

BAB 3
METODE PENELITIAN

3.1 Alat Penelitian

Nama Alat	Merek
Alat-alat gelas	Pyrex
Neraca analitis	Ohaus
Termometer	Fisher
Hot plate	Cimarec
Oven	Carbolite
Statif dan klem	
Magnetic stirer	
Alumunium Oil	
pH meter	
pH universal	Sartorius
Seperangkat alat FTIR	Shimadzu
Seperangkat alat TEM	JEOL
Seperangkat alat TGA	Shimadzu

3.2 Bahan Penelitian

Bahan	Merek
Tandan Kosong Sawit	
HNO _{3(p)}	Merck
NaNO ₂	Merck
NaOH	Merck
Na ₂ SO ₃	Merck
NaOCl _(p)	Merck
H ₂ O _{2(p)}	Merck
Aquadest	
NaBr	Merck
TEMPO	Merck

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pembuatan Larutan untuk isolasi α -Selulosa

- a. Larutan HNO₃ 3,5%
Sebanyak 54,6 mL HNO₃ 65% ditambahkan 10 mg NaNO₂ lalu diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL hingga garis batas, dihomogenkan.
- b. Larutan NaOH 2%
Sebanyak 10 g NaOH dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 500 mL hingga garis batas, dihomogenkan.
- c. Larutan Na₂SO₃ 2%
Sebanyak 10 g Na₂SO₃ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 500 mL hingga garis batas, dihomogenkan.
- d. Larutan NaOH 17,5%
Sebanyak 87,5 g NaOH pellet dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 500 mL hingga garis batas, dihomogenkan.
- e. Larutan NaOCl 1,75%
Sebanyak 73 mL NaOCl 12% diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 500 mL hingga garis batas, dihomogenkan.
- f. Larutan H₂O₂ 10%
Sebanyak 167 mL H₂O₂ 30% diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 500 mL hingga garis batas, dihomogenkan.

3.3.2 Penyiapan Serat Tandan Kosong Sawit

TKS dicuci dengan air hingga bersih, kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari sampai kering dan dipotong kecil-kecil.

3.3.3 Isolasi α -Selulosa dari Tandan Kosong Sawit

Sebanyak 75 g TKS yang telah dihaluskan dimasukkan ke dalam beaker glass, kemudian ditambahkan 1 L campuran yang berisi HNO₃ 3,5% dan 10 mg NaNO₂, dipanaskan di atas hot plate pada suhu 90°C selama 2 jam. Setelah itu

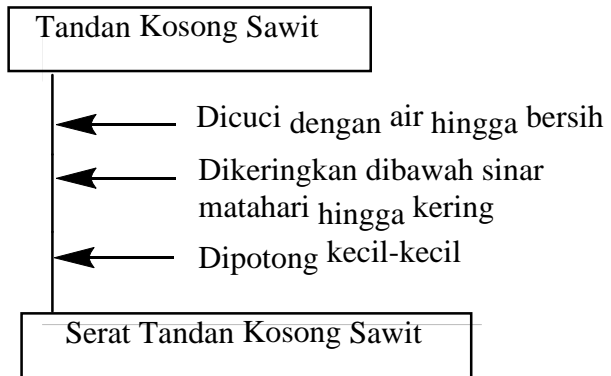
disaring dan ampas dicuci hingga filtrat netral. Selanjutnya didigesti dengan 750 mL larutan yang mengandung NaOH 2% dan Na₂SO₃ 2% pada suhu 50°C selama 1 jam. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai netral. Selanjutnya dilakukan pemutihan dengan 250 mL larutan NaOCl 1,75% pada suhu 70°C selama 0,5 jam. Kemudian disaring dan ampas dicuci sampai pH filtrat netral. Setelah itu dilakukan pemurnian α -selulosa dari sampel dengan 500 mL larutan NaOH 17,5% pada suhu 80°C selama 0,5 jam. Kemudian disaring, dicuci hingga filtrat netral. Dilanjutkan pemutihan dengan H₂O₂ 10% pada suhu 60°C dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C. Kemudian disimpan dalam desikator (Ohwoavworhua, 2005).

