

Ekstraksi Nanoselulosa dengan Metode Hidrolisis Asam sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara

Henry Julianto, Moh. Farid dan Amaliya Rasyida

Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
e-mail: mofaredo@gmail.com

Abstrak—Kebisingan merupakan polusi suara yang berdampak negatif terlebih disektor transportasi. Saat ini serat alam banyak digunakan dikarenakan ekonomis, ramah lingkungan dan ringan. Terlebih pabrik pengolahan minyak kelapa sawit memberikan kontribusi limbah yang beragam yaitu dari limbah cair, gas, dan padat. Limbah kelapa sawit yang terdapat di Indonesia memiliki jumlah yang sangat banyak, menurut survey yang dilakukan saat ini, limbah Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) mencapai 20 juta ton. Karena limbah yang begitu banyak dan tidak terpakainya TKKS maka dibuatlah penelitian ini yang bertujuan untuk mengekstraksi nanoselulosa dari TKKS dengan metode hidrolisis asam yang akan digunakan sebagai *filler* dalam komposit sebagai penguat absorpsi suara. Pengujian yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi Transmission Electron Microscope (TEM) dan Scanning Electron Microscope (SEM). Dari hasil pengujian dapat dilihat bahwa diameter serat tereduksi oleh H_2SO_4 hingga 5 – 9.1 nanometer dengan Transmission Electron Microscope (TEM) dan 290.4 nm dengan Scanning Electron Microscope (SEM). Nanoselulosa yang didapat cenderung menggumpal dikarenakan terjadinya ikatan vanderwalls antar partikel serat.

Kata Kunci—Absorpsi Suara, Hidrolisis Asam, Morfologi, Nanoselulosa, Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit.

I. PENDAHULUAN

KEBISINGAN merupakan polusi suara yang berdampak negatif terlebih disektor transportasi. Kendaraan bermotor berpartisipasi sebanyak 55% dalam kebisingan yang terjadi. Menurut PerMenLH No.07 Tahun 2009 tentang ambang batas kebisingan kendaraan bermotor tipe baru menyatakan bahwa kendaraan bermotor memiliki ambang batas kebisingan rata-rata 80 dB [1].

Pada perkembangannya, saat ini telah dikembangkan berbagai material komposit dari serat alam yang digunakan sebagai material peredam suara. Peredam suara atau absorber suara adalah salah satu bahan yang dapat menyerap energi suara dari sumber suara. Energi suara yang diserap oleh bahan akan dikonversikan menjadi bentuk energi lainnya, pada umumnya diubah ke energi kalor [2]. Beberapa absorption materials adalah fibers, glasswool, woven glass fiber dan sebagainya [3]. Komposit serat alami merupakan salah satu alternatif bahan absorber suara. Serat alam pada umumnya memiliki kemampuan menyerap suara khususnya dalam mengendalikan kebisingan.

Tabel 1.

Sifat Fisik-Mekanik dari Serat Kelapa Sawit [4]

Property	Range
Diameter (μm)	150-500
Microfibrillar angle ($^\circ$)	46
Density (g/cm^3)	0.7-1.55
Tensile strength (MPa)	50-400
Young's Modulus (GPa)	0.57-9
Elongation at break (%)	4-18
Tensile strain (%)	13.71
Light-weighted fiber length (mm)	0.99
Cell wall thickness (μm)	3.38
Fiber coarseness (mg/g)	1.37
Fines (<0.2mm) (%)	27.6
Rigidity index, $(T/D)^3 \times 10^{-4}$	55.43

Tabel 2.

