sawit (*Elaeis guinensis* Jack) merupakan tumbuhan tropis yang diperkirakan berasal dari Nigeria (Afrika Barat) karena pertama kali ditemukan di hutan belantara negara tersebut. Kelapa sawit pertama masuk ke Indonesia pada tahun 1848, dibawa dari Mauritius dan Amsterdam oleh seorang warga Belanda. Bibit kelapa sawit yang berasal dari kedua tempat tersebut masing-masing berjumlah dua batang dan pada tahun itu ditanam di Kebun Raya Bogor. Sebagian keturunan kelapa sawit dari Kebun Raya Bogor telah diintroduksi ke Deli Serdang (Sumatera Utara) sehingga dinamakan varietas Deli Dura.

Kelapa sawit (*Elaeis guinensis* Jack) merupakan tanaman tropis penghasil minyak nabati yang hingga saat ini diakui paling produktif dan ekonomis dibandingkan dengan tanaman penghasil minyak nabati lainnya, misalnya kedelai, kacang tanah, kelapa, bunga matahari, dan lain-lain.

Dalam sistematika (taksonomi) tumbuhan, kedudukan tanaman kelapa sawit diklasifikasikan sebagai berikut :

Divisio : *Tracheophyta*
Subdivisio : *Pteropsida*
Kelas : *Angiospermae*
Subkelas : *Monocotyledoneae*
Ordo : *Cocoideae*
Famili : *Palmae*
Genus : *Elaeis*
Spesies : *Elaeis guinensis*
Varietas : *Dura, Psifera, Tenera*
(Hadi, 2004).

2.2 Tandan Kosong Sawit

Tandan Kosong Sawit (TKS) merupakan salah satu jenis limbah yang paling banyak dihasilkan oleh pabrik kelapa sawit, dimana kandungan utamanya adalah selulosa, hemiselulosa dan lignin. Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada TKS dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan pulp untuk kertas (Darnoko, 1992). Tandan kosong sawit memiliki komposisi dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1. Komposisi kimia Tandan Kosong Sawit

No	Komponen kimia	Komposisi (%)
1.	Lignin	22,60
2.	Pentosa	25,90
3.	α -Selulosa	45,80
4.	Holoseululosa	71,88
5.	Abu	1,60
6.	Pektin	12.85

Sumber: (Mulia, 2007).

Pengolahan dan pemanfaatan TKS oleh kelapa pabrik kelapa sawit masih sangat terbatas. Sebagian besar pabrik kelapa sawit di Indonesia masih membakar TKS dalam *incenerator*, meskipun cara ini dilarang oleh pemerintah. Alternatif pengolahan lainnya adalah dengan menimbun (*open dumping*), diolah menjadi kompos. Cara terakhir merupakan pilihan yang terbaik, namun cara ini belum banyak dilakukan oleh pabrik kelapa sawit karena adanya beberapa kendala, yaitu waktu pengomposan, fasilitas yang harus disediakan dan biaya pengolahan TKS tersebut (Utami, 2011).

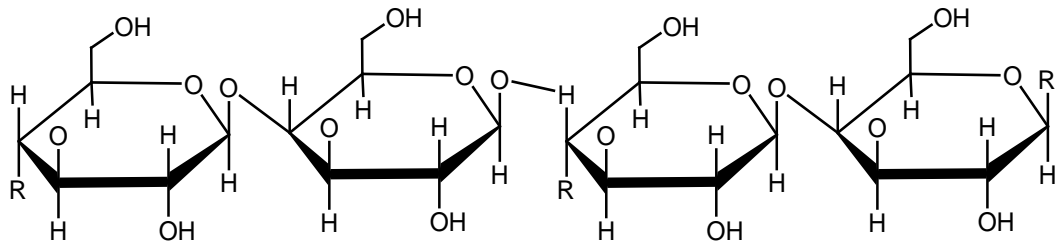
2.3 Selulosa

2.3.1 Pengertian Selulosa

Selulosa adalah polisakarida yang paling melimpah di alam. Senyawa ini memiliki bobot molekul yang tinggi, strukturnya teratur berupa polimer linear dengan unit ulangan β -D-glukopiranososa, karena keteraturan strukturnya selulosa adalah polimer yang nisbi, murah dengan sifat fisik dan kimia yang istimewa (Suminar, 1990).

