PEMBUATAN MIKROKRISTAL SELULOSA DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT

(Skripsi)

Oleh

MUHAMMAD ANDRI NOSYA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2016

ABSTRAK

PEMBUATAN MIKROKRISTAL SELULOSA DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT

Oleh

Muhammad Andri Nosya

Pada penelitian ini telah dilakukan pembuatan mikrokristal selulosa dari selulosa tandan kosong kelapa sawit. Metode yang dilakukan adalah hidrolisis asam. Variasi yang digunakan yaitu konsentrasi HCl 2N, 2,5N, dan 3 N. Analisis yang digunakan antara lain *SEM, DTA-TGA* dan *PSA* telah dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Unila dan *FT-IR, XRD* di UGM. Hasil Serapan *FTIR* mikrokristal selulosa pada bilangan gelombang 3348,42-3441,01 cm^{-1} merupakan indikasi adanya serapan OH pada selulosa. Morfologi permukaan mikrokristal selulosa terlihat semakin kecil dan terpisah seiring semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan. Derivatogram DTG pada 350°C menunjukkan degradasi mikrokristal selulosa sebesar 1,41 mg/min. Termogram DTA menunjukkan bahwa mikrokristal selulosa memiliki sifat endoterm pada suhu 61,7°C dan 329,8°C serta sifat eksoterm pada suhu 363,4°C. Termogram dekomposisi TGA pada suhu 115-420°C sebesar 70,7% mengindikasikan senyawa mikrokristal selulosa. Ukuran diameter rata-rata mikrokristal selulosa terbaik yang diperoleh adalah berdiameter 25,2 µm. Konsentrasi HCl optimum untuk memperoleh mikrokristal selulosa dengan tingkat kristalinitas tertinggi (61,6 %) adalah 3 N.

Kata Kunci: Tandan Kosong Kelapa Sawit, Selulosa, Mikrokristal Selulosa.

ABSTRACT

MAKING OF CELLULOSE MICROCRYSTALLINE BY EMPTY OIL PALM BUNCHES

By

Muhammad Andri Nosya

This study has been carried out the manufacture of cellulose microcrystalline by cellulose oil palm empty fruit bunches. The method used is acid hydrolysis. Variations were used that the concentration of HCl 2N, 2,5N, and 3 N. The analysis is SEM, DTA-TGA and PDAs have been carried out in the Laboratory of Integrated Biomass Unila and FT-IR, XRD at UGM. Results of microcrystalline cellulose FTIR absorption at wave number 3348.42 to 3441.01 cm^{-1} is indicative of uptake OH on cellulose. The surface morphology of cellulose microcrystalline looks smaller and separated as the higher the concentration of acid used. Derivatogram DTG on 350^0C showed degradation of microcrystalline cellulose of 1.41 mg / min. DTA thermogram showed that the microcrystalline cellulose has an endothermic properties at temperatures $61,7^0$C and $329,8^0$C and exothermic properties at temperatures $363,4^0$C. TGA thermogram decomposition at temperatures 115-420^0C 70.7% indicated microcrystalline cellulose compound. The average diameter size of microcrystalline cellulose is best obtained diameter of 25.2 lm. The optimum concentration of HCl to obtain microcrystalline cellulose with the highest degree of crystallinity (61.6%) is 3 N.

Keywords: oil palm empty bunches, cellulose, microcrystalline cellulose.

PEMBUATAN MIKROKRISTAL SELULOSA DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT

Oleh

Muhammad Andri Nosya

Skripsi

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS

Pada

Jurusan Kimia
Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam

FAKULTAS MATEMATIKA ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
KIMIA
2016

Judul Skripsi	:	**PEMBUATAN MIKROKRISTAL SELULOSA DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT**
Nama Mahasiswa	:	Muhammad Andri Nosya
No. Pokok Mahasiswa	:	1117011037
Jurusan	:	Kimia
Fakultas	:	Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

Ir. Suharto, M.T.
NIP 19660916 199403 1 001

2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

   Ketua : **Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T.** .....

   Sekretaris : **Ir. Suharto, M.T.** .....

   Penguji
   Bukan Pembimbing : **Andi Setiawan, Ph.D.** .....

2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Prof. Warsito, D.E.A., Ph.D.
NIP 19710212 199512 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **27 April 2016**

RIWAYAT HIDUP

Penulisan dilahirkan di Bandar Lampung pada tanggal 30 juli 1993, sebagai anak pertama dari empat bersaudara, dari Bapak Syafruddin dan Ibu Nonizar. Penulis mulai menempuh pendidikan di TK Al-Azhar 2 Bandar Lampung, selesai pada tahun 1999 dan melanjutkan pendidikan di SD Al-Kautsar dan lulus pada tahun 2005. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di SMP Negeri 28 Bandar Lampung dan lulus pada tahun 2008. Pada tahun yang sama penulis meneruskan pendidikan di SMA Negeri 14 Bandar Lampung dan lulus pada tahun 2011. Pendidikan penulis dilanjutkan di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung pada tahun 2011 melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN) Tertulis.

Pengalaman organisasi penulis dimulai sejak menjadi Kader Muda Himaki tahun 2011-2012. Penulis pernah menjadi Anggota Bidang Penerbitan Himaki FMIPA Unila tahun 2012-2013, Ketua Bidang Kaderisasi Natural FMIPA Unila tahun 2012-2013, dan Pimpinan Penelitian dan Pengembangan Natural FMIPA Unila tahun 2013-2014.

Atas rahmat Allah swt.. kupersembahankan karya sederhana ini teruntuk...

Mama dan Papa tercinta yang telah memberikan ribuan do'a, cinta, kasih sayang, dan bimbingan kepada ananda selama ini

Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T., Ir. Suharto, M.T dan semua Dosen Jurusan Kimia yang telah membimbing dan mendidik ananda selama menempuh pendidikan di kampus.

Keluarga Kimia 2011 yang telah memberikan dukungan dan motivasi kepada penulis.

Sebuah Renungan...

"Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman diantaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat"
(Q. S, Al-Mujaadilah; 11).

"Orang-orang yang sukses telah belajar membuat diri mereka melakukan hal yang harus dikerjakan ketika hal itu memang harus dikerjakan,
entah mereka menyukainya atau tidak"
(Aldus Huxley).

"Pikiran yang besar, sebagaimana pikiran yang dimiliki para pemimpin sejati, memiliki TUJUAN.
Sementara pikiran orang-orang biasa hanya memiliki angan-angan."
(Washington Irving)

SANWACANA

Alhamdulillah tsummal hamdulillah, segala puji hanya bagi Allah; Rabb semesta alam yang telah memberikan nikmat-Nya kepada penulis sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **PEMBUATAN MIKROKRISTAL SELULOSA DARI TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT**. Bacaan *Allahumma sholli wassallim wabaaruk 'alaihi* semoga tetap terlimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang memberikan syafa'atnya kepada seluruh umatnya di dunia dan di akhirat. Aamiin.

Teriring do'a yang tulus, penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T. selaku pembimbing I dan pembimbing akademik penulis yang telah sangat sabar membimbing, mendidik, dan mengarahkan penulis dengan kasih sayang yang tulus sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga barokah Allah selalu menyertai Beliau.
2. Bapak Ir. Suharto, M.T. selaku pembimbing II penulis yang telah membimbing penulis dengan penuh kesabaran dan keikhlasan sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan kebaikan.
3. Bapak Andi Setiawan, Ph.D. selaku pembahas penulis yang telah memberikan bimbingan, arahan, dan nasihat kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.

4. Bapak Prof. Warsito, Ph.D. selaku dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.
5. Bapak Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, M.T. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Unila dan seluruh Bapak/Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA Unila.
6. Mbak Wiwit, Pak Gani, Mbak Nora, Mbak Liza, Uni Kidas, Mas Nomo, dan Pak Man.
7. Terima Kasih sedalam-dalamnya kepada Mama Nonizar, S.E dan Papa Ir. Syafruddin Syateri yang telah membesarkan, merawat, dan mendidik penulis dengan segala cinta, kasih sayang, dan kesabaran yang tulus, serta Adik-adikku Dendi, Dina dan Darma yang telah memberikan semangat, dukungan, dan keceriaan kepada penulis, semoga barokah Allah selalu menyertai mereka.
8. Kakak-kakakku semua Mbak Rahmadya Teta Parasta, S.Si., Mbak Mardiyah, S.Si., Bang M. Nurul Fajri, Mbak Chyntia Gustiyanda Patraini, S.Si., Bang Rahmat Kurniawan, S.Si. yang telah memberikan arahan, wejangan, dan motivasi kepada penulis.
9. Partner penelitianku Ridho Nahrowi, Jelita Siahaan, dan Yulia Ningsih yang telah memberikan semangat dan dukungan kepada penulis, semoga Allah selalu memberikan kelancaran dan barokah kepada mereka.
10. Rekan kerja Laboratorium Kimia organik Junaidi Permana, dan Rio Febriyansah, semoga barokah Allah selalu menyertai mereka.
11. Spesial teruntuk sahabat terbaikku Yunia Hartina, S.Si yang selalu dengan sabar memberikan motivasi dan dukungan serta mengingatkan penulis dengan ketabahan hati apabila penulis melakukan kesalahan. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.
12. Spesial teruntuk sahabat karibku Ajis, Mardian, Sindi, dan Nopi yang selalu memberikan nasihat serta mengingatkan penulis dengan ketulusan hati dan kesabaran apabila penulis melakukan kesalahan. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.

