

KARAKTERISASI SELULOSA MIKRO-KRISTAL DARI TANDAN KOSONG SAWIT

Tjahjono Herawan dan Meta Rivani

Abstrak Tandan kosong sawit (TKS), seperti biomassa pada umumnya, adalah sumber paling penting untuk bahan kimia, material dan produk bernilai lainnya. Salah satu jenis bahan kimia yang dapat dikembangkan dari TKS adalah selulosa mikro-kristal (MCC). Selulosa mikro-kristal banyak digunakan pada industri pangan, farmasi dan polimer. Tulisan ini membahas karakterisasi selulosa mikro-kristal dari TKS yang dibuat melalui proses hidrolisis asam. Ada dua bahan baku yang digunakan yaitu selulosa TKS dan α -selulosa TKS. Masing-masing bahan baku dihidrolisis menggunakan dua jenis asam, yaitu asam sulfat dan asam klorida. Hidrolisis dilakukan pada suhu dan tekanan ruang. Karakterisasi selulosa mikro-kristal dilakukan dengan analisis SEM, XRD, FTIR, dan TGA. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa perbedaan bahan baku mempengaruhi kristalinitas produk selulosa mikro-kristal. Selulosa mikro-kristal yang diperoleh dari hidrolisis α -selulosa TKS mempunyai dua jenis kristalin yang berbeda, dimana hasil XRD menunjukkan ada dua puncak kristalin yang berhimpitan. Sebaliknya, selulosa mikro-kristal yang dihasilkan dari hidrolisis selulosa TKS memiliki hanya satu puncak kristalin. Hal ini sesuai dengan satu jenis kristalin pada mikro-kristalin komersial dari *Acros Organic* (Belgia). Indeks kristalinitas selulosa mikro-kristal dari hidrolisis selulosa TKS adalah 67,74 – 71,43%, sedikit lebih rendah dari mikro kristal selulosa komersial (76%). Ukuran partikel mikrokristal selulosa dari TKS adalah 10 – 100 μm .

Kata kunci: tandan kosong sawit, hidrolisis asam, selulosa mikro-kristal, karakterisasi.

Penulis yang tidak disertai dengan catatan kaki instansi adalah peneliti pada Pusat Penelitian Kelapa Sawit

Tjahjono Herawan (✉)
Pusat Penelitian Kelapa Sawit
Jl. Brigjen Katamso No. 51 Medan, Indonesia
Email: tjherawan@yahoo.com

Abstract Empty fruit bunch (EFB), like others biomass, is an important source for chemicals, materials, and valuable products. One of chemicals that is converted from EFB is microcrystallin cellulose (MCC). MCC is used in food, pharmacy and polymer industry. This paper explains about MCC characterization which is obtained by acidic EFB hydrolysis. There were two raw materials used, cellulose from EFB and α -cellulose from EFB. Each of them was hydrolyzed by different acid, sulfuric acid and hydrochloric acid. Hydrolysis was conducted in mild condition. MCC characterization was carried out with SEM, XRD, FTIR and TGA analysis. The result shows that different raw materials affect to crystallinity index on MCC products. MCC obtained from EFB α -cellulose hydrolysis has distinguish crystalline, which is indicated by coinciding two crystalline peaks. On the other hand, MCC gained from EFB cellulose has only one crystalline peak. It is appropriate with crystalline peak of commercial MCC from *Acros Organic* (Belgia). Crystallinity index of MCC obtained from EFB cellulose is around 67.74 – 71.43%, a slightly lower than commercial MCC (76%). Particle size of MCC is around 10 – 100 μm .

Keywords: empty fruit bunch, acid hydrolysis microcrystallin cellulose, characterization.

PENDAHULUAN

Perkembangan perkebunan kelapa sawit yang sangat pesat selain meningkatkan produksi minyak kelapa sawit juga menghasilkan limbah tandan kosong sawit (TKS) yang cukup besar. Saat ini, jumlah TKS yang dihasilkan di Indonesia diperkirakan sebesar 25 juta ton/tahun, atau sekitar 270 ton/hari untuk PKS berkapasitas 60 ton/jam. Apabila tidak dimanfaatkan dan ditangani dengan baik, limbah TKS akan menjadi persoalan serius.

Di sisi lain, TKS mengandung α -selulosa, lignin, dan hemi-selulosa yang dapat dikonversikan menjadi berbagai bahan kimia, material, dan produk bernilai lainnya. Salah satu jenis bahan kimia yang dapat dikonversikan dari TKS adalah selulosa mikro-kristal. Selulosa mikro-kristal adalah bentuk selulosa dari bagian non-serat yang telah terdepolimerisasi parsial dan dimurnikan, berwarna putih, tidak berbau, tidak berasa, berbentuk serbuk dan merupakan partikel berpori (Adel *et al.*, 2011). Selulosa mikro-kristal telah dikembangkan dalam berbagai aplikasi industri seperti farmasi (Fechner *et al.*, 2003), *edible film* (Psomiadou *et al.*, 1997), *yogurt* (Nawar *et al.*, 2010), dan khususnya sebagai penguat dan pengisi pada matrik polimer atau biokomposit (Kasapis, 1999; Petersson *et al.*, 2006; dan John *et al.*, 2008).

Berbagai proses telah dilakukan untuk mendapatkan selulosa mikro-kristal dengan tingkat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi. Proses yang dilakukan seperti menggunakan pelarut alkalin, hidrolisis asam atau mekanik (Bhattacharya *et al.*, 2008; Keshk *et al.*, 2008; Keshk *et al.*, 2011; Kim *et al.*, 2012; Liu *et al.*, 2011; Mandal *et al.*, 2011; Oyeniyi *et al.*, 2012). Secara umum hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa penghilangan bagian amorf selulosa mempengaruhi struktur, kristalinitas, kestabilan termal dan morfologi permukaannya.