Selulosa adalah komponen utama dari beberapa serat alam, seperti kapas, batang, rami, dan lain-lain. Polimer alam ini dijumpai 1–3 dari beberapa jenis tumbuhan dan juga dapat diperoleh atau dihasilkan dari proses fotosintesis. Biosintesis dari polimer alam dikerjakan kurang lebih sekitar 1.000 ton per tahunnya di dunia (Goodger, 1976).

Selulosa memiliki unit-unit dari glukosa dalam selulosa yang terikat pada ikatan β -1,4-ikatan glikosidik. Isomer β tidak membentuk gulungan seperti isomer α , tetapi selaras dalam baris paralel oleh ikatan hidrogen diantara kelompok hidroksil pada rantai yang berdekatan. Hal ini yang menyebabkan selulosa tidak dapat larut dalam air, memberikan struktur kaku ke dinding sel kayu, dan serat yang lebih tahan terhadap hidrolisis daripada pati. Reaktivitas selulosa bergantung kepada strukturnya. Untuk memodifikasi struktur selulosa, kisi ikatan hidrogen harus dihancurkan dengan cara pembengkakan atau pemutusan. Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rumus Struktur Selulosa (Setiyawan, 2010).

Kebanyakan selulosa berasosiasi dengan lignin sehingga sering disebut sebagai lignoselulosa. Selulosa, hemiselulosa, dan lignin dihasilkan dari proses fotosintesis. Pada saat yang sama, komponen-komponen utama penyusun tanaman ini diuraikan oleh aktivitas mikroorganisme. Beberapa mikroorganisme mampu menghidrolisis selulosa untuk digunakan sebagai sumber energi, seperti bakteri dan kapang (Enari, 1983).

2.3.2 Sumber Selulosa

Selulosa terdapat dalam tumbuhan sebagai bahan pembentuk dinding sel. Serat kapas boleh dikatakan seluruhnya adalah selulosa. Dalam tubuh kita selulosa tidak dapat dicerna, karena kita tidak mempunyai enzim yang dapat menguraikan selulosa. Dengan asam encer tidak dapat terhidrolisis, tetapi oleh asam dengan konsentrasi tinggi dapat terhidrolisis menjadi selobiosa dan D-Glukosa. Selobiosa adalah suatu disakarida yang terdiri atas dua molekul glukosa yang berikatan glikosidik antara atom karbon 1 dengan atom karbon 4. Meskipun selulosa tidak dapat digunakan sebagai bahan makanan oleh tubuh, namun selulosa yang terdapat sebagai serat-serat tumbuhan, sayuran atau buah-buahan berguna untuk memperlancar pencernaan makanan (Poedjiadi, 2006).

Adapun sumber selulosa yaitu:

1. Kayu
2. Bukan kayu
 - a. Serat buah/biji (seed fibers) : kapas, kapuk.
 - b. Serat kulit (bast fibers) : rami, kenaf, rosela dan lain-lain.
 - c. Serat daun (leaf fibers) : Nenas, pisang dan lain-lain.
 - d. Residu pertanian (agriculture Residues) : bagas, jerami, merang, tandan kosong sawit, tongkol jagung.
 - e. Bambu
 - f. Non vegetable : bacterial cellulose (BC) sebagai bahan akustik, kertas khusus.

Pemisahan selulosa dari kayu melibatkan pembuburan kayu dengan larutan belerang dioksida dan hidrogen sulfit dalam air pada proses sulfit atau larutan natrium hidroksida dan natrium sulfida dalam air pada proses sulfat (Proses kraf). Pada proses ini lignin dilarutkan sehingga diperoleh selulosa (Cowd, 1991).