13. Spesial juga untuk keluargaku tercinta kimia 2011 Ajeng Ayu Miranti, Ana Febrianti W., Anggino Saputra, Aprilia Isma Denila, Arik Irawan, Asti Nurul Aini, Ayu Berliana, Ayu Fitriani, Daniar Febriliani Pratiwi, Dewi Karlina, Dia Tamara, Endah Pratiwi, Eva Dewi N. S., Fatimah Milasari, Fatma Maharani, Febri Windy Asmoro, Frederica Geofanny T. S., Ivan Halomoan, J. Julianser Nicho, Jelita Purnamasari S., Lewi Puji Lestari, Lusi Meliyana, Mega Suci H., Melly Novita W., Melly Antika, M. Yusri Ahmadhani, Nico Mei Chandra, Nira Dwi Puspita, Pandegani Paratmadja, Ramos Vicher, Rina Wijayanti, Rio Wicaksono, Sanjaya Yudha G., Umi fadilah, Uswatun Hasanah, Vevi Aristiani, dan Yunia Hartina yang selalu memberikan keceriaan dan kasih sayang kepada penulis. Semoga Allah membalasnya dengan keberkahan.
14. Adik-adik bimbinganku Yepi Triapriani, Tazkia Nurul, Tiara Dewi Astuti, dan Deborah Jovita serta adik-adik penelitian Laboratorium Kimia Organik Ismi Khomsiah, Ajeng Wulandari, Susi Isnaini, Putri Ramadhona, Arif Nur Hidayat, Radius Uli Arta, dan Ayu S.
15. Seluruh mahasiswa kimia angkatan 2010, 2012, 2013, dan 2014.
16. Sobat-sobat Jeet Kune Do Lampung khususnya Sifu Dani yang selalu memotivasi, dan Kyai Baginda yang memberi nasehat-nasehat kepada penulis .
17. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Akhir kata, penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kekeliruan, semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat sebagaimana mestinya, Aamiin.

Bandar Lampung, April 2015
Penulis

Muhammad Andri Nosya

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI …….. i

DAFTAR GAMBAR …….. iii

DAFTAR TABEL iv

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang 1

B. Rumusan Masalah…….....…… 3

C. Tujuan Penelitian 4

D. Manfaat Penelitian……..... 4

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Data Perkebunan Kelapa Sawit..... 5

B. Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)..... 6

B.1. Selulosa 7

B.2. Hemiselulosa……..... 12

B.3. Lignin……..... 14

C. Pemanfaatan Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)..... 15

C.1. Pembuatan Papan Partikel 15

C.2. Pembuatan Bioetanol..... 16

C.3. Pulp 16

C.4. Mikrofibril Selulosa 16

C.5. Mikrokristal Selulosa 17

D. Mikrokristal Selulosa 17

E. Analisis Kuantitatif dan Kualitatif…….. 18

E.1. *FT-IR* (*Fourier Transform Infra-Red*)……. 18

E.2. *SEM* (*Scanning Electron Microscope*)..……. 20

E.3. *DTG/DTA/TGA* (*Differential Thermogravimetric Differential Thermal Analysis-Thermogravimetri Analize*)……..... 21

E.4. *PSA* (*Particle Size Analizer*)…..……..... 21

E.5. *XRD* (*X-ray Difractometer*) ……..…….. 22

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian……... .. 23

B. Alat dan Bahan 23

C. Prosedur..... 24

C.1. Preparasi Sampel 24

C.2. Delignifikasi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) 24

C.3. Penentuan Kadar α-selulosa dan Kadar lignin 25

C.4. Pembuatan Mikrokristal Selulosa dari α-selulosa 28

C.5. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif pada Mikrokristal Selulosa . 28

IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Preparasi Sampel…….. 29

B. Proses Delignifikasi TKKS……..…… 29

C. Penentuan Kadar α-selulosa dan Kadar lignin……..…… 31

D. Pembuatan Mikrokristal Selulosa dari α-selulosa……..……... 32

E. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif pada Mikrokristal Selulosa…..…... 33

E.1. *FT-IR* (*Fourier Transform Infra-Red*)…….…… 33

E.2. *SEM* (*Scanning Electron Microscope*) ……...…..…… 35

E.3. *DTA-TGA* (*Differential Thermal Analysis-Thermogravimetri Analize*) ……..…..…… 36

E.4. *PSA* (*Particle Size Analizer)* ……..…….…… 40

E.5. *XRD* (*X-ray Difractometer*) …….…… 43

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. Simpulan……..…..…… 45

B. Saran…….....……..…..…… 46

DAFTAR PUSTAKA

LAMPIRAN

DAFTAR TABEL

Tabel Halaman

1. Luas Areal Kelapa Sawit Indonesia Tahun 2004-2014……. 6
2. Komposisi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)..... 7
3. Contoh serapan yang khas dari beberapa gugus fungsi..... 19
4. Kadar α-selulosa dan lignin..... 31
5. Serapan *FT-IR*..... 34
6. Nilai Derivatogram DTG Selulosa dan Mikrokristal Selulosa..... 39
7. Nilai Termogram DTA Selulosa dan Mikrokristal Selulosa..... 40
8. Nilai Termogram TGA Selulosa dan Mikrokristal Selulosa..... 40

DAFTAR GAMBAR

Gambar Halaman

1. Struktur Selulosa ……. 8
2. Struktur α-Selulosa…… 9
3. Struktur β-selulosa…… 10
4. Struktur Hemiselulosa…….. 13
5. Struktur Lignin……..... 15
6. Depolimerisasi selulosa menjadi mikrokristal selulosa……... 18
7. Hasil *SEM* Mikrokristal Selulosa Komersial..…….. 21
8. Perbedaan (a) sampel kasar, (b) sampel yang telah digiling dengan *hammer mill*, dan (c) sampel yang telah di *blender*…….. 29
9. Skema reaksi pembuatan α Selulosa……..…….. 30
10. Perbedaan Mikrokristal selulosa dari konsentrasi (a) HCl 2 N, (b) HCl 2,5 N, dan (c) HCl 3 N…..…….. 33
11. Spektrum FT-IR Mikrokristal Selulosa.…..……..... 34
12. *SEM* Mikrokristal Selulosa dari hidrolisis (a) 2 N HCl, (b) 2,5 N HCl dan (c) 3 N HCl.……..... 35
13. Diagram (a) *DTG*, (b) *DTA*, dan (c) *TGA* Selulosa.……..... 37
14. Diagram *DTG* (Merah), *DTA* (Hijau) dan *TGA* (Biru) Mikrokristal Selulosa.. ..……..... 38

15. Diagram sebaran partikel Mikrokristal Selulosa dari hidrolisis (a) 2 N HCl, (b) 2,5 N HCl, dan (c) 3 N HCl.... ……... 41

16. Difratogram Mikrokristal Selulosa…….. 43

I. PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) merupakan limbah padat yang dihasilkan dalam industri minyak sawit dengan jumlah yang cukup besar yaitu hampir sama dengan jumlah produksi minyak sawit mentah. Tandan kosong kelapa sawit mengandung serat yang tinggi namun limbah tersebut belum banyak dimanfaatkan secara optimal. Kandungan utama TKKS adalah selulosa dan lignin, selulosa dalam TKKS dapat mencapai 54-60% sedangkan kandungan lignin mencapai 22-27%. Dua bagian tandan kosong kelapa sawit yang banyak mengandung selulosa adalah bagian pangkal dan ujung tandan kosong sawit yang agak runcing dan keras (Hasibuan, 2010).

Selulosa adalah polimer dari β-glukosa dengan ikatan β-1-4 antara unit-unit glukosa yang terdapat pada kayu, kapas, rami, dan tumbuhan lainnya. Jika dilihat dari strukturnya, selulosa mempunyai kelarutan yang besar dalam air karena mempunyai gugus –OH yang banyak untuk membentuk ikatan hidrogen dengan air. Akan tetapi tidak demikian, selulosa bukan hanya tak larut dalam air tetapi juga dalam pelarut lain. Penyebabnya ialah kekakuan rantai dan tingginya gaya antar rantai akibat ikatan hidrogen antar gugus hidroksil yang berdekatan. Faktor ini dipandang menjadi

penyebab kekristalan yang tinggi dari serat selulosa (Cowd, 1991). Salah satu turunan selulosa adalah mikrokristal selulosa.

Mikrokristal Selulosa dapat dibuat melalui reaksi kimia yakni dengan hidrolisis asam kuat pada suhu terkontrol. Hidrolisis asam yang terkendali dapat merusak daerah amorf pada mikrofibril selulosa, yang akan meninggalkan segmen kristalin utuh yang mengarah pada pembentukan kristal tunggal (Berglund *et al.,* 2010). Mikrokristal selulosa adalah material jenis baru dari selulosa yang ditandai dengan adanya peningkatan kristalinitas, aspek rasio, luas permukaan, dan peningkatan kemampuan dispersi dan biodegradasi. Adanya kemampuan ini, partikel mikrokristal selulosa dapat digunakan sebagai *filler* penguat polimer, aditif untuk produk-produk *biodegradable*, penguat membrane, pengental untuk disperse dan media pembawa obat serta implant (Loelovich, 2012).