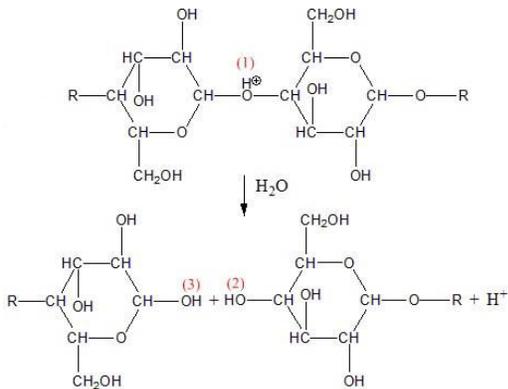
Komposisi Kimia dari Serat Kelapa Sawit [4]

Property	Range
Cellulose (%)	42.7-65
Lignin (%)	13.2-25.31
Hemicellulosa (%)	17.1-33.5
Holocellulose (%)	68.3-86.3
Ash content (%)	1.3-6.04
Extractives in hot water (%)	2.8-14.79
Solubles in cold water (30°C) (%)	8-11.46
Alkali soluble (%)	14.5-31.17
Alfa-cellulose (%)	41.9-60.6

Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS) merupakan salah satu limbah yang terdapat di Indonesia. Serat TKKS digunakan pada penelitian ini dikarenakan jumlahnya yang cukup banyak dan kadar selulosa yang cukup tinggi dan lignin yang sedikit berkisar serta penggunaannya yang ekonomis, dapat diperbaharui, dan ramah lingkungan. Serat alam juga memiliki beberapa keunggulan yaitu densitas yang rendah, kekuatan yang cukup tinggi, abrasivitas yang rendah, dan kemampuan *biodegradable* yang tinggi. Adapun sifat fisik dan mekanik serta komposisi dari Serat TKKS sendiri ditunjukkan Tabel 1 dan Tabel 2.



Gambar 1. Serat TKKS hasil hidrolisis asam.



Gambar 2. Reaksi Hidrolisis Asam pada Selulosa.

Kadar selulosa dalam serat TKKS mencapai 42,7 – 65% dimana hal tersebut sangatlah baik untuk pembuatan nanoselulosa. Serat TKKS dengan densitas yang berbeda akan mempengaruhi absorpsi suara. Menurut Hee [5], Serat TKKS dengan densitas 292 kg/m³ dapat menyerap suara rata-rata sebesar 0,9 pada frekuensi diatas 1 kHz. Begitu juga dengan ketebalan serat, semakin tebal serat maka koefisien absorpsi suara juga akan semakin meningkat.

Telah banyak penelitian mengenai pengaplikasian komposit dengan menggunakan serat alam sebagai material penyerap suara. Komposit polyester berpenguat bambu-rami dengan aspek rasio 90, nilai α serat rami mencapai 0.836 pada frekuensi 125 Hz. Serat bambu mencapai nilai α 0.972 pada frekuensi 1000Hz. Terdapat kenaikan secara signifikan nilai koefisien absorpsi suara pada frekuensi 125 Hz untuk material poliester berpenguat serat rami dan pada frekwensi menengah 1000 Hz untuk material poliester berpenguat serat bamboo [6].

Penelitian Farid dan Tri (2013) mengatakan bahwa komposit poliester berpenguat serat rami pada frekuensi 1255 Hz memiliki nilai koefisien absorpsi suara (α) sebesar 0.835 [7].

II. METODE PENELITIAN

A. Material

Material yang digunakan dalam penelitian ini adalah serat Tandan Kosng Kelapa Sawit (TKKS) yang berasal dari PT. Intan Andalan. Kelapa sawit ditanam di Dumai, Riau dengan umur 6 tahun. Hasil TKKS dikenakan proses bleaching dengan



Gambar 3. Serat TKKS Hasil Hidrolisis dalam storage.



Gambar 4. TEM JEOL 1400 [10].

di-*stirrer* dengan H₂O₂ 7,2%wt dan NaOH 4%wt dengan diameter berkisar 40-60 μ m di atas *hot magnetic stirrer* dengan temperature 55°C selama 2 jam . Setelah dilakukan proses bleaching maka serat hasil proses bleaching di netralkan dengan larutan H₂SO₄ hingga pH = 7 (normal).