Selulosa merupakan substrat berserat yang terdapat pada struktur tanaman. Setiap molekul selulosa yang besar terdiri dari unit β -D-glukosa yang saling berikatan membentuk rantai panjang dengan β -1,4 (Mcmurry, 1992). Dalam sel kayu, rantai selulosa linear disebut sebagai mikrofibril yaitu sekitar $3,5 \times 10$ nm. Baik selulosa linear maupun mikrofibril supermolekul memiliki pengaruh yang dominan terhadap sifat material kayu (Gardner, 2008).

2.3.3 Sifat Kimia Selulosa

Dalam selulosa, reaktivitasnya bergantung pada strukturnya. Untuk memodifikasi struktur selulosa, kisi ikatan hidrogen harus dihancurkan dengan cara pembengkakan atau pemutusan. Bagian yang reaktif pada selulosa dapat diderivatisasi adalah ketiga gugus hidroksil, yaitu pada C-2, C-3, dan C-6. Gugus hidroksil pada C-6 adalah hidroksil primer, yang mempunyai posisi yang paling reaktif untuk reaksi esterifikasi, sementara C-2 adalah lebih asam dibandingkan kedua gugus hidroksil sekunder dan merupakan sisi yang lebih reaktif untuk esterifikasi. Selulosa memiliki afinitas yang kuat terhadap dirinya sendiri dan bahan yang mengandung hidroksil. Berdasarkan pada gugus fungsi hidroksil yang dominan, maka selulosa bersifat reaktif dengan air.

Selulosa sangat stabil dalam berbagai pelarut dan hanya dapat dihancurkan dengan adanya asam kuat atau sistem pelarut dengan ikatan hidrogen yang kuat, biasanya basa-amina. Sifat termal selulosa yaitu temperatur transisi gelas selulosa dengan kisaran 200-230°C (Goring, 1963). Berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5%, selulosa dapat dibedakan menjadi tiga jenis yaitu:

1. α -Selulosa yaitu selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan DP (Derajat Polimerisasi) 600–1500. Selulosa dipakai sebagai penduga dan atau penentu tingkat kemurnian selulosa. Semakin tinggi kadar alfa selulosa, semakin baik mutunya.
2. β -Selulosa yaitu selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP 15–90 dan juga dapat mengendap bila dinetralkan.
3. γ -Selulosa yaitu sama seperti selulosa beta, tetapi DP nya kurang dari 15, kandungan utamanya adalah hemiselulosa.

Ditinjau dari strukturnya selulosa memiliki kelarutan yang tinggi dalam air. Karena banyaknya kandungan gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air. Akan tetapi kenyataannya tidak demikian, selulosa bukan hanya tidak larut dalam air tetapi juga pelarut yang lain. Jika ikatan hidrogen pada

selulosa berkurang, maka gaya antar aksi pun berkurang oleh gugus hidroksil selulosa harus diganti sebagian atau seluruhnya oleh pengesteran.

Sifat – sifat selulosa dengan pereaksi kimia :

1. Selulosa dengan asam encer tidak dapat terhidrolisis

Selulosa dengan asam konsentrasi yang tinggi dapat terhidrolisis menjadi selubiosa dan D-glukosa.

2. Selulosa asetat, berperan dalam film fotografi, bahan perekat, dan serat sintetik.

Sifat – sifat selulosa asetat :

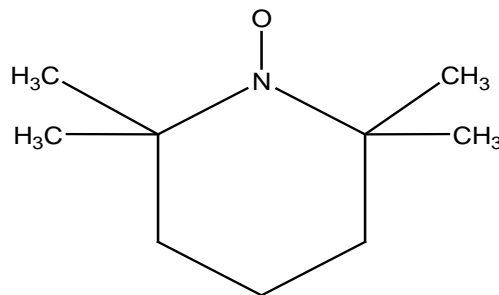
Tidak stabil, mudah terbakar, bila bereaksi dengan oksigen, film selulosa asetat menjadi rusak dan tidak dapat digunakan lagi, serta melepaskan asam asetat

3. Dengan asam sulfat, untuk pembuatan aluminium sulfat yang dapat bereaksi dengan sejumlah kecil sabun pada pulp kertas untuk menghasilkan aluminium karboksilat yang membantu mengentalkan serat pulp menjadi permukaan kertas yang keras (Cowd, 1991).