3.3.4 Isolasi Nanoserat Selulosa dari α -Selulosa

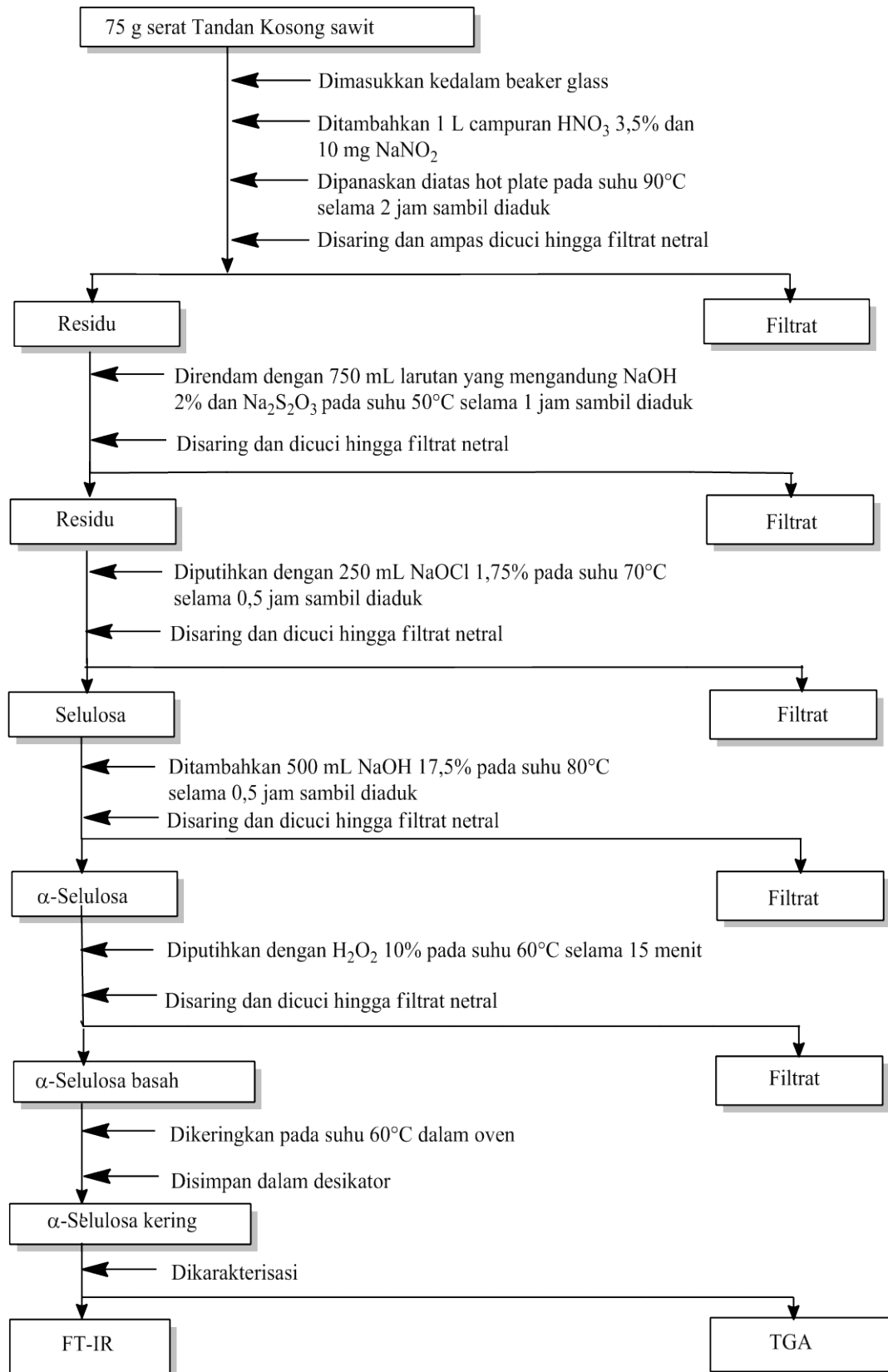
Sebanyak 4 g α -Selulosa dimasukkan ke dalam beaker glass yang berisi 300 mL aquadest, kemudian ditambahkan NaBr sebanyak 2 g, ditambahkan NaOCl 12% sebanyak 12,5 mL, selanjutnya ditambahkan TEMPO sebanyak 0,07 g, dibiarkan beberapa menit hingga terbentuk suspensi. Dilakukan pengadukan selama 2,5 jam pada suhu kamar (25°C) dan diukur pH 10,5. pH disesuaikan dengan menambahkan larutan NaOH 2% secukupnya, kemudian dilakukan penyaringan. Diperoleh filtrat dan residu, filtrat dibuang dan residu ditambahkan aquadest sebanyak 500 mL, selanjutnya dihomogenisasi selama 6 menit dengan kecepatan 8000 rpm kemudian diultrasonikasi selama 4 menit, dan selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 8400 rpm selama 10 menit, setelah itu diperoleh nanoserat selulosa.