Penelitian tentang produksi selulosa dari rotan manau dilakukan melalui proses hidrolisis asam sulfat 0,5 M selama 10 jam. Hasil *XRD* pada penelitian menunjukkan kristalinitas mikrokristal selulosa senilai 72,42% (Steven *et al*., 2014). Penelitian lain dilakukan oleh Sheltami *et al* (2012) yang melakukan ekstraksi nanokristal selulosa dari daun mengkuang dengan metode hidrolisis asam H_2SO_4 60% dilanjutkan dengan sentrifius (10.000 rpm, 10 menit, 10°C) untuk menghilangkan asam. Nanokristal selulosa yang dihasilkan menunjukkan kristalinitas 69% dan ukuran panjang 50-400 nm dengan diameter 5-25 nm.

Penelitian tentang isolasi mikrokristal selulosa dari TKKS juga dilakukan setelah memperoleh selulosa lewat proses delignifikasi, selanjutnya selulosa dihidrolisis asam HCl 2,5 N lalu dicuci dengan NH_4OH 5% menghasilkan mikrokristal dengan kristalinitas 87% (Haafiz *et al*., 2013).

Isolasi mikrokristal selulosa juga dilakukan menggunakan metode hidrolisis 85°C dengan pelarut HCl 2,5 N dilanjutkan penyucian dengan aseton sehingga menghasilkan kurva *TGA* mikrokristal selulosa yang persis dengan kurva *TGA* mikrokristal selulosa komersial (Yuvraj *et al*., 2009). Penelitian selanjutnya yaitu mengisolasi mikrokristal selulosa dari kulit jagung lewat hidrolisis asam HCl 2,5 N pada suhu 105°C menghasilkan mikrokristal selulosa dengan diameter rata-rata partikel 61.5µm. (Oyeniyi *et al.*, 2012).

Dalam penelitian ini telah dilakukan pembuatan mikrokristal selulosa dengan variabel konsentrasi HCl yaitu 2; 2,5; 3 N untuk hidrolisis asam, dilanjutkan dengan melakukan sentrifius dengan kecepatan 3500 rpm hingga netral lalu sampel diultrasonikasi selama 10 menit.

B. Rumusan Masalah

Kelimpahan limbah Tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan mikrokristal selulosa karena kandungan selulosanya yang cukup tinggi. Pembuatan mikrokristal selulosa dari TKKS dapat dilakukan dengan

hidrolisis asam klorida sebagai katalisator. Perlunya dikaji kondisi proses yang mempengaruhi perolehan mikrokristal selulosa

C. Tujuan Penelitian

Berdasarkan latar belakang masalah yang dipaparkan diatas, penelitian ini akan dilakukan dengan beberapa tujuan khusus sebagai berikut:

1. Melakukan konversi selulosa TKKS menjadi mikrokristal selulosa dan menentukan konsentrasi optimum HCl yang digunakan pada hidrolisis asam dalam tahap pembuatan mikrokristal selulosa.
2. Melakukan karakterisasi mikrokristal selulosa dari TKKS dengan pengujian *FT-IR, SEM, DTG/DTA/TGA, PSA,* dan *XRD*

D. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat penelitian yang akan dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi pengisolasian selulosa dan modifikasi dari Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) yaitu Mikrokristal Selulosa.
2. Membantu mengurangi pencemaran lingkungan dengan mendukung pengolahan limbah TKKS sebagai bahan baku tergantikan.

II. TINJAUAN PUSTAKA

A. Data Perkebunan Kelapa Sawit

Kelapa sawit merupakan salah satu tanaman perkebunan yang mempunyai peran penting bagi subsektor perkebunan. Pengembangan kelapa sawit antara lain memberi manfaat dalam peningkatan pendapatan petani dan masyarakat, produksi yang menjadi bahan baku industri pengolahan yang menciptakan nilai tambah di dalam negeri, ekspor CPO yang menghasilkan devisa dan menyediakan kesempatan kerja. Pengembangan komoditas ekspor kelapa sawit terus meningkat dari tahun ke tahun, terlihat dari rata-rata laju pertumbuhan luas areal kelapa sawit selama 2004-2014 sebesar 7,67% sedangkan produksi kelapa sawit meningkat rata-rata 11,09% per tahun. Peningkatan luas areal tersebut disebabkan oleh harga CPO yang relatif stabil di pasar internasional dan memberikan pendapatan produsen, khususnya petani yang cukup menguntungkan.

Berdasarkan buku statistik komoditas kelapa sawit terbitan Ditjen Perkebunan, pada Tahun 2014 luas areal kelapa sawit mencapai 10,9 juta Ha dengan produksi 29,3 juta ton CPO. Luas areal menurut status pengusahaannya milik rakyat (Perkebunan Rakyat) seluas 4,55 juta Ha atau 41,55% dari total luas areal, milik negara (PTPN) seluas 0,75 juta Ha atau 6,83% dari total luas areal, milik swasta

seluas 5,66 juta Ha atau 51,62%, swasta terbagi menjadi dua yaitu swasta asing seluas 0,17 juta Ha atau 1,54% dan sisanya lokal.

Tabel 1. Luas Areal Kelapa Sawit Indonesia Tahun 2004-2014

	Luas Areal (Ha)				Laju Pertumbuhan (%)
	Perkebunan Rakyat	Perkebunan Besar Negara	Perusahaan Besar Swasta	Jumlah	
2004	2.220.338	605.865	2.458.520	5.284.723	
2005	2.356.895	529.854	2.567.068	5.453.817	3,20
2006	2.549.572	687.428	3.357.914	6.594.914	20,92
2007	2.752.172	606.248	3.408.416	6.766.836	2,61
2008	2.881.898	602.963	3.878.986	7.363.847	8,82
2009	3.061.413	630.512	4.181.369	7.873.294	6,92
2010	3.387.257	631.520	4.366.617	8.385.394	6,50
2011	3.752.480	678.378	4.561.966	8.992.824	7,24
2012	4.137.620	683.227	4.751.868	9.572.715	6,45
2013	4.356.087	727.767	5.381.166	10.465.020	9,32
2014*)	4.551.854	748.272	5.656.105	10.956.231	4,69
Rata-Rata Laju Pertumbuhan (%)					7,67

*)Angka Sementara

(Direktorat Jenderal Perkebunan Indonesia, 2014).

B. Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Proses pengolahan kelapa sawit menghasilkan minyak sawit sebagai produk utama, selain itu dihasilkan juga limbah sebagai produk sampingnya. TKKS merupakan salah satu limbah padat dari hasil pengolahan Pabrik Kelapa Sawit yang dapat dihasilkan sebanyak 25% dari pengolahan Tandan Buah Segar.

Limbah TKKS umumnya tidak dimanfaatkan secara maksimal oleh masyarakat. TKKS hanya dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan pupuk kompos organik (Darnoko *et al*., 1993) atau dibakar sehingga abunya dapat dimanfaatkaan sebagai pupuk kalium. Saat ini pembakaran TKKS dilarang oleh pemerintah karena dapat menimbulkan pencemaran udara. Padahal jika ditinjau lebih lanjut, TKKS masih mengandung beberapa komponen penting, seperti selulosa, hemiselulosa, dan lignin dalam jumlah yang cukup tinggi. Komposisi TKKS disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Komposisi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

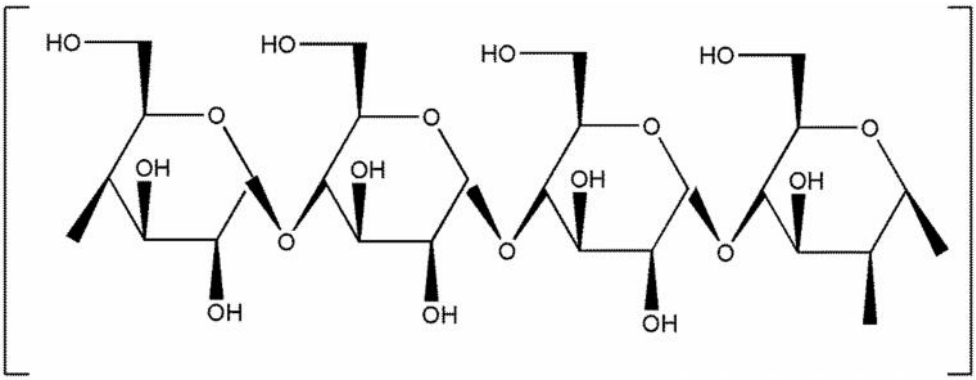
Komposisi TKKS	Dasar Kering (%)
Selulosa	45,95
Hemiselulosa (pentose)	22,84
Lignin	16,49
Abu	1,23
Nitrogen	0,53
Minyak	2,41
Air	8,56 (Omi, 2011)

(Syafwina *et al.*, 2002).

B.1. Selulosa

Selulosa adalah salah satu polimer yang paling berlimpah dan terdapat disegala tempat, mengingat keperluan industri semakin luas dari tahun ke tahun, selulosa dapat dimanfaatkan untuk berbagai industri seperti tali, layar, kertas, kayu untuk perumahan, dan banyak lainnya. Sejauh ini selulosa yang paling banyak dimanfaatkan secara komersial adalah selulosa yang bersumber dari kayu (Eichhorn *et al.*, 2010). Selulosa tidak pernah ditemukan dalam keadaan murni di

alam, tetapi selalu berasosiasi dengan polisakarida lain seperti lignin, *pectin*, hemiselulosa, dan xilan (Fitriani, 2003). Selulosa adalah polimer alam berupa zat karbohidrat (polisakarida) yang mempunyai serat dengan warna putih, tidak dapat larut dalam air dan pelarut organik. Molekul lurus dengan unit glukosa rata-rata sebanyak 5000 ini membentuk fibril yang terikat melalui ikatan hidrogen diantara gugus hidroksil pada rantai sebelahnya. Adapun struktur dari selulosa disajikan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Struktur Selulosa (Chanzy, 2002).