Perlakuan proses yang berbeda menghasilkan perbedaan struktur dan morfologi selulosa mikro-kristalin (Zuluaga *et al.*, 2009; Sheltami *et al.*, 2012). Selain itu, sumber bahan baku selulosa yang berbeda juga menghasilkan selulosa mikro-kristal yang berbeda pula. Hal ini dikarenakan masing-masing jenis selulosa memiliki perbedaan pada kristalinitas, kadar air, luas permukaan, struktur pori, dan berat molekul (El-Sakhawy *et al.*, 2007; Adel *et al.*, 2011). Perbedaan struktur dan morfologi menentukan aplikasi selulosa mikro-kristal pada industri.

Tulisan ini menjelaskan karakterisasi selulosa mikro-kristalin yang diperoleh melalui hidrolisis asam dari bahan selulosa dan α -selulosa TKS. Secara umum, pemanfaatan TKS sebagai bahan baku selulosa mikro-kristal diharapkan dapat mengatasi masalah pengelolaan limbah TKS dan memberikan nilai tambah bagi industri kelapa sawit.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan baku TKS diambil dari PKS Adolina PTP Nusantara IV, Sumatera Utara. Bahan kimia yang digunakan adalah potasium hidroksida (KOH), sodium hidroksida (NaOH), asam sulfat (H_2SO_4), asam klorida (HCl), dan bahan kimia lain. Bahan kimia tersebut diperoleh dari supplier lokal di Indonesia dan Jerman. Penelitian dilakukan di Laboratorium Oleokimia (Pusat Penelitian Kelapa Sawit, Medan), *Forschung Labor* dan *Elektronenmikroskopie Labor* di Naturwissenschaftliche Technik, University of Applied Science Emden-Leer, Emden-Jerman.

Metode

Isolasi selulosa TKS

Tandan kosong sawit (TKS) dicacah dengan menggunakan mesin pencacah lalu dikeringkan. Selanjutnya, sebanyak 10 kg cacahan TKS kering dimasukkan ke tangki pemasak, ditambahkan 100 liter larutan KOH 4% dan dimasak selama dua jam pada $100^\circ C$. Setelah itu, residu disaring lalu direndam dalam larutan sodium hipoklorit 2,5% selama 24 jam pada suhu kamar. Selulosa TKS disaring, dicuci hingga netral dan dikeringkan.

Isolasi α -selulosa

Selulosa TKS direndam dalam NaOH 17,5% ($\pm 10^\circ C$) selama satu jam lalu disaring. Residu dicuci dengan NaOH 8,3% dan aquades. Kemudian, residu direndam dalam asam asetat 10% selama beberapa menit, disaring, dicuci hingga netral, dan dikeringkan.

Pembuatan selulosa mikro-kristal

Sebanyak ± 2 gram α -selulosa atau selulosa TKS direndam dalam NaOH 4% selama 24 jam. Kemudian, sampel disaring dan residu dicuci hingga netral. Residu dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi 6% asam sulfat atau asam klorida, direfluks selama satu jam pada $105^\circ C$ lalu disaring. Residu dicuci hingga netral dan dikeringkan pada suhu $60^\circ C$. Residu kering adalah selulosa mikro-kristal.

Karakterisasi selulosa mikro-kristal

Penentuan komposisi kimia selulosa

Sampel TKS, selulosa TKS, α -selulosa TKS dan selulosa mikro-kristal dikarakterisasi komposisi kimianya dengan menggunakan prosedur analisa SNI. Adapun prosedur analisa SNI yang dipakai adalah SNI 14-0492-1990A untuk komposisi lignin, SNI 14-1303-1989A untuk komposisi holoselulosa, dan SNI 14-0444-1989A untuk komposisi α -selulosa.

Identifikasi morfologi selulosa

Analisa menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk mengetahui morfologi, struktur makro dan mikro selulosa (Zuluaga *et al.*, 2009). Sampel kering diletakkan pada suatu lapisan film karbon dan diobservasi dengan mikroskop elektron Bruker EVO MA10-Zeiss dengan energi 20 kV.

Penentuan indeks kristalinitas selulosa

Indeks kristalinitas selulosa mikro-kristal dianalisa dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) (Zuluaga *et al.*, 2009). Sampel kering dan halus diletakkan di piring berdiameter 2 cm atau untuk sampel amorf dibentuk tablet berdiameter 1 cm. Piring dan tablet diradiasi oleh Bruker dengan WI 30 KV/15 MA pada skala 2-teta antara 5-60° dengan tahapan 0,02° dan 1 detik. Indeks kristalinitas dihitung berdasarkan persamaan Segal yaitu $Crl = (I_{002} - I_{am}) / I_{am}$, dimana I_{002} adalah intensitas maksimum pada 22° dan I_{am} adalah intensitas minimum pada 18°.

Identifikasi struktur kimia selulosa

Fourier Transform Infrared (FTIR) *Spectoscopy* adalah instrumentasi analisa yang digunakan untuk

mengidentifikasi struktur kimia berdasarkan panjang gelombang. Analisa dilakukan dengan menggunakan ATR-FTIR Bruker.