3.4 Bagan Penelitian

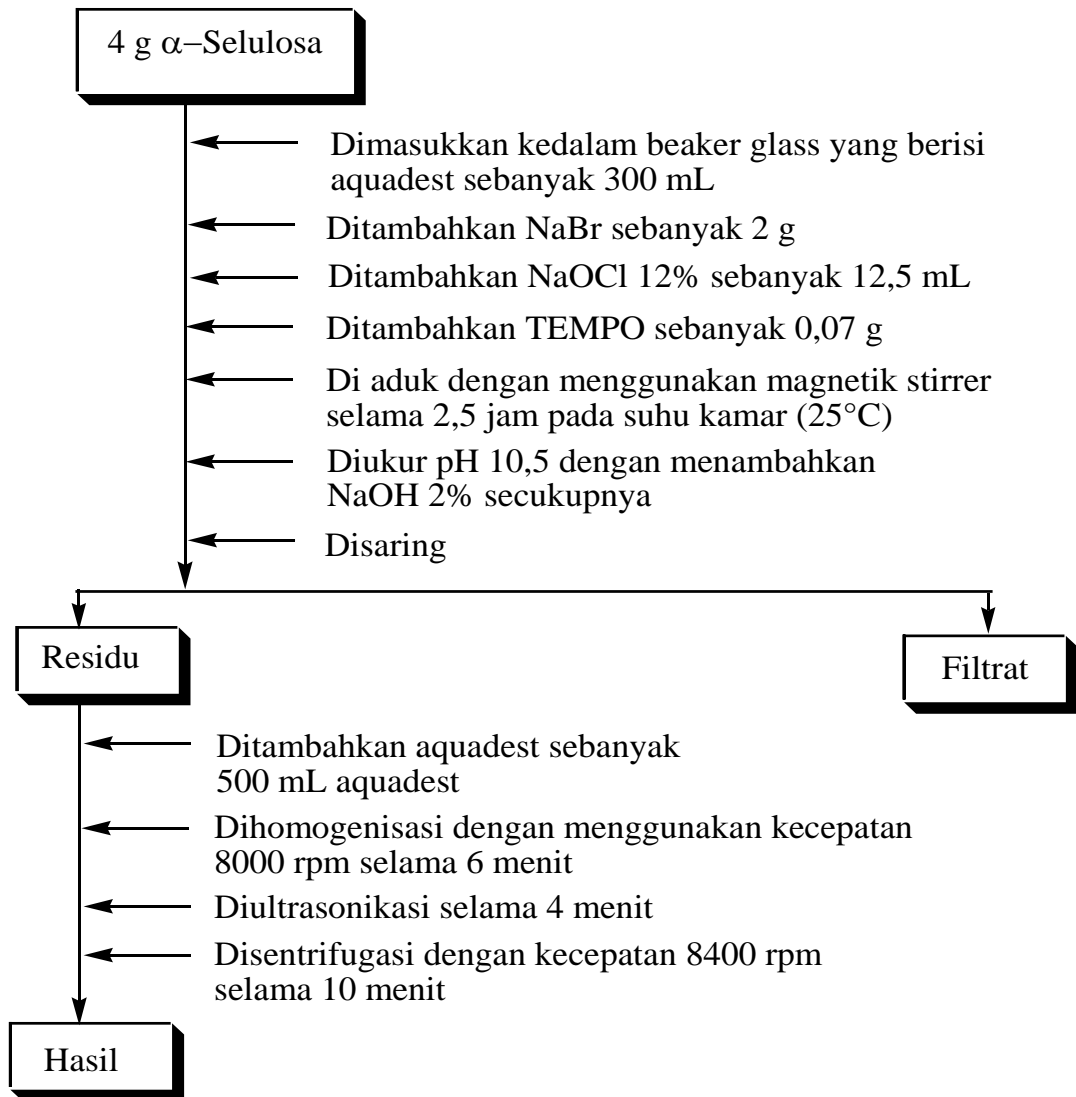
3.4.1 Preparasi Serat Tandan Kosong Sawit