Selulosa mempunyai rumus molekul $2(C_6H_{10}O_5)n$, dengan n adalah derajat polimerisasi. Panjang suatu rangkaian selulosa tergantung pada derajat polimerisasinya semakin panjang suatu rangkaian selulosa, maka rangkaian selulosa tersebut mempunyai serat yang lebih kuat, lebih tahan terhadap pengaruh bahan kimia, cahaya, dan mikroorganisme. Rantai selulosa terdiri dari satuan glukosa anhidrida tersusun dalam bentuk fibril-fibril yang saling berikatan melalui atom karbon pertama dan ke empat dengan ikatan ß-1,4-glikosidik. Fibril-fibril ini membentuk struktur kristal yang dibungkus oleh lignin sehingga komposisi kimia

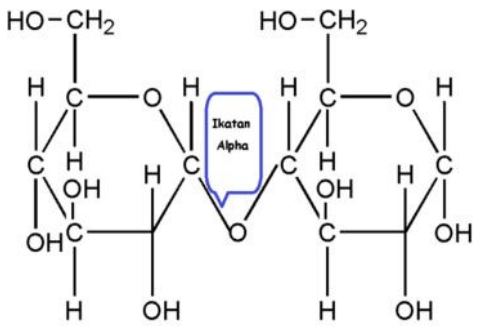
dan struktur yang demikian membuat kebanyakan bahan yang mengandung selulosa bersifat kuat dan keras membuat bahan tersebut tahan terhadap peruraian secara enzimatik. (Fan *et al.*, 1982).

Berdasarkan derajat polimerisasi dan kelarutan dalam senyawa NaOH 17,5% selulosa dapat dibedakan atas tiga jenis yaitu:

1. α-selulosa

   Selulosa α (*Alpha Cellulose*) adalah selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan derajat polimerisasi 600-1500 dan merupakan bentuk sesungguhnya yang telah dikenal sebagai selulosa. Selulosa α dipakai sebagai penentu tingkat kemurnian selulosa. Selulosa α merupakan kualitas selulosa yang paling tinggi (murni).

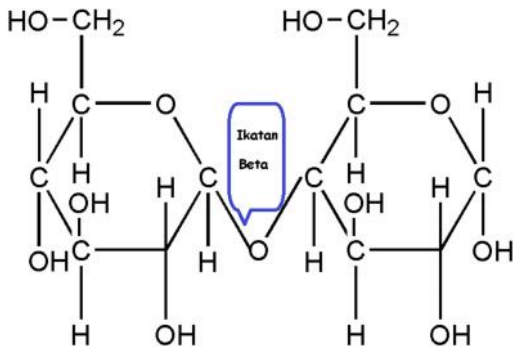
   Selulosa α >92% memenuhi syarat untuk digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan propelan sedangkan selulosa kualitas lebih rendah digunakan sebagai bahan baku pada industri kertas. Semakin tinggi kadar α selulosa, maka semakin baik mutu bahannya struktur dari α-Selulosa disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Struktur α-Selulosa (Nuringtyas, 2010).

2. β-selulosa

Selulosa β (*Betha Cellulose*) adalah selulosa berantai pendek, larut dalam NaOH 17,5% atau basa kuat dengan derajat polimerisasi 15-90, dapat mengendap bila dinetralkan. Jenis dari selulosa ini mudah larut dalam larutan NaOH yang mempunyai kadar 17,5% pada suhu 20^{o}C dan akan mengendap bila larutan tersebut berubah menjadi larutan yang memiliki suasana asam, struktur dari β-Selulosa disajikan pada Gambar 3.



Gambar 3. Struktur β-selulosa (Nuringtyas, 2010).

3. γ-selulosa

Selulosa γ (*Gamma cellulose*) adalah sama dengan selulosa β, tetapi derajat polimerisasinya kurang dari 15. Selulosa jenis ini mudah larut dalam larutan NaOH yang mempunyai kadar 17,5% pada suhu 20^{o}C dan tidak akan terbentuk endapan setelah larutan tersebut dinetralkan.

Degradasi pada selulosa dapat terjadi selama proses pembuatan pulp. Keadaan ini disebabkan oleh beberapa hal, yaitu:

1. Degradasi 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. Keaktifan asam pekat untuk mendegradasi selulosa berbeda-beda. Untuk keaktifan yang sangat tinggi dimiliki oleh asam oksalat, asam nitrat, asam sulfat, dan asam klorin. Asam sulfat yang pekat (75%) akan menyebabkan selulosa berbentuk gelatin, asam nitrat pekat akan menyebabkan selulosa membentuk ester sementara asam pospat pada temperatur rendah akan menyebabkan sedikit berpengaruh pada selulosa (Solechudin *and* Wibisono, 2002).

2. Degradasi oleh oksidator

Senyawa oksidator sangat mudah mendegradasi selulosa menjadi molekul-molekul yang lebih kecil yang disebut oksiselulosa. Hal ini terjadi tergantung dari oksidator dan kondisinya. Macam-macam oksidator adalah sebagai berikut:

- NO_2 mengoksidasi hidroksil primer dari selulosa menjadi karboksil. Oksidasi ini tidak akan memecah rantai selulosa kecuali jika terdapat alkali.
- Klorin mengoksidasi 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.

- Hipoklorit akan menghasilkan oksidasi selulosa yang mengandung presentase gugus hidroksil tinggi pada kondisi netral atau alkali (Solechudin *and* Wibisono, 2002).

3. Degradasi oleh panas

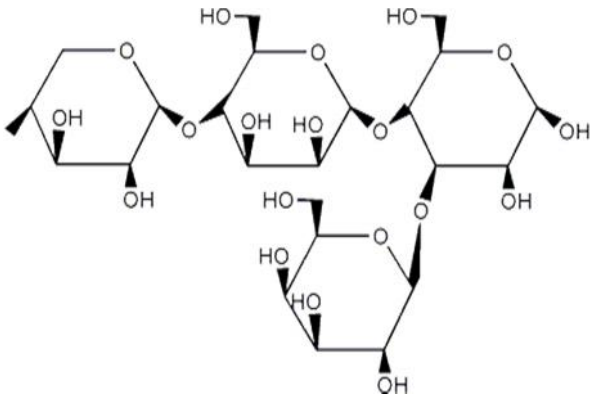
Pengaruh panas lebih besar bila dibandingkan dengan asam atau oksidator. Pada serat-serat selulosa yang dikeringkan ditemperatur tinggi akan mengakibatkan kertas kehilangan sebagian higroskopisitasnya (*swealling ability*). hal ini disebabkan karena:

- Bertambahnya ikatan hidrogen antara molekul-molekul selulosa yang berdekatan.
- Terbentuknya ikatan rantai kimia diantara molekul-molekul selulosa yang berdekatan.
- Pemanasan serat-serat pulp pada temperatur kurang lebih 100^oC akan menghilangkan kemampuan menggembung sekitar 50% dan pemanasan diatas 20^oC dan dalam waktu lama akan mengakibatkan serat-serat selulosa kehilangan strukturnya secara total (Solechudin *and* Wibisono, 2002).

B.2. Hemiselulosa

Hemiselulosa merupakan polisakarida dengan berat molekul kecil berantai pendek dibandingkan dengan selulosa dan banyak dijumpai pada kayu lunak. Hemiselulosa disusun oleh molekul pentosan ($C_5H_8O_4$) dan heksosan ($C_6H_{10}O_5$)

(Maga, 1987). Hemiselulosa tidak larut dalam air tapi larut dalam larutan alkali encer dan lebih mudah dihidrolisa oleh asam daripada selulosa. Hemiselulosa bersifat non-kristalin dan tidak bersifat serat, mudah mengembang karena itu hemiselulosa sangat berpengaruh terhadap bentuknya jalinan antara serat pada pembentukan lembaran, lebih mudah larut dalam pelarut alkali dan lebih mudah dihidrolisis dengan asam. Struktur hemiselulosa disajikan pada Gambar 4 sebagai berikut:



Gambar 4. Struktur Hemiselulosa (Berkerserben, 2006).

Perbedaan hemiselulosa dengan selulosa yaitu hemiselulosa mudah larut dalam alkali tapi sukar larut dalam asam sedangkan selulosa adalah sebaliknya. Hasil hidrolisis selulosa akan menghasilkan D-glukosa sementara hasil hidrolisis hemiselulosa akan menghasilkan D-xilosa dan monosakarida lainnya. Adanya hemiselulosa mengurangi waktu dan tenaga yang diperlukan untuk melunakkan serat selama proses mekanis dalam air. Sifat hemiselulosa yang hidrofilik banyak mempengaruhi sifat fisik pulp dan kertas.