Penentuan kestabilan panas selulosa

Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) digunakan untuk mengkarakterisasi kestabilan panas selulosa. Sekitar 2 mg sampel dipanaskan dari 30°C hingga 750°C pada laju pemanasan 10°C/menit dan dengan laju alir nitrogen 20 ml/min.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Komposisi kimia selulosa

Secara umum, tumbuhan berkayu termasuk TKS terdiri dari ikatan-ikatan polimer selulosa dan hemiselulosa yang direkatkan oleh lignin. Proses isolasi menggunakan bahan kimia maupun enzimatik dapat menyebabkan ikatan-ikatan polimer tersebut terpisah menjadi bagian tersendiri. Besarnya komposisi selulosa, hemiselulosa dan lignin pada TKS hampir sama meskipun komposisi selulosa paling besar di antara yang lain (Tabel 1).

Proses isolasi selulosa TKS mempengaruhi komposisi kimianya. Penambahan larutan alkali dan sodium hipoklorit pada proses isolasi selulosa TKS menyebabkan lignin dan hemiselulosa terpisah dari selulosa. Hal ini diketahui dari perubahan komposisi kimianya, dimana terjadi penurunan 60% lignin dan 26% hemiselulosa dari komposisi awal TKS. Sebaliknya, kandungan selulosa meningkat 76% (Tabel 1). Indikator lain adalah perubahan warna dari coklat (serat cacahan TKS) menjadi putih kekuningan (selulosa TKS).

Tabel 1. Komposisi kimia selulosa.

No	Sampel	Lignin dan abu (%)	Selulosa (%)	Hemiselulosa (%)	Ekstraktif (%)
1	TKS ^{*)}	26,85	37,50	28,57	7,08
2	Selulosa TKS	6,84	66,04	20,84	-
3	α -Selulosa TKS	0,69	90,80	8,51	-
4	MCC-TKS ^{**)}	-	100	-	-
5	MCC standar	-	100	-	-

^{*)} sumber : Herawan *et al.*, 2010

^{**)} mikro kristal selulosa dari TKS

Tahap isolasi lanjutan, isolasi α -selulosa, juga mengakibatkan perubahan komposisi kimia selulosa. Perendaman selulosa TKS dalam larutan alkali menurunkan sekitar 96% lignin dan 70% hemiselulosa dari komposisi awal TKS (Tabel 1). Di sisi lain, kandungan selulosa meningkat 1,4 kali dan berwarna putih. Proses pembuatan selulosa mikro-kristal menghasilkan selulosa murni (Tabel 1) dan juga berwarna putih, sesuai dengan standar selulosa mikro-kristal (MCC).

Kemiripan komposisi kimia tersebut membuktikan bahwa serat TKS dapat dikonversikan menjadi selulosa mikro-kristal. Selain itu, dari rangkaian tahapan isolasi selulosa dapat diketahui bahwa alkali sangat efektif memisahkan seluruh lignin dan sebagian besar hemiselulosa dari fraksi selulosa TKS.

Identifikasi morfologi selulosa

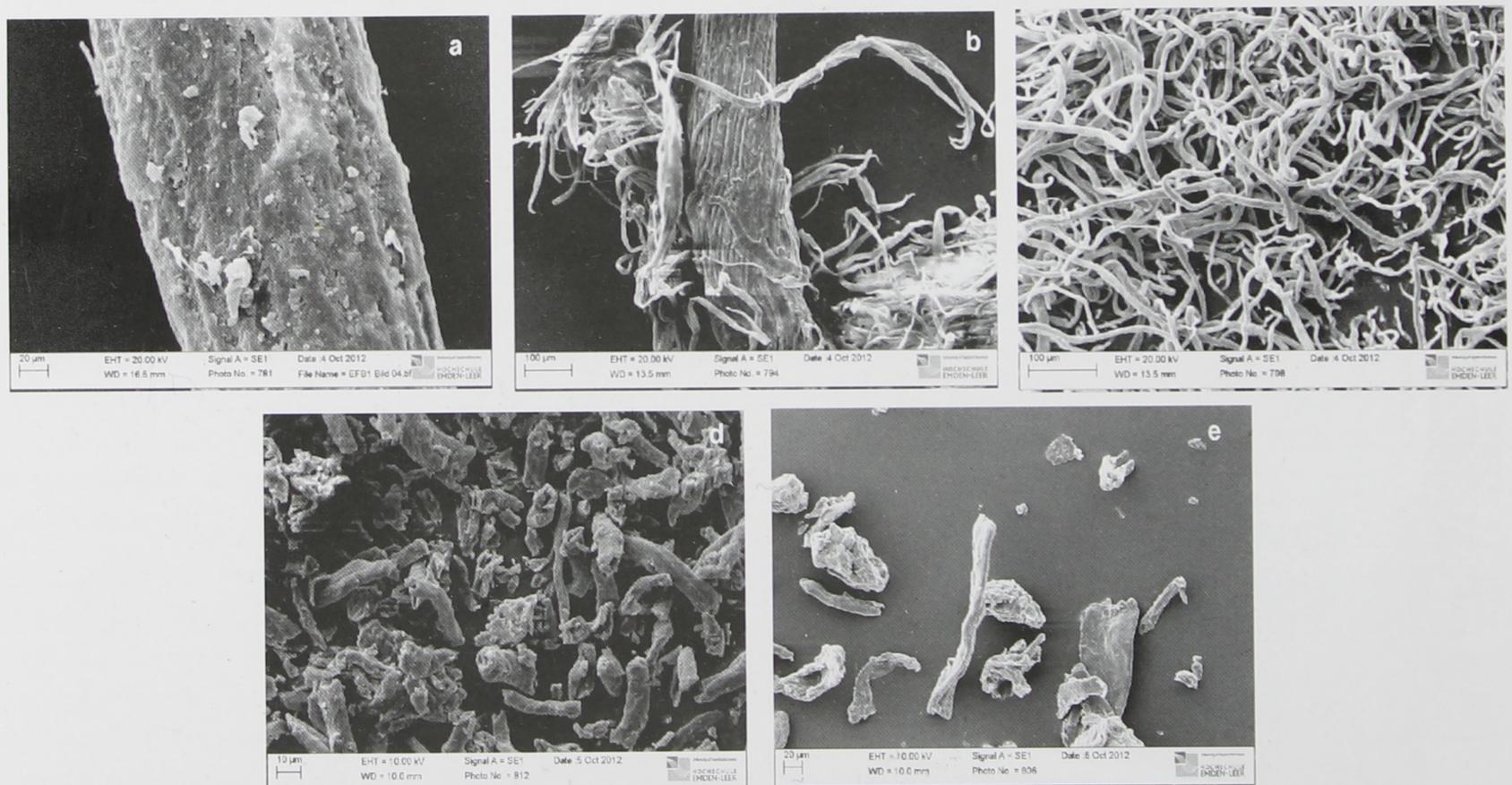
Perubahan komposisi kimia pada setiap tahapan isolasi selulosa TKS dapat divisualisasikan secara mikroskopis melalui SEM. Hasil foto SEM menunjukkan bahwa terdapat perubahan morfologi dan ukuran partikel selulosa selama proses isolasi berlangsung (Gambar 1).