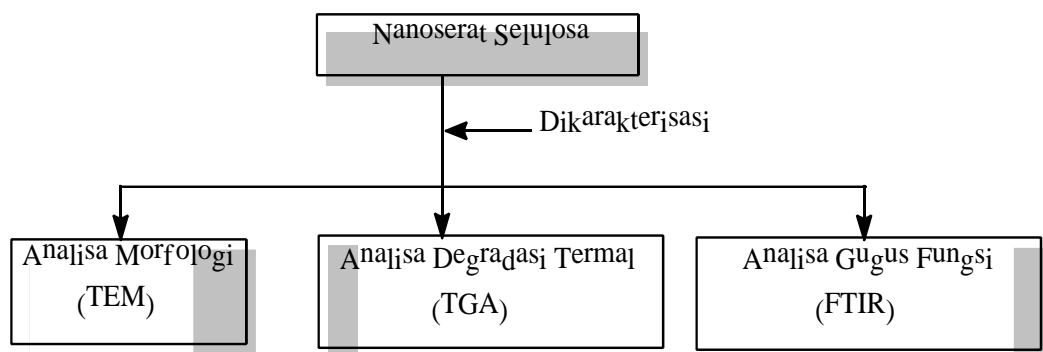
3.4.2 Isolasi α -Selulosa dari Tandan Kosong Sawit



3.4.3 Isolasi Nanoserat selulosa dari α -selulosa



3.4.4 Karakterisasi Nanoserat Selulosa



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil

4.1.1 α -selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS)

α -selulosa yang dihasilkan dari TKS dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 α -Selulosa yang Diisolasi dari TKS

α -selulosa yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan FT-IR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada selulosa dan analisis *Thermogravimetric Analysis* (TGA) untuk mengetahui ketahanan termal selulosa yang diperoleh dari hasil penelitian.

4.1.2 Nanoserat selulosa dari α -selulosa

Nanoserat selulosa yang diisolasi dari α -selulosa berupa serat halus, dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Nanoserat Selulosa yang Diisolasi dari α -Selulosa

Nanoserat selulosa yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan FT-IR untuk mengidentifikasi gugus fungsi, analisa *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk mengetahui ukuran partikel dan analisa *Thermogravimetric Analysis* (TGA) untuk mengetahui ketahanan termal selulosa yang diperoleh dari hasil penelitian.

4.2 Pembahasan

4.2.1 Proses isolasi α -selulosa dari Tandan Kosong Sawit

Sebelum proses isolasi, TKS terlebih dahulu dicuci dengan air bersih, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari hingga bebas air. Setelah itu dipotong kecil-kecil hingga serabut halus. Selanjutnya tahapan isolasi α -selulosa yaitu delignifikasi dengan menggunakan campuran HNO_3 3,5% dan NaNO_2 kemudian dinetralkan. Pada pencampuran ini menyebabkan tandan kosong sawit kehilangan sebagian zatnya, meninggalkan sisa padat dan berserat yang dinamakan selulosa. Proses yang kedua yaitu pulping atau pembuburan ditambahkan campuran NaOH

2% dan Na_2SO_3 2% dengan perbandingan 2:1. Warna dari hasil delignifikasi ini adalah putih kekuningan sampai putih kecoklatan kemudian disaring dan dicuci hingga netral. Untuk menghilangkan warna coklat dari selulosa maka dilakukan pemutihan dengan NaOCl 1,75%. Ion hipoklorit merupakan oksidan kuat yang mampu memecah ikatan eter dalam struktur lignin, akibatnya derajat putih pulp naik secara cepat. Agar α -selulosa yang dihasilkan benar-benar murni, maka dilakukan penambahan dengan NaOH 17,5% untuk menghilangkan β -selulosa, dimana β -selulosa akan larut dalam NaOH 17,5% kemudian disaring dan dinetralkan. Hasil dari penambahan ini pulp kembali menjadi kuning kecoklatan. Untuk menghilangkan warna coklat dari α -selulosa maka dilakukan pemutihan dengan menggunakan H_2O_2 10%. α -selulosa yang dihasilkan dari proses ini memiliki bentuk berupa pulp yang berwarna putih yang kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C selama 4 jam.