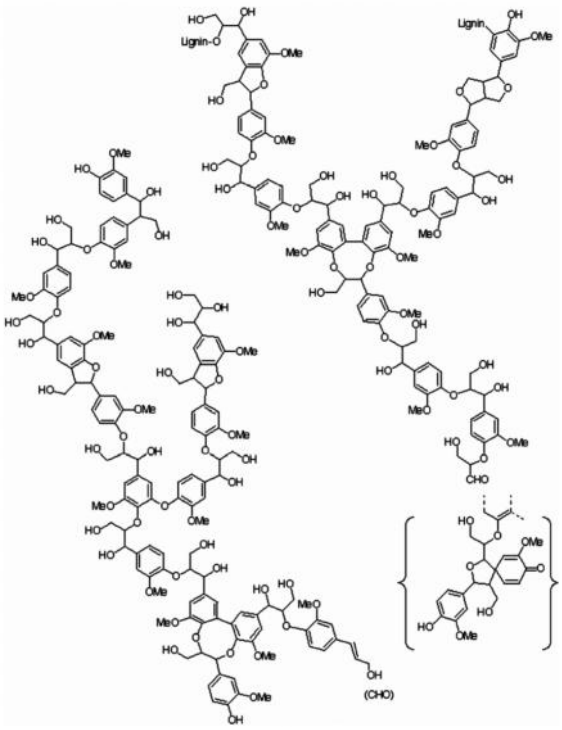
Hemiselulosa berfungsi sebagai perekat dan dapat mempercepat terjadinya fibrasi (pembentukan serat). Sifat inilah yang memperkuat kekuatan fisik lembaran pulp kertas dan menurunkan waktu serta daya operasi penggilingan (*beating*) (Fengel *and* Wegener, 1995).

Hilangnya hemiselulosa akan mengakibatkan adanya lubang diantara fibril dan berkurangnya ikatan antar serat, namun kadar hemiselulosanya yang terlalu tinggi akan menyebabkan kertas tembus cahaya, kaku, dan rapuh (Solechudin *and* Wibisono, 2002).

B.3. Lignin

Lignin merupakan semen pengikat fibril-fibril selulosa yang banyak memberikan stabilitas dimensi kayu dan menduduki sekitar 25-30% kayu, lignin merupakan polimer kompleks dan bersifat amorf yang sangat melimpah dan potensinya berkaitan dengan aplikasi-aplikasi polimer.

Lignin terdapat dalam dinding sel berfungsi sebagai perekat antar sel, sehingga lignin saat ini diteliti sebagai komponen pembuatan lem/perekat. Karena sifat amorfnya maka lignin sulit diketahui secara pasti sifat fisik dan bentuk molekulnya (Fengel *and* Wegener, 1995). Struktur lignin disajikan pada Gambar 5 dapat dilihat sebagai berikut.



Gambar 5. Struktur Lignin (Datta, 1981).

C. Pemanfaatan Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Saat ini pemanfaatan TKKS semakin beragam, seiring berjalannya waktu dan kebutuhan manusia membuat TKKS semakin populer dengan banyaknya kegunaan. Berikut adalah pemanfaatan TKKS sesuai dengan kandungan yang ada didalamnya.

C.1. Pembuatan Papan Partikel.

Pemanfaatan TKKS paling potensial adalah untuk pembuatan partikel papan. Sebab, tandan kelapa sawit memiliki kadar selulosa tinggi, yaitu 67,88% holoselulosa dan 38,76% α selulosa dengan kadar serat 72,67%. Ia memiliki kelebihan dibandingkan papan lapis, yakni mampu meredam suara. Dengan

memanfaatkan limbah kelapa sawit, nilai tambah untuk pabrik pengolahan kelapa sawit akan meningkat. Selain itu, limbah tak lagi menjadi masalah yang mencemari lingkungan (Vina, 2011).

C.2. Pembuatan Bioetanol

Hidrolisis hemiselulosa TKKS menghasilkan hidrolisat sebagai sumber karbon dalam fermentasi etanol. Hal ini merupakan pemanfaatan hidrolisat TKKS untuk memproduksi etanol menggunakan *Pichia stipitis*. TKKS banyak mengandung selulosa yang dapat dihirolisis menjadi glukosa kemudian difermentasi menjadi bioetanol. Kandungan selulosa yang cukup tinggi yaitu sebesar 45% menjadikan kelapa sawit sebagai prioritas untuk dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan bioetanol (Aryafatta, 2008).

C.3. Pulp

Pulp atau Ekstrak kertas merupakan serat berwarna putih yang diperoleh melalui proses penyisihan lignin dari biomassa (Jalaluddin, 2005). Pulp dapat diolah lebih lanjut menjadi kertas, rayon, mikro/nanokristal selulosa dan turunan selulosa yang lain.

C.4. Mikrofibril Selulosa

Serat selulosa yang hancur menjadi fibril sub-struktural dan mikrofibril memiliki panjang dalam skala mikron dan lebar mulai dari 10 sampai beberapa ratus nanometer. Bahan-bahan ini diteliti mampu membentuk suspensi berair yang

stabil sehingga dapat digunakan sebagai pengental, pengemulsi atau aditif dalam makanan, cat, dan *coating*, serta kosmetik dan produk medis (Turbak *et al.*, 1983).

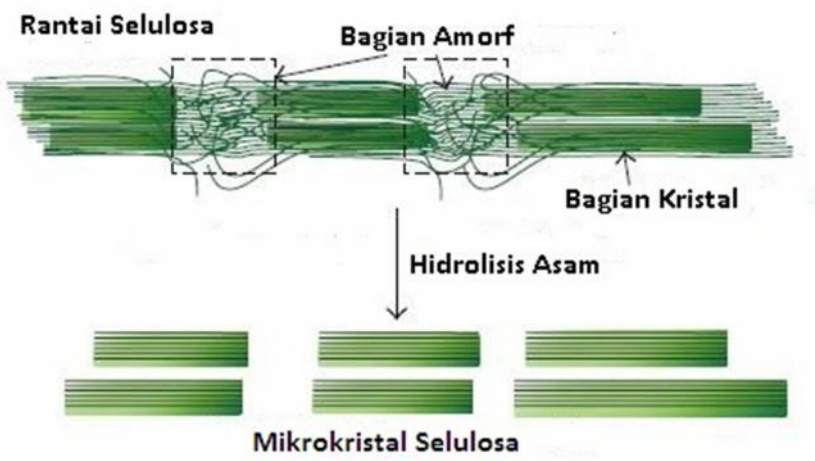
C.5. Mikrokristal Selulosa

Sifat Mikrokristal selulosa seperti sifat mekanik, pembentuk lapisan properti, viskositas, dll. membuat bahan ini menarik untuk dimanfaatkan dan berpotensi untuk industri seperti kertas, karton, filter rokok, pemisah baterai, penguatan bahan konduktif, membran speaker, layar elektronik fleksibel, *body armour* ringan, dan kaca balistik (Brown *et al.*, 2013; Ferguson, 2012).

D. Mikrokristal Selulosa

Mikrokristal Selulosa merupakan selulosa yang mengalami proses hidrolisis sebagian dan umumnya memiliki diameter 1-100 µm dengan persentase kristalin sebesar 55%-85% (Brinchi, 2013). Kristal Selulosa merupakan blok kristal yang berdampingan dengan blok amorf secara acak disepanjang serat selulosa (Lee *et al*., 2014). Menghilangkan blok amorf mempengaruhi struktur dan kristalinitas serat selain itu, stabilitas suhu dan morfologi permukaan serat akan terpengaruh oleh hilangnya bagian amorf (Deepa *et al*., 2011). Pada dinding sel tanaman hidup, mikrokristal selulosa memainkan peran utama dalam struktur dinding sel serta memberikan kekuatan yang kokoh. Peran ini dapat diadaptasi menjadi produk buatan manusia dengan memanfaatkan mikrokristal selulosa sebagai sebuah blok nano untuk peningkatan kualitas bahan dan untuk produksi bahan ramah lingkungan (Shkedi, 2014).

Metode yang paling banyak digunakan untuk memproduksi mikrokristal selulosa adalah hidrolisis asam dibawah kendali waktu dan suhu yang menghilangkan bagian amorf selulosa hingga membentuk kristal selulosa (Siro *and* Plackett, 2010). Hingga saat ini, pemanfaatan mikrokristal selulosa telah banyak diaplikasikan pada produk, antara lain *electronic display*, *packaging*, *optical device*, *super absorbant*, nanokomposit serta biokomposit (Eichorn *et al.*, 2009; Johar *et al.*, 2012; Kalia *et al.*, 2011). Depolimerisasi selulosa menjadi mikrokristal selulosa melalui hidrolisis asam disajikan pada Gambar 6.



Gambar 6. Depolimerisasi selulosa menjadi mikrokristal selulosa (Lee *et al*., 2014).

E. Analisis Kuantitatif dan Kualitatif

E.1. *FT-IR* (*Fourier Transform Infra-Red*)

Spekrofotometri Infamerah merupakan instrumentasi yang menggunakan radiasi sinar inframerah untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa organik. Prinsip kerja spektrofotometri *IR* adalah adanya interaksi energi dengan

materi. Misalkan dalam percobaan berupa molekul senyawa kompleks yang ditembak dengan energi dari sumber sinar yang akan menyebabkan molekul mengalami vibrasi. Sumber sinar adalah keramik, yang apabila dialiri arus listrik maka keramik ini dapat memancarkan inframerah. Vibrasi dapat terjadi karena energi yang berasal dari sinar inframerah tidak cukup kuat untuk menyebabkan terjadinya atomisasi pada molekul senyawa yang ditembak dimana besarnya energi vibrasi tiap atom berbeda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkan sehingga dihasilkan frekuensi yang berbeda pula. Beberapa contoh serapan yang khas dari beberapa gugus fungsi disajikan pada Tabel 3.