2.4 TEMPO

2.4.1 Pengertian TEMPO

TEMPO atau 2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl adalah senyawa kimia dengan rumus kimianya ($C_9H_{18}NO$). Struktur dasar TEMPO dapat dilihat pada Gambar 2.2. TEMPO pertama kali ditemukan oleh Lebedev dan Kazarnowskii pada tahun 1960 (Lebedev, 1960). Senyawa ini memiliki radikal nitrosil yang stabil, berbentuk padatan berwarna merah orange, titik leburnya sekitar $36-38^{\circ}C$, dan larut dalam air. Penggunaannya baik dalam bidang kimia maupun biokimia (Barriga, 2001).



Gambar 2.2. Rumus Struktur Dasar TEMPO (Lebedev, 1960).

2.4.2 Kegunaan TEMPO

TEMPO pada umumnya digunakan sebagai penanda sebuah radikal, sebagai penyelidik suatu struktur untuk sistem biologi dalam penyambungannya dengan menggunakan spektroskopi resonansi spin elektron, sebagai reagent untuk sintesis dalam kimia organik, dan sebagai mediator dalam pengawasan polimerisasi radikal (Montanari, 2005). TEMPO secara luas digunakan dalam oksidasi dari beberapa gugus fungsi (Yamaguchi *et al*, 1990).

Terutama digunakan dalam oksidasi gugus alkohol primer dan gugus alkohol sekunder, dimana gugus alkohol tersebut akan diubah menjadi gugus aldehid dan kemudian diubah lagi menjadi gugus karboksilat. TEMPO juga dapat digunakan sebagai katalis dan oksidasi yang selektif terhadap gugus hidroksil primer menjadi aldehid dalam media cair. TEMPO digunakan sebagai pengoksidasi, dimana gugus OH primer akan dioksidasi menjadi gugus aldehid dengan ion nitrosonium yang dihasilkan dari TEMPO sebagai oksidant utama (De Nooy *et al*, 1996).

2.4.3 Oksidasi Selulosa

Dalam selulosa ada beberapa hal yang membuat selulosa terdegradasi, yaitu : degradasi oleh oksidator, degradasi oleh hidrolisa asam dan degradasi oleh panas.

1. degradasi oleh oksidator

senyawa oksidator sangat mudah mendegradasi selulosa menjadi molekul-molekul yang lebih kecil yang disebut oxyselulosa. Hal ini terjadi tergantung dari oksidator dan kondisinya, antara lain: NO_2 sebagai pengoksidasi gugus hidroksil primer dari selulosa menjadi karboksil. Oksidasi ini tidak akan memecah rantai selulosa kecuali jika terdapat alkali, Cl_2 sebagai pengoksidasi gugus karboksil dan aldehid. Oksidasi karboksil menjadi CO_2 dan H_2O , sedangkan oksidasi aldehid menjadi karboksil dan bila oksidasi diteruskan akan menjadi CO_2 dan H_2O dan ClO_3 akan menghasilkan oksidasi selulosa yang mengandung persentase gugus hidroksil tinggi pada kondisi netral atau alkali.

2. Degrasi oleh hidrolisa asam

Terjadi pada temperatur yang cukup tinggi dan berada pada media asam dalam waktu yang cukup lama. Akibat dari degradasi ini adalah terjadinya reaksi yaitu selulosa terhidrolisa menjadi selulosa dengan berat molekul yang rendah.