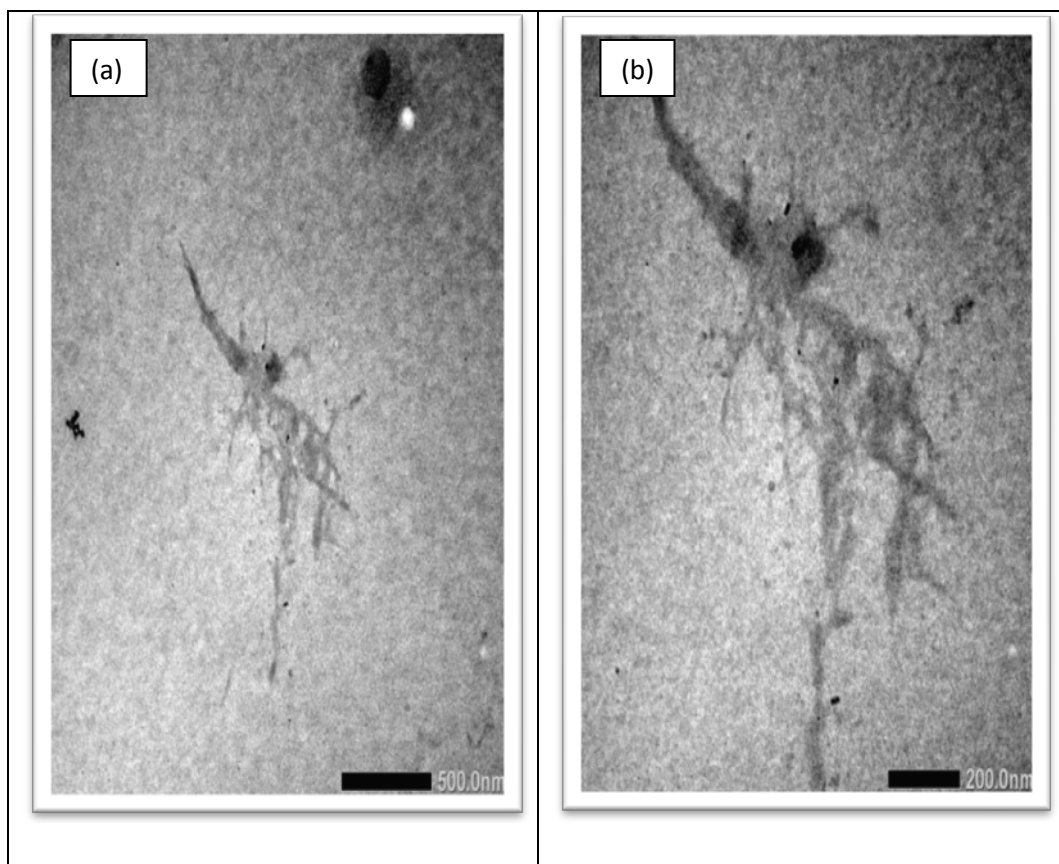
4.2.2 Proses isolasi nanoserat selulosa dari α -selulosa

Prosesnya terdapat beberapa tahap: tahap pertama yaitu oksidasi selulosa dengan TEMPO/ NaBr / NaOCl dimana perlakuannya selulosa dimasukkan kedalam beaker glass yang berisi aquadest, kemudian ditambahkan NaBr , ditambahkan NaOCl 12%, selanjutnya ditambahkan TEMPO dan dibiarkan beberapa menit hingga terbentuk suspensi, dimana pada tahap ini selulosa akan dioksidasi pada atom C6 primer. Kemudian gugus hidroksil akan dioksidasi menjadi gugus karboksilat, reaksinya dapat dilihat Gambar 2.3. Kemudian dilakukan pengadukan selama 2,5 jam pada suhu kamar (25°C) dan diukur pH 10,5. pH diatur dengan menambahkan larutan NaOH 2%. Penambahan NaOH disini berfungsi untuk menjaga pH tetap konstant. kemudian dilakukan penyaringan. Diperoleh filtrat dan residu, filtrat dibuang dan kemudian residu ditambahkan aquadest, dihomogenisasi selama 6 menit dengan kecepatan 8000 rpm kemudian diultrasonikasi selama 4 menit, pada perlakuan mekanik ini bertujuan untuk memecah rantai selulosa menjadi serat selulosa yang lebih kecil atau serat selulosa berukuran nano dan selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 8400 rpm selama 10 menit yang bertujuan untuk mengendapkan nanoserat yang dihasilkan setelah itu diperoleh nanoserat selulosa.