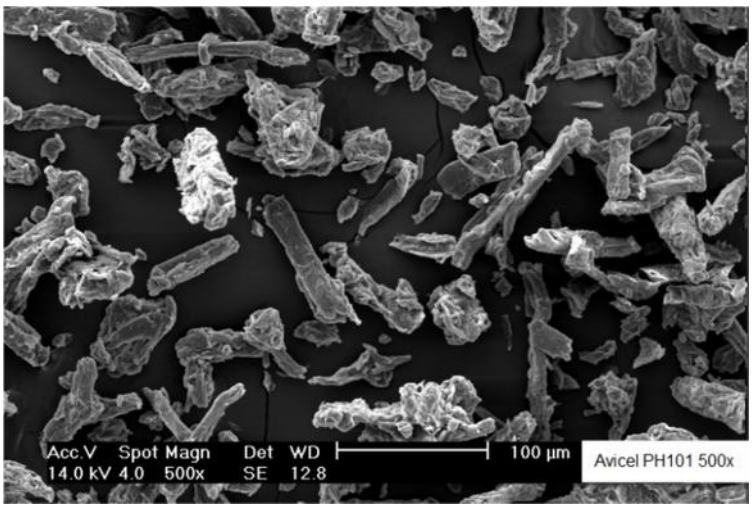
Tabel 3. Contoh serapan yang khas dari beberapa gugus fungsi

Gugus	**Jenis Senyawa**	**Daerah Serapan (cm^{-1})**
C-H	alkana	2850-2960, 1350-1470
C-H	alkena	3020-3080, 675-870
C-H	aromatik	3000-3100, 675-870
C-H	alkuna	3300
C=C	alkena	1640-1680
C=C	aromatik (cincin)	1500-1600
C-O	alkohol, eter, asam karboksilat,ester	1080-1300
C=O	aldehida, keton, asam karboksilat, ester	1690-1760
O-H	alkohol, fenol(monomer)	3610-3640
O-H	alkohol, fenol (ikatan H)	2000-3600 (lebar)
O-H	asam karboksilat	3000-3600 (lebar)
N-H	amina	3310-3500
C-N	amina	1180-1360
$-NO_2$	nitro	1515-1560, 1345-1385

(Sri, 2012).

E.2. *SEM* (*Scanning Electron Microscope*)

SEM (*Scanning Electron Microscope*) merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis. Penggunaan *SEM* diawali dengan merekatkan sampel dengan stab yang terbuat dari logam spesimen palladium kemudian sampel dibersihkan, selanjutnya dimasukkan ke dalam ruangan yang khusus dan disinari dengan pancaran elektron bertenaga 10 kV sehingga sampel mengeluarkan elektron sekunder dan elektron terpental yang dapat di deteksi dan *detector scientor* yang pada Gambar 7 dapat dilihat hasil *SEM* terhadap mikrokristal selulosa.



Gambar 7. Hasil *SEM* Mikrokristal Selulosa Komersial (Suvachittanont *et al*., 2013).

E.3. *DTG/DTA/TGA* (*Differential Thermogravimetric Differential Thermal Analysis-Thermogravimetri Analize*)

DTA-TGA merupakan suatu teknik analisis termal dimana perubahan material diukur sebagai fungsi temperatur digunakan untuk mempelajari sifat termal dan perubahan fasa akibat perubahan entalpi dari suatu material. Selain itu, kurva *DTA* dapat digunakan sebagai *finger print* material sehingga dapat digunakan untuk analisis kualitatif. Metode ini mempunyai kelebihan antara lain *instrument* dapat digunakan pada suhu tinggi, bentuk dan volume sampel yang fleksibel, serta dapat menentukan suhu reaksi dan suhu transisi sampel (West, 1984).

E.4. *PSA* (*Particle Size Analizer)*

Pengukuran partikel dengan menggunakan *PSA* biasanya menggunakan metode basah. Metode ini dinilai lebih akurat jika dibandingkan dengan metode kering ataupun pengukuran partikel dengan metode ayakan dan analisa gambar. Terutama untuk sampel dalam orde nanometer dan *submicron* yang biasanya memliki kecenderungan aglomerasi yang tinggi. Hal ini dikarenakan partikel didispersikan kedalam media sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Dengan demikian ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle.* Selain itu hasil pengukuran dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel (Lusi, 2011).

E.5. *XRD* (*X-ray Difractometer*)

XRD adalah instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi material kristal maupun non-kristal, sebagai contoh identifikasi struktur kristal (kualitatif) dan fasa (kuantitatif) dalam suatu bahan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Dengan kata lain, teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristal dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Kegunaan *XRD* adalah sebagai berikut:

1. Membedakan antara material yang bersifat kristal dengan amorf.
2. Karakterisasi material kristal.
3. Identifikasi mineral-mineral yang berbutir halus seperti tanah liat.
4. Penentuan dimensi-dimensi sel satuan (Cahyo, 2009).

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan November 2015 sampai Februari 2016 yang dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung serta analisis *SEM, DTA-TGA* dan *PSA* telah dilakukan di Laboratorium Biomassa Terpadu Unila dan *FT-IR, XRD* di UGM.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat yang ada di Laboratorium Kimia Organik yaitu Erlenmeyer 2000 mL, Erlenmeyer 500 mL, penangas air, Alat Refluks, gelas piala 250 mL, pipet tetes , *thermometer*, oven, lemari asam, gelas ukur, timbangan, gelas beaker, aluminium foil, label penanda, botol gelap 500 mL, corong masir, indikator pH, adapun alat-alat yang digunakan diluar Laboratorium Kimia Organik yaitu *Hammer Mill* (Laboratorium Teknik Pertanian), *FT-IR, XRD, SEM, DTG/DTA/TGA,* dan *PSA.*

Sedangkan bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS), HCl, NH_4OH, HNO_3 3,5%, $NaNO_2$, NaOH teknis, H_2O_2,

NaOCl, Na_2SO_3 2%, akuades, pereaksi Fehing A, Fehling B, H_2SO_4 72% dan H_2SO_4 1N .

C. Prosedur

C.1. Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan adalah Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). TKKS yang akan digunakan diperoleh dari perkebunan milik pribadi di Rawa Jitu, Lampung Tengah. TKKS dicuci agar terbebas dari getah dan kotoran saat pengambilan. Selanjutnya dikeringkan, dan digunting ± 2 cm lalu di *blender* agar didapatkan serat yang lebih halus.

C.2. Delignifikasi Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS)

Pada tahap delignifikasi, 75 gram serat halus TKKS dimasukan kedalam tabung Erlenmeyer 2 L dan ditambahkan 1 L larutan $HN0_3$ 3,5% dan 10 mg $NaNO_2$. Kemudian campuran tersebut dipanaskan menggunakan penangas air dengan suhu 90^oC selama 2 jam. campuran disaring dan residu dicuci dengan air hingga pH dari filtrat menjadi netral. Filtrat yang telah netral, dimasukan kedalam campuran NaOH 2% dan Na_2SO_3 2% kemudian direfluks selama 2 jam pada suhu 50^oC. Hasil refluks kemudian disaring dan dicuci hingga filtrat netrat, dilakukan proses *bleaching* dengan perendaman menggunakan 250 mL NaOCl 17,5% lalu campuran dididihkan selama 30 menit. Setelah larutan dingin, campuran dipisah hingga diperoleh endapannya kemudian endapan dicuci hingga netral kembali.

Endapan yang telah netral dilarutkan kedalam 500 mL NaOH 17,5% lalu dipanaskan 80°C selama 30 menit. Larutan yang telah dipanaskan disaring dan endapan yang diperoleh dicuci hingga netral. Kemudian sampel dilakukan pemutihan dengan direndam kedalam larutan H_2O_2 10% selama 1 jam (Harahap *et al.*, 2012). Selanjutnya sampel dinetralkan kembali lewat pencucian lalu dioven hingga kadar air hilang. Kemudian sampel dinetralkan dan dilakukan analisis kuantitatif kadar α-selulosa menggunakan metode SNI 0444:2009 dan lignin menggunakan metode SNI 0492:2008.

C.3. Penentuan Kadar α-selulosa dan Kadar lignin

Penentuan kadar α-selulosa menggunakan metode SNI 0444:2009. sampel ditimbang 1,5 g dengan ketelitian 0,1 mg lalu dimasukkan ke dalam gelas piala 300 mL dan ditambah 75 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, Sebelumnya sesuaikan dulu pada suhu 25^{o}C sambil dicatat waktu pada saat larutan natrium hidroksida ditambahkan. Setelah itu, pulp diaduk dengan *magnetic stirer* sampai terdispersi sempurna. Hindari terjadinya gelembung udara dalam suspensi pulp selama proses pengadukan.