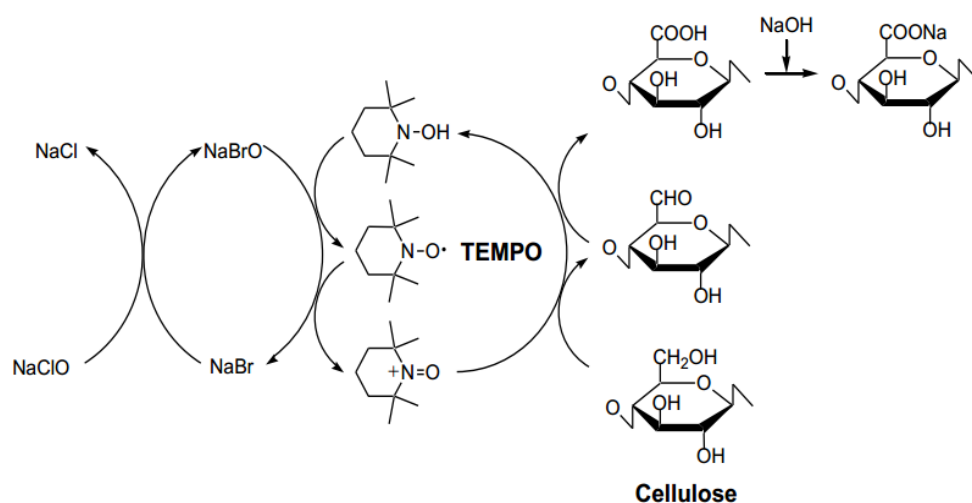
3. Degradasi oleh panas

Serat selulosa akan terdegradasi pada pemanasan dengan temperatur kurang lebih 100°C akan menghilangkan kemampuan mengembang sekitar 50% dan pemanasan di atas 20°C dan dalam waktu yang lama akan mengakibatkan serat-serat selulosa kehilangan strukturnya secara total (Solechudin dan Wibisono, 2002).

2.4.4 Oksidasi TEMPO

Tempo sebagai media oksidasi selulosa pada kondisi alkali digambarkan pada 2.3 dimana tempo secara analogi larut dalam air, umumnya mampu dan stabil dengan radikal nitrosil. Secara khusus de Nooy pertama kali mengaplikasikan TEMPO sebagai media pengoksidasi terhadap polisakrida yang larut dalam air seperti pati, amilodekstrin, pullulan untuk perubahan struktur secara regioselektif pada atom C6 primer gugus hidroksil menjadi gugus karboksilat (De Nooy *et al*, 1996). Dalam sistem ini, sejumlah katalitik dari TEMPO dan Natrium Bromida dilarutkan dalam larutan polisakarida pada pH 10-11 dan proses oksidasi dimulai ketika penambahan larutan Natrium Hipoklorit sebagai oksidant utama (Bailey *et al*, 2007).

Berbagai jenis TEMPO yang digunakan sebagai mediasi proses reaksi oksidasi baik mono, oligo maupun polisakarida untuk perubahan bentuk struktur secara regioselektif pada hidroksi primer menjadi gugus karboksilat yang telah ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Skema TEMPO sebagai media oksidasi selulosa pada kondisi alkali (De Nooy *et al*, 1996).

Selama proses oksidasi, adanya gugus alkohol primer pada permukaan selulosa lebih selektif untuk dioksidasi menjadi gugus karboksilat. Hal ini disebabkan adanya gaya elektrostatik yang kuat, sehingga memudahkan proses penguraian selulosa menjadi serat selulosa dan oksidasi pada gugus alkohol akan mempercepat pelarutan bagian amorf dan memperbaiki bagian kristal (Okita *et al*, 2009).

2.5 Nanoteknologi

Nanoteknologi adalah pemahaman dan penguasaan materi pada dimensi sekitar 0,2–100 nm, yang akan memungkinkan adanya aplikasi baru. Nanoteknologi melibatkan pencitraan, pengukuran, pemodelan, dan memanipulasi materi pada skala panjang. Nanomaterial berasal dari biomaterial terbarukan, terutama selulosa dan lignoselulosa, yang berperan besar dalam upaya nanoteknologi. Untuk memanfaatkan potensi material ini, harus dilakukan penentuan sifat nanoselulosa dan nano-lignoselulosa, serta mengembangkan teknologi untuk memproduksi material tersebut (Gardner, 2008).