4.3 Karakterisasi

4.3.1 Analisa Ukuran Partikel dengan TEM

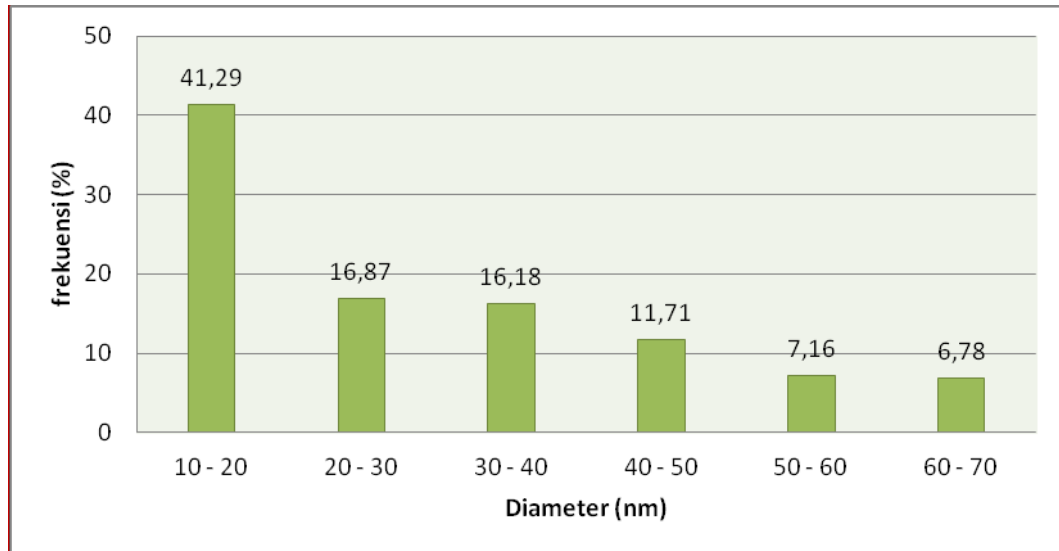
Analisis TEM bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel dari suatu sampel. Penggunaan teknik ini dilakukan dengan kecepatan arus 80 kV, sampel dalam bentuk suspensi selulosa kira-kira 8 μ L dari 0,01 % sampel diletakkan diatas permukaan lapisan tembaga yang bersih, kemudian ditambahkan larutan asam fosfat 3% selama 2 menit dan dikeringkan pada suhu kamar. Hasil analisa *Transmission Electron Microscopy* (TEM) dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil Analisa Ukuran Partikel dengan TEM

Dari hasil TEM yang diperoleh pada Gambar 4.3 (a) Skala perbesaran nanoserat selulosa 10000x dan pada Gambar 4.3 (b) Skala perbesaran 20000x. Nanoserat selulosa yang diukur berdiameter antara 11-69 nm dan rata-rata diameter dari nanoserat yang diperoleh yaitu 11,067 nm. Sehingga dari hasil pengukuran dengan TEM menunjukkan bahwa nanoserat selulosa telah berhasil diisolasi dari Tandan Kosong Sawit (TKS). Hasil pengukuran diameter nanoserat selulosa

dianalisa dengan menggunakan aplikasi *imageJ*, distribusi pengukurannya dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Distribusi Diameter Nanoserat dari Tandan Kosong Sawit