Secara teori, penambahan larutan alkali dan sodium hipoklorit menyebabkan lignin larut sehingga makrofibril TKS terlepas. Selain itu, sebagian hemiselulosa dan selulosa amorf juga terlarut dalam alkali dan bercampur bersama larutan lignin. Teori perubahan morfologi tersebut tersebut dibuktikan oleh hasil SEM pada Gambar 1a dan 1b.

Pada gambar 1a terlihat morfologi bahan baku TKS berupa makrofibril dengan permukaannya yang masih kasar seperti ada lapisan. Lapisan tersebut adalah lignin, dimana silika (bulatan putih) jika melekat di lapisan tersebut. Makrofibril TKS memiliki diameter 180-200 μm .

Selanjutnya perubahan morfologi mulai terjadi setelah TKS diproses dalam alkali dan alkali hipoklorit. Gambar SEM (Gambar 1b) menunjukkan makrofibril terurai menjadi makrofibril yang lebih kecil dan pendek (diameter 20-190 μm). Selain itu, permukaan makrofibril terlihat tidak ada lapisan lignin dan silika. Hal ini menunjukkan bahwa larutan alkali memisahkan hampir seluruh lignin dan sebagian hemiselulosa dari α -selulosa sehingga diameter makrofibril mengecil.

Perubahan morfologi terus terjadi setelah selulosa direndam dalam alkali (proses isolasi α -selulosa).



Gambar 1. Morfologi sampel berdasarkan hasil SEM. Sampel TKS (a), selulosa TKS (b), α -selulosa TKS (c), selulosa mikro-kristal produk (d) dan selulosa mikro-kristal standar (e).

Pada proses ini, sebagian besar hemiselulosa dan sebagian kecil amorf selulosa ikut terlarut dalam alkali menghasilkan gula reduksi. Hal ini dibuktikan dari mikrofibril yang semakin kecil dan hampir seragam (diameter 11-16 μm) serta permukaan seratnya semakin terlihat (Gambar 1c).

Penggunaan asam pada hidrolisis α -selulosa atau selulosa TKS mengakibatkan sebagian besar amorf selulosa larut dan menyisakan bagian kristalin dalam ukuran mikro. Hal ini diketahui dari diameter mikrofibril setelah hidrolisis 6-10 μm dan panjang 10-100 μm (Gambar-1d). Jika dibandingkan dengan selulosa mikro-kristal komersial, diameter 10-50 μm dan panjang 10-150 μm (Gambar 1.E), maka morfologi dan ukuran selulosa mikro-kristal TKS sudah sesuai standar. Namun, untuk memastikan perubahan makrofibril dan pengaruh asam terhadap bagian amorf dan kristalin maka diperlukan analisa XRD.

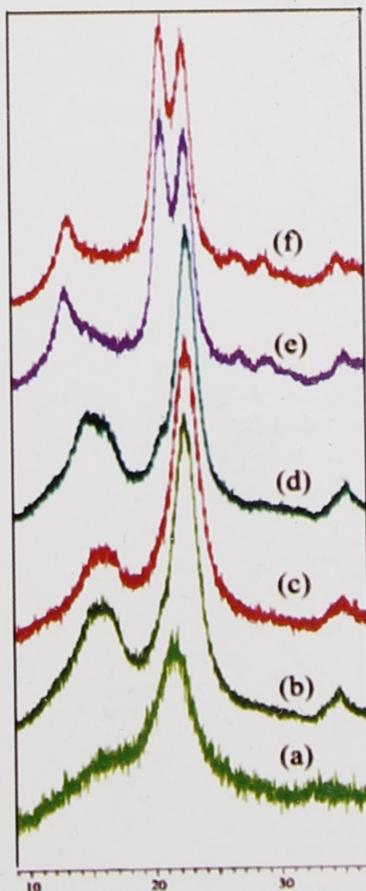
Penentuan indeks kristalinitas selulosa

Hasil pola XRD untuk sampel TKS menunjukkan puncak kristalin pada $2\theta = 22^\circ$ dengan intensitas yang rendah (Gambar 2a). Hal ini memperkuat hasil

foto SEM TKS (Gambar 1a) bahwa TKS mempunyai bagian kristalin meskipun tidak terlihat dari visual SEM, yang diketahui dari adanya puncak pada 22° . Selain itu, TKS masih berupa ikatan serat yang terdiri dari sebagian besar amorf dan sebagian kecil kristalin yang ditunjukkan dari intensitas kristalin rendah pada puncak 22° .