Kemudian pengaduk dicuci dengan 25 mL larutan natrium hidroksida 17,5%, ke dalam gelas piala, sehingga total larutan yang ditambahkan kedalam pulp 100 mL dan suspensi pulp diaduk dengan batang pengaduk dan disimpan kedalam penangas 50^{o}C. Setelah 30 menit dari penambahan pertama larutan natrium hidroksida, suspensi pulp ditambah 100 mL akuades suhu 25^{o}C pada dan diaduk segera dengan batang pengaduk. Kemudian, gelas piala disimpan didalam

penangas untuk 30 menit berikutnya sehingga total waktu ekstraksi seluruhnya sekitar 60 menit. Setelah 60 menit, suspensi diaduk dengan batang pengaduk dan dituang ke dalam corong masir.

Buang 10-20 mL filtrat pertama, kemudian filtrat dikumpulkan sekitar 100 mL dalam labu yang kering dan bersih. Pulp jangan dibilas atau dicuci dengan aquades dan jaga agar tidak ada gelembung yang melewati pulp pada saat menyaring. Selanjutnya filtrat 25 dan 10 mL larutan kalium dikromat 0,5 N dipipet dan dimasukkan ke dalam labu 250 mL dan ditambahkan dengan hati-hati 50 mL asam sulfat pekat dan diaduk. Biarkan larutan tetap panas selama 15 menit, panaskan pada suhu 125-135^{o}C lalu ditambah 50 mL akuades dan dinginkan pada suhu ruang.

Ditambahkan 2-4 tetes indikator ferroin dan dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat 0,1 N sampai berwarna ungu. Jika tersedia, alat elektometri seperti pentiter otomatis mungkin bisa digunakan tanpa penambahan larutan indikator untuk penentuan titik akhir titrasi, prosedur yang diterapkan bisa disesuaikan dengan alat yang digunakan. Jika kelarutan pulp tinggi (kandungan selulosa alfa rendah) dan titrasi balik dikromat kurang dari 10 mL, kurangi volume filtrat dikurangi menjadi 10 mL dan penambahan asam sulfat menjadi 30 mL. Tahap terakhir blanko dititrasi dengan mengganti filtrat pulp dengan 12,5 mL larutan natrium hidroksida 17,5% dan 12,5 mL akuades.

Persentase selulosa dapat ditentukan menggunakan rumus berikut:

$$X = 100 - \frac{6{,}85(V_1 - V_2) \times N \times 20}{A \times W}$$

Dimana:

X = selulosa alfa, dinyatakan dalam persen (%).

V_1 = volume titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL).

V_2 = volume titrasi filtrat pulp, dinyatakan dalam mililiter (mL).

N = normalitas larutan ferro ammonium sulfat.

A = volume filtrat pulp, dinyatakan dalam mililiter (mL).

W = berat sampel, dinyatakan dalam gram (g).

Untuk menentukan kadar lignin menggunakan metode SNI 0492:2008. Langkah pertama, 1 g sampel dimasukkan ke dalam labu bundar dan ditambahkan 15 mL H_2SO_4 72%. selanjutnya ditutup dengan penutup kaca, diaduk selama 2-3 menit, dan direndam didalam bak perendam suhu 20^oC selama 2 jam. Setelah itu campuran ditambahkan dengan aquades sebanyak 560 mL dan dididihkan dengan refluks selama 4 jam. Lalu campuran tersebut didiamkan selama 24 jam sampai lignin mengendap sempurna. Kemudian endapan lignin disaring menggunakan kertas saring yang telah diketahui bobotnya dan dicuci. Tahap terakhir, endapan lignin tersebut dikeringkan dalam oven pada suhu 100^oC dan ditimbang. Untuk mengetahui bobot lignin digunakan rumus:

$$L = \frac{A}{B} \times 100\%$$

Dimana:

L = Kadar lignin, dinyatakan dalam persen (%).

A = Endapan Lignin, dinyatakan dalam gram (g).

B = Berat Sampel, dinyatakan dalam gram (g).

(Nahrowi, 2015)

C.4. Pembuatan Mikrokristal Selulosa dari α-selulosa

Bahan baku yang digunakan adalah α-selulosa TKKS. Pada tahap pertama 10 g selulosa dihidrolisis dengan 200 ml HCl dengan variabel konsentrasi 2; 2,5; 3 N pada suhu 98°C selama 30 menit. Tahap selanjutnya, campuran ditambah 200 ml akuades dan didiamkan semalam hingga suspensi terbentuk. Untuk menghilangkan asam yang melekat pada sampel dilakukan pencucian dengan basa NaOH 5 M dengan perbandingan 20:1 terhadap sampel. Sampel kemudian dicuci selama 8 hari dengan teknik dekantasi hingga bebas dari asam dan basa dengan akuades dan selanjutnya akuabidest hingga netral. Setelah itu dilakukan sentrifius terhadap suspensi untuk memisahkan mikrokristal selulosa dari filtrat dengan kecepatan 3500 rpm selama 10 menit. Selanjutnya, sampel dilakukan ultrasonikasi selama 10 menit. Kemudian dikeringkan dengan *freeze dryer* selama 18 jam hingga bobot konstan.

C.5. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif pada Mikrokristal Selulosa

Analisis kualitatif dilakukan dengan analisis *FT-IR* untuk menganalisa gugus fungsi sampel, untuk mendeteksi senyawa kristal didalam sampel dilakukan analisis *XRD,* analisis *SEM* dilakukan untuk melihat perbedaan permukaan sampel. untuk mengetahui suhu transisi, transformasi fasa atau suhu kristalisasi dan titik leleh dilakukan pengukuran dengan analisis *DTG/DTA/TGA.*
Pada analisis kuantitatif, sampel mikrokristal selulosa yang diperoleh dilakukan analisis *PSA* untuk mengetahui ukuran partikel mikrokristal selulosa yang diperoleh.

V. SIMPULAN DAN SARAN

A. SIMPULAN

Adapun simpulan yang diperoleh dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Konsentrasi HCl optimum untuk memperoleh mikrokristal selulosa dengan tingkat kristalinitas tertinggi (61,6 %) adalah 3 N.
2. Serapan *FTIR* mikrokristal selulosa pada bilangan gelombang 3348,42-3441,01 cm^{-1} merupakan indikasi adanya serapan OH pada selulosa. Morfologi permukaan mikrokristal selulosa terlihat semakin kecil dan terpisah seiring semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan. Derivatogram DTG pada 350°C menunjukkan degradasi mikrokristal selulosa sebesar 1,41 mg/min. Termogram DTA menunjukkan bahwa mikrokristal selulosa memiliki sifat endoterm pada suhu 61,7°C dan 329,8°C serta sifat eksoterm pada suhu 363,4°C. Termogram dekomposisi TGA pada suhu 115-420°C sebesar 70,7% mengindikasikan senyawa mikrokristal selulosa. Ukuran diameter rata-rata mikrokristal selulosa terbaik yang diperoleh adalah berdiameter 25,2 μm.

B. SARAN

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya adalah:

1. Dalam perlakuan ultrasonikasi sebaiknya dilakukan dalam rentang waktu yang lebih lama agar diperoleh kristal selulosa dengan ukuran yang lebih kecil.
2. Meningkatkan temperatur pada suhu diatas 100^0C dengan cara meningkatkan tekanan lebih dari 1 Atmosfer.
3. Menggunakan asam selain asam klorida dalam pembuatan mikrokristal selulosa agar sampel yang didapatkan diperoleh hasil dengan ukuran nano.

DAFTAR PUSTAKA

Aulia, Fenny., Marpongahtun., *and* Saharman Gea. 2013. *Studi Penyediaan Nanokristal Selulosa Tandan Kosong Sawit (TKS)*. Jurnal Saintia Kimia. FMIPA USU Medan.

Aryafatta. 2008. *Mengolah Limbah Sawit Jadi Bioetanol*. http://Aryafatta.com /2008/06/01/ mengolah-limbah-sawit-jadi-bioetanol.html. Diakses pada 20 Februari 2014.

Attia, Ali K., Abdel-Moety, Mona., *and* Hamid, Samar. 2012. *Thermal analysis study of antihypertensive drug doxazosin mesilate*. Arabian Journal of Chemistry. King Saud University

Augusto, Carlos., Marinho, N., Russi., Cristina., *and* Maria Ana. 2015. *Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from corn husk*. Science Direct. Rio De Janeiro. Brazil.

Berglund, L.A., Benight A.S., Bismarck A., *and* Peijs T. 2010. *Review: Current International Research Into Cellulose Nanofibres and Nanocomposites*. SpringerLink, Journal of Material Science. 45. 1-33.B. G. Ranby, Discussion Faraday *Soc*.,11 .158 (1951).

Berkerserben. 2006. *Hemicellulose.* https://en.wikipedia.org/wiki/Hemicellulose Diakses pada tanggal 24 Oktober 2015.

Brinchi, L. 2013. *Production of Nanocrystalline Cellulose from Lignocellulosic Biomass.* Carbohydrate Polimer. 94, 154-159.

Brown, Elvie E., Hu, Dehong., Abu Lail., Nehal., Zhang., *and* Xiao. 2013. *Potential of Nanocrystalline Cellulose–Fibrin Nanocomposites for Artificial Vascular Graft Applications.* Washington, United States.

Cahyo, P. 2009. *X-ray Difraktometer (XRD)*. Teknik Kimia FT UNS-Universitas Sebelas Maret. Surakarta.