Nanoteknologi atau nanosains adalah ilmu pengetahuan dan teknologi pada skala nanometer, atau sepermilyar meter. Nanoteknologi merupakan suatu teknologi yang dihasilkan dari pemanfaatan sifat-sifat molekul atau struktur atom

apabila berukuran nanometer. Jadi apabila molekul atau struktur dapat dibuat dalam ukuran nanometer maka akan dihasilkan sifat-sifat baru yang luar biasa. Sifat-sifat baru inilah yang dimanfaatkan untuk keperluan teknologi sehingga teknologi ini disebut nanoteknologi (Mustar, 2011).

Skala nano tersebut menyebabkan munculnya struktur baru yang memiliki sifat fisika, kimia dan biologi dengan karakteristik yang berbeda dibandingkan dengan ukuran yang lebih besar (Ramsden, 2011). Sesuai dengan namanya, Secara prinsip ilmiah, material nano memiliki sifat-sifat antara lain: lebih kuat, ringan, isolasi termal yang baik, berpori dan tahan terhadap korosi (Anggraita, 2006). Nanoteknologi umumnya bersifat objektif seperti teknologi nanoserat yang dapat dibuat menjadi material dalam bentuk serat yang berukuran nano dan untuk mencapai kegunaan yang lebih baik. Dengan kombinasi dari permukaan yang spesifik, fleksibilitas dan kekuatan yang unggul menjadikan suatu serat lebih bagus dibuat sebagai materi menjadikan bagian luar struktur lebih kuat yang dapat diaplikasikan pada suatu pakaian (Reneker, 1996).

2.6 Nanokristal dan Nanoserat

2.6.1 Nanokristal

Nanokristal selulosa adalah nanopartikel kristalin terbuat dari selulosa biasanya mempunyai lebar 2-6 nm dan panjang ratusan nanometer. Nanokristal selulosa dapat diproduksi dengan menghidrolisis bagian yang amorf dari daerah selulosa dan meninggalkan kristal yang berbentuk utuh. Asam kuat seperti asam sulfat, asam nitrat dan asam klorida telah digunakan untuk selektif menghidrolisis bentuk yang amorf dari selulosa. Kondisi yang optimal adalah metode hidrolisis dengan menggunakan asam sulfat untuk mempersiapkan individual kristalin (Rong, 2011).

Nanokristal selulosa adalah suatu material yang dapat diperbarui dalam banyak aplikasi berbeda, seperti dalam bidang kimia, makanan, farmasi, dan lain-lain. Modifikasi nanokristal selulosa, berbagai fungsi nanomaterial dikaitkan dengan fisika, kimia, biologi. Nanokristal selulosa diperoleh dari proses hidrolisis

menggunakan asam dari alfa selulosa, dan proses isolasi nanokristal selulosa memiliki banyak peninjauan, seperti dimensi skala nano, tinggi kekuatan spesifik dan modulus, dan tinggi daerah permukaan (Habibi *et al*, 2010).

2.6.2 Nanoserat

Pada perkembangan penelitian tentang nanoserat, dimana didefinisikan serat itu yang berukuran nano <100 nm atau serat yang berukuran mikron dengan dimensi nano yang bersilangan pada bagian strukturnya. Nanoserat memiliki area permukaan yang sangat luas dan kadang-kadang memiliki sifat yang berbeda dengan material lainnya. Adapun nanoserat selulosa yang teroksidasi TEMPO yaitu sebuah nanoserat baru yang dimana memiliki keuntungan yang besar, diantaranya ukuran diameter yang kecil, kristalinitas yang tinggi dan bioproduktivitas dengan proses pembuatannya yang ramah lingkungan (Fukuzumi, 2009).