Berbeda dari TKS, karakter kristalin produk selulosa mikro-kristal, yang diperoleh dari hidrolisis α -selulosa menggunakan asam klorida maupun asam sulfat, berada pada $2\theta = 12,0^\circ$; $20,0^\circ$; dan $21,7^\circ$ (Gambar 2e dan 2f). Ada perubahan indeks kristalinitas dari puncak 22° (bahan baku TKS) menjadi $21,7^\circ$, yang disebabkan perlakuan selama proses pembuatan α -selulosa.

Perbedaan karakter kristalin juga terjadi pada produk selulosa mikro-kristal yang diperoleh dari hidrolisis selulosa TKS. Puncak kristalin produk ini terdapat pada $2\theta = 15,0^\circ$; $22,4^\circ$; dan $34,4^\circ$ (Gambar 2b dan 2c). Karakteristik ini memiliki kemiripan dengan karakteristik kristalin selulosa mikro-kristal standar (komersial) yang berasal dari *Acros Organic (Belgia)*, yaitu pada $2\theta = 15,0^\circ$; $22,5^\circ$; dan $34,5^\circ$ (Gambar 2d).



Gambar 2. Indeks kristalin sampel dari hasil XRD. Sampel TKS (a), produk selulosa mikro-kristal dari hidrolisis selulosa TKS dengan asam klorida (b), produk selulosa mikro-kristal dari hidrolisis selulosa TKS dengan asam sulfat (c), selulosa mikro-kristal standar (komersial) (d), produk selulosa mikro-kristal dari hidrolisis α -selulosa dengan asam klorida (e), produk selulosa mikro-kristal dari hidrolisis α -selulosa dengan asam klorida (f).

Dari segi intensitas kristalin, produk selulosa mikro-kristal dari selulosa TKS dan α -selulosa masih memiliki intensitas yang lebih rendah dari selulosa mikro-kristal standar. Indeks kristalinitas selulosa mikro-kristal dari TKS berkisar antara 67,74 – 71,43%, sedikit lebih rendah dibandingkan indeks kristalinitas selulosa mikro-kristal standar yang mencapai 76%. Indeks kristalinitas ini mungkin dapat ditingkatkan dengan hidrolisis bertahap untuk menghilangkan bagian amorf pada selulosa yang masih terdapat pada mikro-kristal TKS.

Zhao *et al.* (2007) menyatakan bahwa bagian amorf yang pertama sekali terhidrolisis adalah bagian amorf terluar permukaan suatu mikrofibril. Bagian kristalin terletak di bagian dalam mikrofibril dan dikelilingi oleh bagian amorf. Asam dan air dapat menghidrolisis bagian amorf pada makrofibril menyebabkan makrofibril berubah menjadi mikrofibril. Akan tetapi, kecepatan hidrolisis akan menurun ketika penetrasi pada mikrofibril.

Pernyataan tersebut berhubungan dengan terdapatnya dua jenis puncak yang berbeda pada hidrolisis selulosa TKS dan hidrolisis α -selulosa TKS. Selulosa TKS mengandung banyak bagian amorf dan hemiselulosa sedangkan α -selulosa tidak ada hemiselulosa dan bagian amorf kecil. Ketika asam penetrasi ke molekul selulosa TKS, bagian amorf akan mudah terpisah. Namun, ketika asam harus penetrasi ke molekul α -selulosa maka hanya sebagian

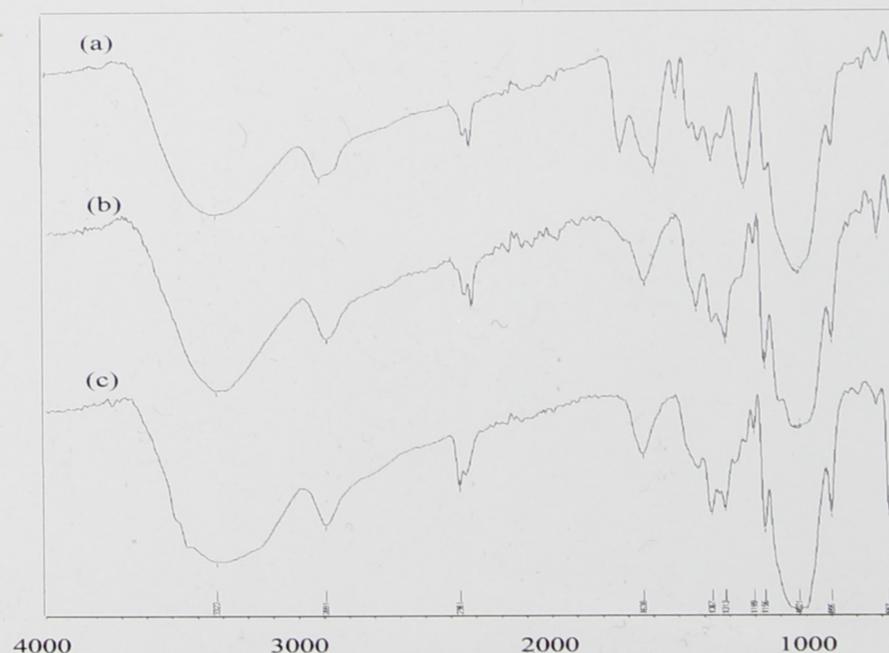
asam menghidrolisis bagian amorf dan sebagian asam lain akan menyerang bagian natural kristalin sehingga laju hidrolisisnya menjadi rendah dan juga terjadi perubahan jenis kristalin, dari natural kristalin tipe I menjadi kristalin tipe II (Rosnah *et al.*, 2009)