Chanzy, Henri. 2002. *Crystal Structure and Hydrogen-Bonding System in Cellulose Iβ from Synchrotron X-ray and Neutron Fiber Diffraction*. J. Am. Chem. Soc.

Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer.* Bandung : Penerbit ITB.

Darnoko, Z., Poeloengan., *and* I. Anas. 1993. *Pembuatan Pupuk Organik dari Tandan Kosong Kelapa Sawit*. Buletin Penelitian Kelapa Sawit, 2 , 89-99.

De Datta, S.K. 1981. *Principle and Practices of Rice Production*. John Wiley & Sons. New York.

Deepa, B., Abraham, E., Cherian, B. M., Bismarck, A., Blaker, J. J., *and* Pothan, L. A. 2011. *Structure, morphology and thermal characteristics of banana nano fibers obtained by steam explosion*. Bioresource Technology, 102, 1988–1997.

Direktorat Jenderal Perkebunan Indonesia. 2014. *Statistic perkebunan Indonesia Kelapa Sawit (Oil Palm) 362 hal*. Direktorat Jenderal Bina Produksi Perkebunan. Departemen Pertanian. Jakarta.

Eichhorn SJ., Dufresne A., Aranguren M., *and* Marcovich NE. 2010. *Review: current international research into cellulose nanofibres and nanocomposites*. Journal of Materials Science.

Ermer, J., *and* Miller, J.H. 2010. *Method Validation in Phamaceutical Analysis*. 32. Willey VCH. Germany.

Fahma, F., Iwamoto, S., Hori, N., Iwata, T., *and* Takemura, A. 2010. *Isolation, prepa-ration, and characterization of nanofibers from oil palm empty-fruit-bunch (OPEFB)*. Cellulose, 17, 977–985.

Fan, L.T., Y.H. Lee., *and* M.M.Gharpuray. 1982. *The Nature of Lignocellulosics and Their Pretreatment for Enzymatic Hydrolysis*. Adv. Bichem. Eng. 23: 158 – 187.

Fengel, D., *and* G.Wegener. 1995. *Kayu, Kimia, Ultrastruktur,*. Reaksi-reaksi. edisi 1, Gajah Mada Press. Yogyakarta.

Ferguson. 2012. *Why wood pulp is world's new wonder material - tech - 23 August 2012*. newscientist.com Diakses pada 14 Mei 2015.

Fitriani A. 2003. *Kandungan Ajmalisin Pada Kultur Kalus Chatarantus Roseus Don Setelah dielisitasi Homogenat Jamur Phytium Aphanidermatum Edson Fitzp*. Institut Pertanian Bogor: Bogor.

Lee H.V., Hamid S.B.A., *and* Zain S. K. 2014. *Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process*. The Scientific World Journal. 2014. 20.

Loelovich, M. 2012. *Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles*. Nanoscience and Nanotechnology. 2(2), 9-13.

Haafiz M., Eichhorn S.J., Hasan A., *and* Jawaid M. 2013. *Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from oil palm biomass residue*. Universiti Teknologi Malaysia. Johar.

Hasibuan, R.S. 2010. *Kualitas Serat dari Limbah Batang Kelapa Sawit sebagai Bahan Baku Papan Serat*. Fakultas Pertanian USU. Medan.

Harahap, Mahyuni., Thamrin., *and* Saharman Gea. 2012. *Pembuatan Selulosa Asetat Dari α Selulosa Yang Diisolasi Dari Tandan Kosong Kelapa Sawit*. Jurnal Fmipa USU.

Jalaluddin, Samsul R. 2005. *Pembuatan Pulp Dari Jerami Padi Dengan Menggunakan Natrium Hidroksida*. Jurnal Sistem Teknik Industri. Vol.6 No.5: 53-56.

Johar, N., Ahmad, I., *and* Dufresne, A,. 2012. *Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk, Industrial Crops and Products.* 37, 93-99

Kalia, S., Dufresne, A., Cherian, B. M., Kaith, B. S., Averous, L., Njuguna, J., *and* Nassiopoulos E. 2011. *Cellulose-based Bio and Nanocomposite: A Review, International Journal of Polimer Science*. 2011,1-35.

Karim, Ziaul., Zaman, Zaira., Hamid, Sharifah., *and* Ali, Eaqub. 2014. *Stastictical Optimization of Acid Hydrolysis of Microcrystalline Cellulose and Its Phsyochemical Characterization by Using Metal Ion Catalyst.* University Malaya. Kuala Lumpur. Malaysia.

Khatoon, M.N., Ramezani., *and* Kermanian, H. 2012. *Production of Nanocrystalline Cellulose from Sugarcane Bagasse*. Sharif University of Technology, Iran.

Kokta, K., Chen, R., Daneault, C., *and* Valade, J.L. 1983. *Use of wood fibers in thermoplastic composites,* Polymer Composite. 4, 229.

Lehninger, A.L. 1993. *Dasar-dasar biokimia*. Jilid 1, 2, 3. Erlangga, Jakarta.

Lusi. 2011. *Cara Mengetahui Ukuran Suatu Partikel.* http://www.scribd.com/doc/ 134461788/. Diakses pada tanggal 24 Oktober 2015.

Maga. Y.A. 1987. *Smoke in Food Processing*. CSRC Press. Inc. Boca Raton. Florida.

Mahboeb. 2013. *DTA/TGA (Differential Themal Analysis).* http//mahboeb.net/ *DTA-TGA*.html. Diakses Pada 28 September 2014.

Nahrowi, Ridho. 2015. *Konversi α-Selulosa menjadi Karboksimetil Selulosa dari Tandan Kosong Sawit*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung. Bandar Lampung.

Nuringtyas, Tri Rini. 2010. *Karbohidrat*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta.

Oyeniyi, Y.J., *and* Itiola, O.A. 2012. *The physicochemical characteristic of microcrystalline cellulose, derived from sawdust, agricultural waste products*. Department of Pharmaceutics, & Industrial Pharmacy, Faculty of Pharmacy. University of Ibadan. Oyo State. Nigeria.

Prasad R.J., *and* Rhim J-W. 2014. *Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from garlic skin.* Mater Lett. Jeonnam. Korea.

Rosa, S. M. L., Rehman, N., De Miranda, M. I. G., Nachtigall, S. M. B., *and* Bica, C. l. D. 2012. *Chlorine-free extraction of cellulose from rice husk and whisker isolation*. Carbohydrate Polymers, 87, 1131–1138.

Sheltami R.M., Abdullah I., Ahmad I., Dufresne A., *and* Kargarzadeh H. 2012. *Extraction of cellulose nanocrystals from mengkuang leaves (Pandanus tectorius). Carbohydr. Polym*, 88, 772- 779.

Shkedi. 2014. *Nano Crystalline Cellulose*. http://www.melodea.eu/Default.asp?PageId=104256. Diakses pada tanggal 25 Oktober 2015.

Suvachittanont .S., *and* Ratanapan P. 2013. *Optimization of Micro Crystalline Cellulose Production from Corn Cob for Pharmaceutical Industry Investment.* Department of Chemical Engineering. Faculty of Engineering. Kasetsart University. Thailand

Siro, I., *and* D. Plackett. 2010. *Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review*, *Cellulose*, 17. 459–494.

Solechudin., *and* Wibisono. 2002. *Buku kerja praktek*. PT Kertas Lecces Persero, Probolinggo.

Sri, Bandiyah. 2012. *Spektrofotometer IR*. http://bandiyahsriaprillia-fst09.web.unair.ac.idartikel_detail-48339-Umum-Spektrofotometer-IR.html. Diakses pada 29 Maret 2014.

Steven. Mardiyati., and R. Suratman. 2014. *Pembuatan Mikrokristalin Selulosa Rotan Manau (Calamus Manan Sp.) Serta Karakterisasinya* Fakultas Teknik Mesin dan Dirgantara, Institut Teknologi Bandung.

Syafwina, Y. Honda, T. Watanabe., *and* M. Kuwahara. 2002. *Pretreatment of oil palm empty fruit bunch by white-rot fungi for enzymatic saccarifi cation*. Wood Research, 89: 19–20.

Taghizadeh, M.T., *and* N. Sabouri. 2013. *Thermal Degradation Behavior of Polyvinyl Alcohol/Starch/Carboxymethyl Cellulose/Clay nanocomposites*. Universal Journal of Chemistry. 1.2.

Turbak A.F., Snyder F.W., *and* Sandberg K.R. 1983. *Microfibrillated cellulose, a new cellulose product: properties, uses, and commercial potential*. J Appl Polym Sci Appl Polym Symp, 37:815–827.

Terinte, Nicoleta., Ibbett, Roger., *and* C.S. Kurt. 2011. *Overview on Native Cellulose and Microcrystalline Cellulose I Structure Studied By X-Ray Diffraction (WAXD): Comparison between Measurement Techniques*. University of Nottingham. Austria

Vina. 2011. *Pengolahan Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit*.https://bgimesin. wordpress.com/2011/12/. Diakses pada tanggal 24 Oktober 2015.

West, Harney. 1984. *Ewing's Analytical Instrumentation Handbook 3rd Edition :Chapter 15*. Newyork: Marcel Dekker.

Yuvraj P., Chauhan, R., S. Sapkala., S. Sapkala., *and* G. S. Zamre. 2009. *Microcrystalline cellulose from cotton rags (waste from garment and hosiery industries)*. University Department of Chemical Technology. Sant Gadge Baba Amaravati University. Amaravati. India