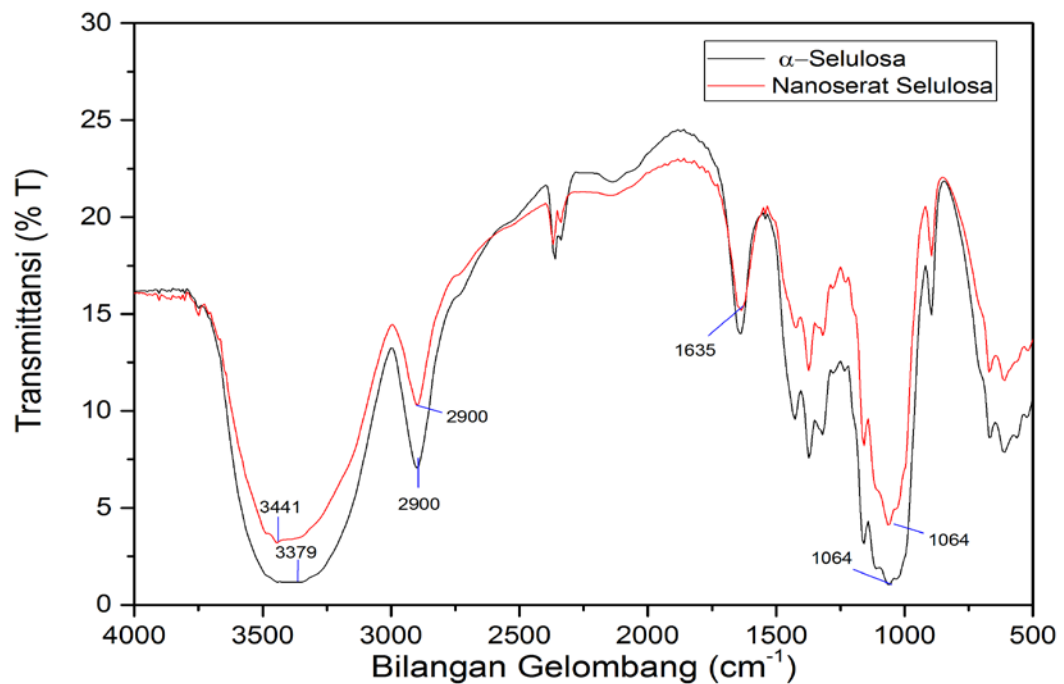
4.3.2 Analisa Gugus Fungsi dengan menggunakan FT-IR

Analisa gugus fungsi dengan FT-IR dilakukan dengan menggunakan alat Shimadzu IR-Prestige-21. Sampel dipreparasi dalam bentuk bubuk (mull). Bubur diperiksa dalam sebuah film tipis yang diletakkan diantara lempengan-lempengan garam yang datar. Pengujian dilakukan dengan menjepit film hasil campuran pada tempat sampel. Kemudian film diletakkan pada alat ke arah sinar infrared. Hasilnya akan direkam kertas berkala berupa aluran kurva bilangan gelombang 4000-200 cm^{-1} terhadap intensitas. Sampel yang dianalisa yaitu α -selulosa dan nanoserat selulosa. Adapun Spektrum FTIR α -selulosa dan nanoserat selulosa yang diperoleh menunjukkan daerah serapan panjang gelombang yang hampir sama spektrum FTIR pembanding pada lampiran 1.

Tabel 4.1 Bilangan Gelombang FTIR α -Selulosa dan Nanoserat Selulosa

Gugus fungsi	α -Selulosa (cm^{-1})	Nanoserat selulosa (cm^{-1})	Daerah serapan (cm^{-1})
Uluran O-H	3379	3441	3650-3200
Uluran C-H	2900	2900	2950-2800
Uluran C-O-C	1064	1064	1400-1050

Hasil analisa FT-IR α -selulosa dan nanoserat selulosa dapat dilihat pada Gambar 4.5.