Identifikasi struktur kimia selulosa

Struktur molekular selulosa dianalisa dengan FTIR. Molekul selulosa tersebut dicirikan oleh beberapa gugus, yaitu oleh pita serapan OH pada 3300 – 3340 cm^{-1} , regangan CH_2 dari kelompok metoksil aromatik pada 2890 - 2900 cm^{-1} , regangan CO pada 1020 – 1030 cm^{-1} , regangan C-O-C pada 1100- 1150 cm^{-1} dan CH pada 800-900 cm^{-1} (Gambar 3) (Nada *et al.*, 2009).

Pada TKS terdapat pita serapan yang kuat pada 1729 cm^{-1} (Gambar 3a). Hal ini menunjukkan vibrasi gugus asetil (C=O) dan kelompok ester uronat dari hemiselulosa atau ikatan ester karboksilat dari asam ferulat dan p-kumarat pada lignin (Zuluaga *et al.*, 2009). Setelah proses pemasakan dan delignifikasi, ketiga pita tersebut tidak terdapat lagi pada selulosa TKS maupun α -selulosa TKS. Hal ini menunjukkan bahwa proses *pulping* menghilangkan hampir seluruh kandungan lignin dan sebagian hemiselulosa.

Jika dibandingkan absorpsi spektra TKS dengan spektra MCC maka dapat dilihat absorpsi OH semakin kecil. Di sisi lain, absorpsi CH_2 meningkat. Hal ini dapat dikaitkan dengan berkurangnya bagian



Gambar 3. Identifikasi gugus fungsi sampel selulosa dengan FTIR. Sampel TKS (a), sampel selulosa TKS (b), sampel α -selulosa TKS (c).

amorf pada selulosa yang terhidrolisis oleh asam, dimana CH-OH pada bagian amorf selulosa lepas, OH akan berikatan dengan ion asam sedangkan CH akan berubah menjadi CH₂. Selain itu, absorbansi C-O-C (linking antara monomer gula) pada MCC juga menurun dibandingkan pada TKS. Hal ini membuktikan bahwa jumlah monomer pada MCC lebih kecil akibat terhidrolisis oleh asam.

Struktur molekul tersebut juga dapat dikaitkan dengan hasil SEM dan XRD. Spektra infra red bahan baku (TKS, selulosa TKS dan α -selulosa TKS) menunjukkan bahwa absorbansi yang tinggi pada OH, C-O-C dan C=O yang tinggi. Hal ini sesuai dengan hasil visualisasi SEM yang menunjukkan bahwa sampel didominasi oleh makrofibril. Hasil tersebut juga dilengkapi oleh hasil XRD yang menunjukkan bahwa intensitas kristalinitas bahan baku masih rendah, dimana terdapat banyak amorf yang menutupi bagian kristal selulosa.

Setelah dilakukan hidrolisis, perubahan besar terjadi pada molekul OH, C-O-C dan C=O. Hal ini juga diperkuat dengan hasil SEM dan XRD yang menunjukkan bahwa proses hidrolisis asam menghilangkan bagian amorf selulosa dan menyisakan bagian kristalin, dimana diperoleh selulosa mikro-kristal dengan intensitas kristalin yang tinggi dan juga ukuran partikel yang mikro.

Penentuan kestabilan termal selulosa

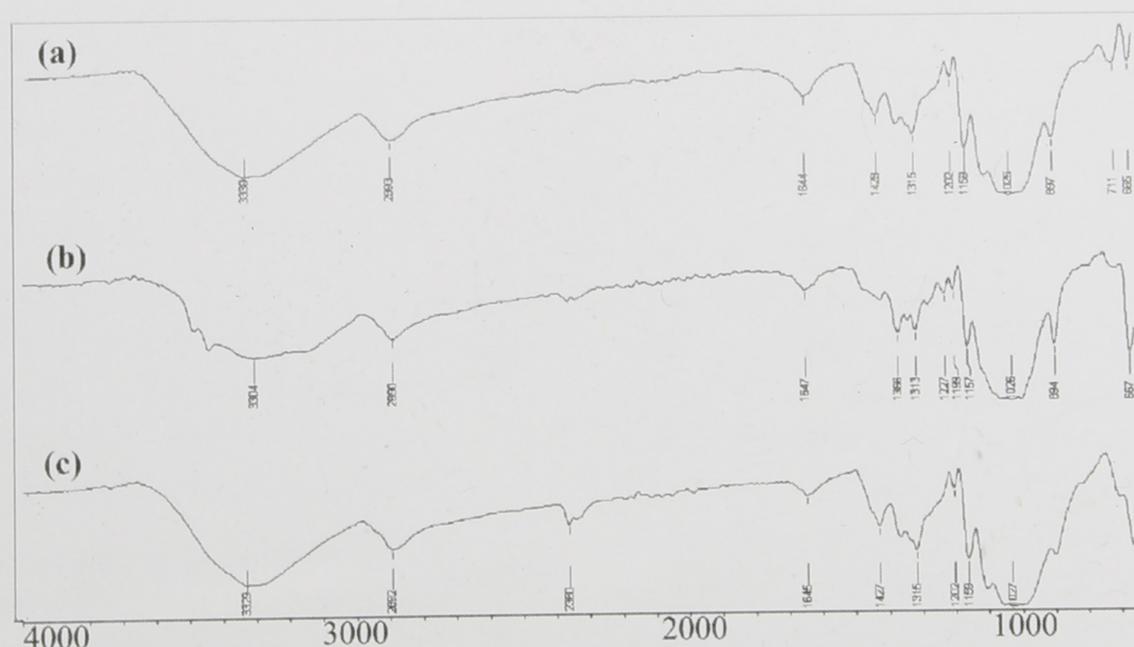
Thermo Gravimetric Analysis (TGA) dilakukan untuk mengetahui karakteristik termal dan proses