Nanoserat selulosa merupakan serat yang sangat tipis; sebagai contoh, ketebalan nanoserat yang terkandung dalam sel kayu adalah 3-4 nm. Struktur karakteristik mereka memungkinkan mereka untuk digunakan dalam aplikasi baru seperti nanomaterial penguat pada plastik (Yano *et al*, 2005), sistem pengiriman (delivery) obat (Roman *et al*, 2009), biosensor (Zhang *et al*, 2010), dan pengemasan (de Azeredo, 2009).

Nanoserat selulosa telah bertambah penting karena sifat karakteristik unik mereka seperti permukaan yang sangat besar terhadap volume, luas permukaan yang tinggi, sifat mekanik yang baik termasuk modulus Young yang tinggi, kekuatan tarik yang tinggi (Hitoshi *et al*, 2007 and Said *et al*, 2005), dan koefisien ekspansi termal yang sangat rendah (Nishino *et al*, 2004).

2.7 Karakterisasi

2.7.1 Transmission Electron Microscopy (TEM)

Transmission electron microscopy (TEM) merupakan alat karakterisasi yang penting untuk mendapatkan gambar nanomaterial, dimana dapat diperoleh ukuran kuantitatif partikel atau ukuran butiran, distribusi ukuran, dan morfologi. Pada

analisa TEM elektron lebih digunakan daripada cahaya untuk menyinari sampel. Pencitraan TEM memiliki resolusi yang lebih tinggi secara signifikan dibandingkan teknik pencitraan berbasis cahaya. Amplitudo dan variasi fase pada berkas transmisi memberikan kontras pencitraan yang merupakan fungsi ketebalan dan material sampel.

Ketika elektron ditransmisikan pada spesimen tipis tanpa adanya interaksi dalam spesimen, maka berkas elektron ini dikatakan mengalami transmisi. Transmisi elektron berbanding terbalik dengan ketebalan spesimen. Bidang spesimen yang lebih tebal akan mengalami transmisi elektron lebih sedikit sehingga akan terlihat lebih gelap, sebaliknya daerah tipis akan mengalami lebih banyak transmisi elektron, sehingga akan terlihat lebih terang. Semua elektron memiliki energi yang sama dan memasuki spesimen secara normal ke permukaannya selebaran elektron ini dapat disusun menggunakan lensa magnetik untuk membentuk pola bintang-bintang; masing-masing bintang sesuai dengan jarak atom tertentu. Pola ini kemudian dapat menghasilkan informasi mengenai orientasi, susunan atom, dan fase pada bidang yang diperiksa (Voutou, 2008).

Difraksi elektron biasanya diselesaikan dengan memakai mikroskop elektron transmisi yang diset dalam difraksi. Pola difraksi diproyeksikan di atas layar mikroskop. Sampel-sampel polimer harus sangat tipis dalam beberapa ratus satuan amstrong. Sebagaimana dengan difraksi sinar-x, informasi yang dikumpulkan oleh difraksi elektron mesti mempergunakan morfologi dimensi kristal, derajat kekristalan, dan lain-lain.

Keuntungan utama dari difraksi elektron adalah bahwa (1) pengukuran difraksi dan transmisi sekaligus menjadi mungkin dalam satu sampel, (2) syarat-syarat ukuran sampel sangat kecil, dan (3) intensitas difraksi dan jumlah refleksi jauh lebih tinggi. Kekurangannya adalah bahwa elektron-elektron bisa menimbulkan reaksi-reaksi radikal bebas (misalnya, pengguntingan rantai, ikat silang) dalam sampel tersebut.

Ketika mikroskop elektron dioperasikan dalam mikroskop elektron transmisi, merupakan hal yang memungkinkan untuk memecahkan sifat-sifat morfologis seperti kristal-kristal tunggal polimer dengan resolusi dalam daerah sampai 5 amstrong pada pembesaran 200.000 sampai 500.000. pencitraan yang bagus dengan menggunakan TEM bergantung pada kontras sampel relatif terhadap latar (Steven, 2001).