B. Proses Hidrolisis Asam

Pengolahan nanoselulosa diawali dengan adanya proses bleaching. Proses *bleaching* merupakan proses penghilangan lignin dan hemiselulosa dari serat TKKS yang diikuti dengan pengurangan diameter dari serat. Setelah itu serat yang sudah di-*bleaching* akan dikenakan H₂SO₄ 64% atau yang dinamakan dengan proses hidrolisis asam selama 45 menit dengan temperature 40°C dengan metode *water bath*. Perlakuan hidrolisis asam bertujuan untuk memecah bagian amorfus dari selulosa sehingga mereduksi ukuran serat seperti yang ditunjukkan seperti Gambar 2. Ketika asam sulfat berdifusi ke dalam serat terjadi pemisahan ikatan glikosidik sehingga terjadi pemisahan fibril pada selulosa. Kondisi ini harus dijaga agar tidak terjadi hidrolisis sempurna glukosa [8]. Gambar 1 merupakan larutan hasil hidrolisis yang belum dinetralkan.

Setelah dilakukan hidrolisis asam lalu larutan dinetralkan hingga pH = 7 dengan larutan NaOH. Setelah di netralkan, maka larutan akan di *centrifuge* dengan kecepatan putar 5000 rpm selama 15 menit di Laboratorium Limbah B3 Teknik Lingkungan ITS untuk mendapatkan endapan nanoselulosa.

Endapan Nanoselulosa dimasukkan ke dalam *storage* seperti Gambar 3.



Gambar 5. SEM Inspect S50 [12].

Mengisolasi selulosa berukuran nano dari serat dapat dicapai dengan hidrolisis asam yang mengakibatkan suspensi koloid agregat [9]. Pada Gambar 2 menunjukkan reaksi hidrolisis asam pada selulosa. Asam sulfat yang diencerkan dengan air akan membentuk ion H_3O^+ yang kemudian ion H^+ bereaksi dengan salah satu cincin selulosa seperti pada Gambar 2 (1) membentuk ikatan O-H pada Gambar 2 (2). Reaksi ini menghasilkan H_2O yang kemudian H_2O akan bereaksi dengan cincin selulosa yang satunya membentuk ikatan O-H seperti pada Gambar 2 (3) dan menghasilkan ion H^+ . Nanoselulosa ditunjukkan pada Gambar 3.

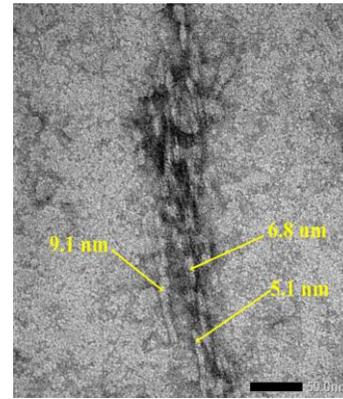
C. Pengujian Transmission Electron Microscope (TEM)

Pengujian TEM memiliki fungsi untuk analisis morfologi, struktur kristal, dan komposisi spesimen. TEM menyediakan resolusi lebih tinggi dibandingkan SEM, dan dapat memudahkan analisis ukuran atom (dalam jangkauan nanometer) menggunakan energi berkas electron sekitar 60 sampai 350 keV. Mesin TEM yang digunakan adalah JEOL TEM 1400 seperti pada Gambar 4. TEM cocok untuk menjadi teknik pencitraan material padat pada resolusi atomik. Informasi struktural diperoleh dengan pencitraan resolusi tinggi dan difraksi elektron. Ketika elektron ditumbukkan pada sebuah permukaan material, dari permukaan tersebut akan dipancarkan elektron. Dari pancaran elektron ini bisa diketahui bentuk permukaan zat. Spesifikasi dari alat JEOL TEM 1400 adalah resolusi yang sangat tinggi hingga 0.2 nm, tegangan sampai 120 kV, dan perbesaran dari 200 sampai dengan 1.200.000x.