dekomposisi termalnya. Hasil TGA menunjukkan kemiripan karakter termal pada ketiga sampel, yaitu TKS, produk selulosa mikro-kristal dari TKS, dan selulosa mikro kristal komersial.

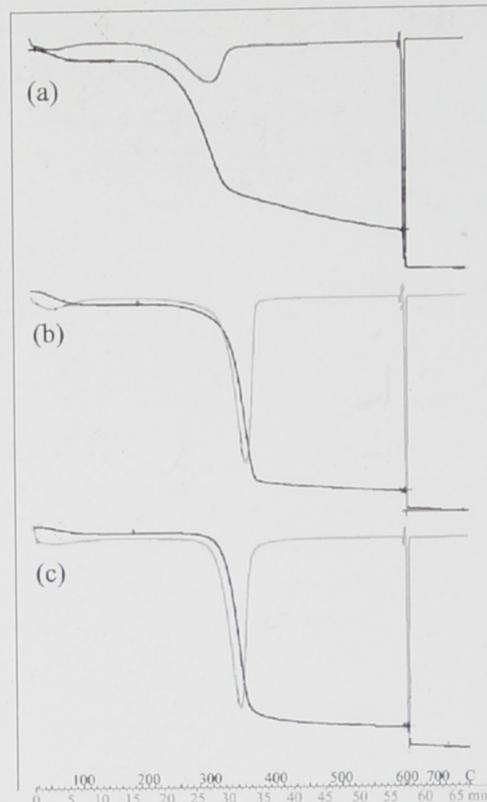
Ketiga sampel mengalami kehilangan berat masing-masing pada rentang suhu 65 – 651°C untuk TKS, 63 – 649°C untuk produk selulosa mikro-kristal dari TKS dan 66 – 649°C untuk selulosa mikro kristal komersial. Hal ini sesuai dengan pernyataan *Sheltami et al., 2012*, bahwa kehilangan berat selulosa dimulai pada suhu dibawah 100°C dan disebabkan oleh penguapan air yang terkandung dalam sampel.

TKS mulai kehilangan berat sekitar 5% mulai suhu 65°C, mikro kristal selulosa TKS mulai kehilangan berat sekitar 6% pada suhu 63°C, sedangkan mikro kristal selulosa komersial mulai kehilangan 3% beratnya pada suhu 67°C. Tahapan kehilangan berat kedua adalah pada 304°C untuk TKS (74%), pada 349°C untuk mikro kristal selulosa TKS (84%), dan pada 338°C untuk mikro kristal selulosa komersial (88%). Kehilangan berat tahap ketiga untuk TKS terjadi pada suhu 651°C (16%), mikro kristal selulosa TKS pada suhu 649°C (9%), dan mikro kristal selulosa komersial pada suhu 649°C (9%) (Gambar 5a, 5b, dan 5c).

Berdasarkan hasil TGA diketahui bahwa karakteristik termal selulosa mikro-kristal TKS lebih mirip dengan karakteristik termal selulosa mikro-kristal komersial daripada TKS. Hal ini menunjukkan bahwa telah terjadi perubahan sifat termal dari TKS (bahan baku) menjadi selulosa mikro-kristal (produk).



Gambar 4. Identifikasi gugus fungsi sampel MCC dengan FTIR. MCC hasil hidrolisis selulosa TKS (a), MCC hasil hidrolisis α -selulosa TKS (b), dan MCC standar (komersial) *Across organic* (c).



Gambar 5. Kestabilan termal sampel dari hasil TGA. Sampel TKS (a), MCC selulosa TKS (b), dan MCC standar (komersial) *Across organic* (c).

KESIMPULAN

Tandan kosong kelapa sawit (TKS) dapat dimanfaatkan menjadi selulosa mikro-kristal dengan cara hidrolisis menggunakan asam. Jenis bahan baku sangat berpengaruh pada karakter kristalin pada produk selulosa mikro-kristal. Selulosa mikro-kristal yang berasal dari hidrolisis α -selulosa TKS mempunyai dua jenis kristalin yang berbeda, sedangkan mikro-kristal yang diperoleh dari selulosa TKS menghasilkan hanya satu jenis kristalin yang mirip dengan kristalin selulosa mikro-kristal komersial. Indeks kristalinitas produk selulosa mikro-kristal adalah 67,74 - 71,43%, lebih rendah dari mikro kristal selulosa komersial (76%).