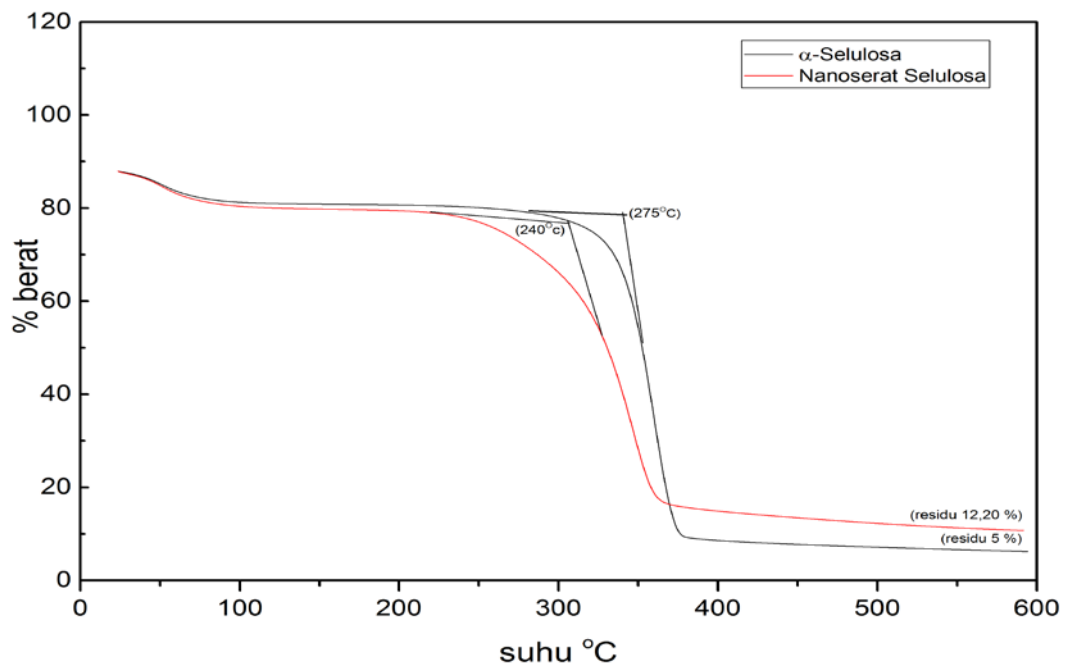


Gambar 4.5 FT-IR α -Selulosa dan Nanoserat Selulosa

Dari hasil analisa FTIR sampel α -selulosa dan nanoserat selulosa terlihat puncak pada daerah serapan 3379 cm^{-1} dan 3441 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus O-H dan pada daerah serapan 2900 cm^{-1} adanya gugus C-H, pada daerah serapan 1064 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-O-C dalam sampel yang berasal dari ikatan glikosida yang terdapat pada struktur senyawa α -selulosa dan nanoserat selulosa dan pada daerah serapan 1635 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus O-H yang berasal dari serapan air dengan beberapa campuran O-H dari gugus karboksilat.

4.3.3 Analisa Degradasi Termal dengan menggunakan TGA

Thermogravimetry analysis (TGA) bertujuan untuk mengetahui stabilitas termal dari α -selulosa dan nanoserat selulosa. Penggunaan teknik ini dilakukan dalam kondisi atmosfer lembab yang mengandung gas nitrogen dengan laju pemanasan $10^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ pada rentang suhu 0°C sampai 600°C . Dari kedua sampel memiliki perbedaan, yang mana α -selulosa mulai terdegradasi pada suhu 275°C dan nanoserat selulosa mulai terdegradasi pada suhu 240°C . Meskipun stabilitas termal nanoserat selulosa lebih rendah, namun dihasilkan % residu yang lebih tinggi yaitu 12,20% dibandingkan % residu α -selulosa yang lebih rendah yaitu 5%. Hasil analisa TGA dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Kurva TGA α -Selulosa dan Nanoserat Selulosa

Dari Gambar kurva diatas nanoserat terdekomposisi lebih awal, hal ini diakibatkan karena terjadinya reaksi penguapan air pada suhu rendah dan adanya gugus karboksilat pada permukaan nanoserat selulosa selama proses media oksidasi TEMPO sesuai dengan data FT-IR yaitu adanya gugus O-H dari gugus karboksilat yang terdapat pada nanoserat selulosa sehingga stabilitas termalnya menurun serta banyaknya rantai tunggal yang terdapat pada nanoserat selulosa menyebabkan senyawa ini terdekomposisi pada suhu yang rendah sehingga menyebabkan jumlah residu meningkat.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang dilakukan, dapat diambil kesimpulan:

1. α -Selulosa dari tandan kosong sawit dapat diisolasi menjadi nanoserat selulosa dengan metode TEMPO.
2. Ukuran diameter nanoserat yang diperoleh yaitu 11,067 nm.
3. Hasil analisa TEM menunjukkan diameter nanoserat selulosa yang diperoleh yaitu antara 11-69 nm. Hasil TGA menunjukkan bahwa α -selulosa mulai terdegradasi pada suhu 275°C dan nanoserat selulosa mulai terdegradasi pada suhu 240°C. Hasil analisa FT-IR dari α -selulosa dan nanoserat selulosa terlihat puncak 3379 cm^{-1} dan 3441 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus O-H, pada puncak 2900 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-H dan pada puncak 1064 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-O-C dalam sampel yang berasal dari ikatan glikosida yang terdapat pada struktur senyawa α -selulosa dan nanoserat selulosa.

5.2 Saran

1. Disarankan bagi peneliti selanjutnya agar menggunakan waktu proses perlakuan mekanik untuk menghasilkan nanoserat yang lebih bagus.
2. Disarankan bagi peneliti selanjutnya agar menggunakan uji kristalinitas untuk memperoleh persen kristalinitas dari nanoserat yang dihasilkan.