Prinsip kerja dari TEM sendiri adalah Elektron ditembakkan dan ditembuskan melewati objek spesimen dengan difokuskannya elektron oleh *condenser lens*. Lalu elektron akan mengenai *fluorescent screen*, dimana layar ini akan memancarkan cahaya jika dikenai elektron.

D. Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian ini memiliki fungsi untuk mengetahui morfologi, ukuran partikel, pori serta bentuk partikel material. Standar pengujian yang digunakan adalah ASTM E986 [11]. Mesin SEM yang digunakan adalah Inspect S50 seperti pada Gambar 5 dengan spesifikasi tegangan volt: 200 V – 30 kV, arus: sampai dengan $2\mu\text{A}$, dan perbesaran: 13 to 1000000x untuk partikel, material berpori, dan serat serta komposit.



Gambar 6. TEM serat TKKS hasil hidrolisis asam dengan perbesaran 80000x.

Sampel yang digunakan berupa lembaran yang dilengketkan pada *holder* dengan menggunakan selotip karbon *double tape*. Kemudian dimasukkan ke dalam alat pelapis *autofine-coater* JFC-1100 untuk melapisi sampel dengan lapisan tipis Au-Pd (80:20). Lalu, sampel dimasukkan dalam *specimen chamber* pada alat SEM. Perbesaran yang digunakan adalah 50-1000 kali

Cara kerja SEM adalah dengan menembakkan elektron dari *electron gun* lalu melewati *condensing lenses* dan pancaran elektron akan diperkuat dengan sebuah kumparan, setelah itu elektron akan difokuskan ke sampel oleh lensa objektif yang ada dibagian bawah. Pantulan elektron yang mengenai permukaan sampel akan ditangkap oleh *backscattered electron detector* dan *secondary electron detector* yang kemudian diterjemahkan dalam bentuk gambar pada display.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

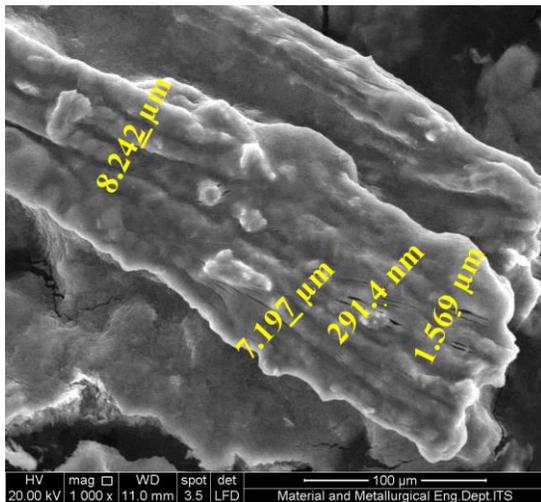
A. Hasil Pengujian Transmission Electron Microscope

Pengamatan morfologi dengan skala nanometer (nm) dari nanocellulose ditunjukkan pada Gambar 6. Gambar tersebut menunjukkan hasil pengujian TEM pada serat *nanocellulose* setelah proses hidrolisis asam.

Gambar 6. menunjukkan hasil serat TKKS setelah di hidrolisis, terlihat bahwa serat mengalami penggumpalan pada sebagian besar gambar dan terdapat sedikit serat tunggal. Struktur yang menggumpal/aglomerasi seperti ini menunjukkan fiber mengalami pemecahan. Hal tersebut dikarenakan proses hidrolisis yang memecah fiber-fiber selulosa. Masing-masing serat yang terdiri dari serat tunggal melekat bersama [13]. Hal ini terjadi karena adanya gaya tarik menarik Van der Waals antar nanopartikel tersebut [14]. Ukuran serat tunggal yang terlihat pada perbesaran 80000x sekitar 5.1 - 9.1 nm.