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis Pertama mengucapkan terima kasih kepada Kementerian Riset dan Teknologi RI yang telah memberikan dana untuk kegiatan pemagangan riset di Jerman pada 2012, Direktur dan jajaran Manajemen di Pusat Penelitian Kelapa Sawit (PPKS) yang telah memberi bantuan dan izin untuk melakukan riset di Jerman, University of Applied Science Emden-Leer khususnya Prof. Dr. M. Ruesch gen. Klaas yang telah menyediakan waktu untuk diskusi dan menyediakan

laboratoriumnya untuk kegiatan riset serta segala bantuan yang diberikan selama tinggal di Jerman, Herr Dickhoff yang banyak membantu dalam analisa SEM dan XRD, Herr Klassen yang membantu dalam analisa FTIR dan TGA, Mathias dan Paul teman berbagi laboratorium di Emden, serta teman-teman teknisi oleo-kimia Juwita, Andri, Safruddin, Salim, Rahma yang membantu dalam kegiatan penelitian di PPKS.

DAFTAR PUSTAKA

- Adel, A.M., Z.H.A. El-Wahab, A.A. Ibrahim, and M.T. Al-Shemy. 2011. Characterization of microcrystalline cellulose prepared from lignocellulosic materials. Part II: Physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers* 83: 676–687.
- Bhattacharya, D., L.T. Germinario, and W.T. Winter. 2008. Isolation, preparation and characterization of cellulose microfibrils obtained from bagasse. *Carbohydrate Polymers* 73: 371–377.
- El-Sakhawy, M. and M.L. Hassan. 2007. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues. *Carbohydrate Polymers* 67: 1–10.

- Fechner, P.M., S. Wartewig, M. Futing, A. Heilmann, R.H.H. Neubert, and P. Kleinebudde. 2003. Properties of microcrystalline cellulose and powder cellulose after extrusion/ spheronization as studied by fourier transform raman spectroscopy and environmental scanning electron microscopy. *AAPS PharmSci* 5 (4) Article 31: 1-5 (<http://www.aapspharmsci.org>).
- Herawan, T. dan M. Rivani. 2010. Produksi aseton-butanol-etanol dari hidrolisat tandan kosong sawit. Laporan Penelitian Kerjasama PPKS – PTPN IV. 16 pp. Unpublished.
- John, M.J. and S. Thomas. 2008. Biofibres and biocomposites. *Carbohydrate Polymers* 71: 343–364.
- Kasapis, S. 1999. The elastic moduli of the microcrystalline cellulose–gelatin blends. *Food Hydrocolloids* 13: 543–546.
- Keshk, S.M.A.S. and M.A. Haija. 2011. A new method for producing microcrystalline cellulose from *Gluconacetobacter xylinus* and kenaf. *Carbohydrate Polymers* 84: 1301–1305.
- Keshk, S.M.A.S. 2008. Homogenous reactions of cellulose from different natural sources. *Carbohydrate Polymers* 74: 942–945.
- Kim, S., J.M. Park, J.W. Seo, and C.H. Kim. 2012. Sequential acid-/alkali-pretreatment of empty palm fruit bunch fiber. *Bioresource Technology* 109: 229–233.
- Liu, D., X. Chenc, Y. Yueb, M. Chena, and Q. Wub. 2011. Structure and rheology of nanocrystalline cellulose. *Carbohydrate Polymers* 84: 316–322.
- Mandal, A. and D. Chakrabarty. 2011. Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization. *Carbohydrate Polymers* 86: 1291–1299.
- Nada, A., M.A., M.Y. EL-KadY, E.S. EL-Sayed, and F.M. Amine. 2009. Microcrystalline cellulose. *Bio Resources*, 4(4): 1359-1371.
- Nawar, G.A.M., F.A.M. Hassn, K.E. Ali J.M. Kassem and S.H.S. Mohamed. 2010. Utilization of microcrystalline cellulose prepared from rice strawin manufacture of yoghurt. *Journal of American Science* 6(10): 226 – 231. <http://www.americanscience.Org>.
- Oyeniya, Y.J. and O.A Itiola. 2012. The physico-chemical characteristic of microcrystalline cellulose, derived from sawdust, agricultural waste products. *Int. J. Pharm Pharm Sci.* Vol. 4(1): 197-200.
- Petersson, L. and K. Oksman. 2006. Biopolymer based nanocomposites: Comparing layered silicates and microcrystalline cellulose as nanoreinforcement. *Composites Science and Technology* 66: 2187–2196.
- Psomiadou, E., I. Arvanitoyannis, and N. Yamamoto. 1996. Edible films made from natural resources microcrystalline cellulose (MCC), methyl-cellulose (MC) and corn starch and polyols-Part 2. *Carbohydrate Polymers* 31(9): 3-204.
- Rosnah, M.S., A. Aziz, W.H. Wan Hasan, and A.G.M. Top. 2009. Solid-state characteristics of microcrystalline cellulose from oil palm empty fruit bunch fibre. *Journal of Oil palm Research*, 21: 613-620.
- Sheltamia, R.M., I. Abdullah, I. Ahmad, A. Dufresne, and H. Kargarzadeh. 2012. Extraction of cellulose nanocrystals from mengkuang leaves (*Pandanus tectorius*). *Carbohydrate Polymers* 88: 772–779.
- Zuluaga, R., J.L. Putaux, J. Cruz, J. Vélez, I. Mondragon, and P. Gañán. 2009. Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features. *Carbohydrate Polymers* 76: 51–59.
- Zhao, H., J.H. Kwak, Z.C. Zhang, H.M. Brown, B.W. Arey, and J.E. Holladay. 2007. Studying cellulose fiber structure by SEM, XRD, NMR and acid hydrolysis. *Carbohydrate Polymer* 68 : 235-241.