2.7.2 *Fourier Transform Infra-Red (FT-IR)*

Dalam teknik spektroskopi inframerah, sampel molekul disinari dengan radiasi inframerah dengan bilangan gelombang tertentu. Beberapa bilangan gelombang radiasi yang sesuai dengan frekuensi vibrasi akan diserap dan radiasi yang diteruskan diamati dengan suatu detektor fotolistrik (Wirjosentono, 1995). Hampir semua molekul menyerap sinar inframerah, dan masing-masing molekul hanya menyerap sinar inframerah pada frekuensi tertentu. Hal ini menunjukkan karakteristik khas untuk setiap molekul. Masing-masing jenis molekul hanya menyerap pada frekuensi tertentu dan akan terbentuk pola spektrum absorpsi yang khas atau sidik jari pada spektrum inframerah.

Shimadzu telah merilis berbagai sistem FTIR membuat resolusi tinggi dan sensitivitas tinggi dan berbagai instrumen terkait, seperti unit mikroskop inframerah, untuk memfasilitasi otomatisasi. Teknik spektroskopi IR banyak digunakan dalam tahap karakterisasi selulosa karena metode ini relatif mudah dan dapat memberikan informasi awal tentang komposisi kimia, konformasi molekular serta pola ikatan hidrogen (Silverio, 2012).

Kelebihan-kelebihan dari FT-IR mencakup ukuran sampel yang kecil, perkembangan spektrum yang cepat, dan dilengkapi komputer yang terdedikasi sehingga memiliki kemampuan untuk menyimpan dan memanipulasi spektrum. FT-IR telah membawa tingkat keserbagunaan yang lebih besar dalam penelitian-penelitian struktur polimer karena spektrum-spektrum bisa di-*scan*, disimpan dan ditransformasikan dalam hitungan detik, teknik ini akan memudahkan penelitian reaksi-reaksi polimer seperti degradasi dan ikat silang (Stevens, 2001).

2.7.3 Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA dipakai terutama untuk menetapkan stabilitas panas polimer-polimer. Metode TGA paling banyak dipakai yang berdasarkan pada pengukuran berat yang kontinu terhadap suatu neraca sensitif (disebut *neraca panas*) ketika suatu sampel dinaikkan dalam udara atau dalam suatu atmosfer yang inert. TGA ini dinyatakan sebagai *TGA non isothermal*. Data dicatat sebagai termogram berat versus temperatur. Hilangnya berat bisa timbul dari evaporasi lembab yang tersisa atau pelarut, tetapi pada suhu-suhu yang lebih tinggi terjadi dari terurainya polimer (Stevens, 2001).

Thermogravimetry ditentukan dari berat bahan yang hilang melalui DSA dan DSC yang akan ditunjukkan sebagai suatu reaksi endotermik atau eksotermik ketika dekomposisi terjadi. Analisis termal memiliki beberapa bagian penting dalam prosesnya:

- a. Data termal dipengaruhi oleh panas yang spesifik, konduktivitas termal, panas peleburan, dan kebanyakan dari titik lebur dari logam murni seperti Au, Pb, Sn, dan lain-lain sering digunakan sebagai standar untuk kalibrasi data dalam bentuk DSA/DSC.
- b. Perubahan fase solid-fase liquid (seperti titik lebur) atau fase liquid-fase uap (titik didih).
- c. Perubahan struktur transisi solid-solid dimana terjadi perubahan struktur yang berupa reaksi endotermik/eksotermik.
- d. Stabilitas termal untuk material atau bahan polimer.
- e. Dekomposisi termal, termogravimetri digunakan untuk pembelajaran stoikiometri dari dekomposisi termal dari sampel.
- f. Analisis kualitatif (identifikasi).
- g. Pengendalian kualitas yang berkaitan dengan kemurnian. Metode analisis termal disini digunakan untuk mengidentifikasi kemurnian dari sampel atau bahan (Dodd, 1987).