B. Hasil Pengujian Scanning Electron Microscope

Pengamatan morfologi juga dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil pada serat setelah proses hidrolisis asam berkisar antara 291.4 nm sampai dengan 8242 μm yang ditunjukkan pada Gambar 11. Jika dilihat dari morfologi serat mengalami aglomerasi satu dengan yang lain yang dikarenakan gaya tarik menarik Van der Waals [11].



Gambar 7. SEM serat TKKS hasil hidrolisis asam dengan perbesaran 1000x.

IV. KESIMPULAN

Proses hidrolisis asam dari serat tandan kosong kelapa sawit menghasilkan selulosa yang berukuran nano. Hasil SEM menunjukkan diameter serat sebesar 291.4 nm sampai dengan 8242 μm . Reduksi serat dari proses bleaching hingga hasil hidrolisis sebesar 91.65%. Pengujian TEM menunjukkan diameter serat tunggal yaitu 5.1 – 9.1 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis berterimakasih kepada Program Penelitian Unggulan Perguruan Tinggi (PUPT) Kemenristekdikti 2017 atas dukungan dana dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Mediatika, *Material Akustik Pengendali Kualitas Bunyi pada*

- Bangunan*. Yogyakarta, 2009.
- [2] A. Wirajaya, “Karakteristik Komposit Sandwich Serat Alami Sebagai Absorber Suara,” Bandung, 2007.
- [3] Kalita, Ujjal, A. Pratap, and S. Kumar., “Absorption Materials Used In Muffler A Review,” *Int. J. Mech. Ind. Technol.*, vol. 2, no. 2, pp. 31–37, 2015.
- [4] Shinoj, “Oil palm fiber (OPF) and its composites,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 33, pp. 7–22, 2011.
- [5] O. . Hee, “Sound Absorption Performance Of Oil Palm Empty Fruit Bunch Fibers,” 2016.
- [6] M. Farid, H. Ardhyanta, V. M. Pratiwi, and S. P. Wulandari, “Correlation between Frequency and Sound Absorption Coefficient of Polymer Reinforced Natural Fibre,” *Adv. Mater. Res.*, vol. 1112, pp. 329–332, 2015.
- [7] M. Farid and T. Heryanto, “Correlation of Normal Incidence Sound Absorption Coefficient (NAC) and Random incidence Sound Absorption Coefficient (RAC) of Polyester/Ramie Fibre Composite Materials,” *Adv. Mater. Res.*, vol. 789, pp. 269–273, 2013.
- [8] X. M. Dong, J. V. Revol, and D. G. Gray, “Effect of Microcrystallite Preparation Conditions on the Formation of Colloid Crystals of Cellulose,” *Cellulose*, vol. 5, pp. 19–32, 1998.
- [9] M. Pääkkö and et al, “Enzymatic Hydrolysis Combined with Mechanical Shearing and High-Pressure Homogenization for Nanoscale Cellulose Fibrils and Strong Gels,” *Biomacromolecules*, vol. 8, pp. 1934–1941, 2007.
- [10] Avba, “JEM 1400 Plus Electron Microscope,” 2014. [Online]. Available: http://www.avba.co.il/image/users/390742/ftp/my_files/JEOL-JEM-1400Plus - Brochure.pdf?id=28918316.
- [11] ASTM Standard E986, “Scanning Electron Microscope Beam Size Characterization,” 2004.
- [12] Anonymous, “Inspect S50 Easy to use mainstream SEM enabling quick, accurate answers,” 2014. [Online]. Available: http://www.fe.i.co.jp/_documents/DS0018-05-2014_Inspect_S50-WEB.pdf.
- [13] G. Mondragon, “A common strategy to extracting cellulose nanoentities from different plants,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 55, pp. 140–148, 2014.
- [14] A. Johari, *Isolation, Characterization, and Application of Nanocellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber as Nanocomposite*. Hindawi Publishing Corporation, 2014.