

ANALISA STRUKTUR MIKRO PEMANFAATAN LIMBAH KULIT ROTAN MENJADI NANOPARTIKEL SELULOSA SEBAGAI PENGANTI SERAT SINTETIS

Siti Nikmatin³, Akhirudin Maddu³, Setyo Purwanto², Tienieke Mandang¹, Aris Purwanto¹

¹Fakultas Teknologi Pertanian Departemen Teknik Mesin dan Biosistem Institut Pertanian Bogor. E-mail : snikmatin@ipb.ac.id

²PT. BIN-BATAN Kawasan Puspiptek Serpong Tangerang

³FMIPA Departemen Fisika Institut Pertanian Bogor.

E-mail : AkhiruddinMaddu@ipb.ac.id

ABSTRAK

Semakin meningkatnya penggunaan serat sintetis pada berbagai industri komposit, menimbulkan permasalahan akan limbah *nonorganik* serat sintetis yang semakin bertambah, sehingga mendorong perubahan *trend* teknologi menuju *natural composite*. Kulit rotan adalah limbah pertanian yang dapat dimanfaatkan sebagai nanopartikel selulosa untuk menggantikan serat sintetis. Untuk menghasilkan nanopartikel selulosa kulit rotan yang ringan, kuat, ramah lingkungan dan eksplorasi sumber daya alam dalam negeri diperlukan suatu pengembangan metoda baru yang bisa menawarkan solusi teknik yang mengedepankan kemampuan sistem yaitu nanotekhnologi melalui metode milling-ultrasonikasi.

Tujuan penelitian ini adalah sintesa nanopartikel selulosa kulit rotan dengan metoda ultrasonik dan analisa struktur mikro dengan SEM-EDS dan PSA. Selulosa kulit rotan dibuat dengan sistem mekanik (*milling dan shaker*) dalam ukuran 75 μm kemudian dipanaskan 100^oC dan stirer 200 rpm selama 2 jam, dilanjutkan ultrasonikasi pada $f = 20 \text{ khz}$, dengan variasi waktu 1, 2, 3 jam. Hasil pengujian PSA dihasilkan distribusi ukuran partikel pada $d = 146,3 \text{ nm}$ (number distribution 32%) pada $t_{\text{ultras}} = 3 \text{ jam}$. Sementara itu analisa struktur mikro memperlihatkan bahwa sampel yang diekstraksi merupakan selulosa, dengan komposisi % massa dan atom pada elemen sampel didominasi oleh atom C = 58.25 % dan O = 39.38 %, sisanya adalah mineral makro dan mikronutrien Si, Ca, K dan Cu.

Kata kunci : *Selulosa, Ultrasonik, Partikel Size Analise (PSA), Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)*

ABSTRACT

Rattan biomass is one of the agricultural waste that can be used as a source of cellulose nanoparticle. To produce cellulose nanoparticle rattan biomass that is low density, good mechanical properties, natural resources and renewable resources needed a new method of development nanotechnology using mill-ultrasonic methods.

The purpose of this study is synthesis and characterization of cellulose nanoparticle rattan biomass used Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) and Particle Size analyzer (PSA). cellulose nanoparticle is made of rattan biomass with mechanical systems (milling and shakers) in size 75 μm was then heated stirer 100^o C and 300 rpm for 2 hours, so ultrasonic at $f = 20 \text{ kHz}$, with a variation of 1, 2, 3 hours. PSA test results produced a maximum particle size of 146.3 nm (number distribution 32%) at the $t_{\text{ultrasonic}} = 3 \text{ h}$. Meanwhile, the SEM-EDS show that the extracted sample is really a cellulose, because the composition in the sample element is dominated by %atoms C = 58.25% and O = 39.38%, the rest is mineral macro-and micronutrients Si, Ca, K and Cu.

Key words: Cellulose, Ultrasonic, Particle size analyzer, Scanning Electron Microscopy, Energy Dispersive Spectroscopy

PENDAHULUAN

Pada saat ini semakin meningkatnya penggunaan serat sintetis pada berbagai industri seperti industri perabot rumah tangga (panel, kursi, meja), industri kimia (pipa, tangki), alat-alat olah raga, industri transportasi (door trim, Box luggage, badan pesawat, baling-baling helikopter, *body speed boat*), dapat menimbulkan permasalahan akan limbah *nonorganik* serat sintetis yang semakin bertambah sehingga mampu mendorong perubahan *trend* teknologi komposit menuju *natural composite* yang ramah lingkungan. Serat alam mencoba untuk menggeser serat sintetis, seperti *fiber glass*, *Kevlar-49*, *Carbon/Graphite*, *Silicone carbide*, *Aluminium Oxide*, dan *Boron*. Salah satu jenis serat alam yang tersedia secara melimpah adalah serat biomass kulit rotan (Jones, 1980).

Ketersediaan limbah kulit rotan yang berlimpah, merupakan SDA yang dapat direkayasa menjadi produk teknologi andalan nasional yaitu nanopartikel selulosa. Sifat fisik batang rotan sering dikelirukan dengan bambu dan bila diproses menjadi bilah-bilah, sulit untuk dibedakan. Bambu hampir selalu berongga, dan dalam beberapa spesies, sukar dibengkokkan. Rotan dapat dengan mudah dibengkokkan tanpa deformasi yang nyata. Menurut hasil inventarisasi yang dilakukan Direktorat Bina Produksi Kehutanan, dari 143 juta hektar luas hutan di Indonesia diperkirakan hutan yang ditumbuhi rotan seluas kurang lebih 13,20 juta hektar. Nilai ekspor rotan Indonesia pada tahun 2008 mencapai 250 ribu ton hingga 400 ribu ton per tahun. Di Indonesia terdapat delapan marga rotan yang terdiri atas 306 jenis, hanya 51 jenis yang sudah dimanfaatkan. Hal ini berarti pemanfaatan batang rotan masih rendah dan terbatas pada jenis-jenis yang laku di pasaran dan sampai saat ini belum ada pemanfaatan pengolahan limbahnya selain dibuang dan dibakar (Sinaga, 1986).

Nanopartikel selulosa merupakan pilihan material yang sangat potensial untuk dikembangkan dan diteliti lebih lanjut. Untuk mendapatkan filler komposit berbasis nanopartikel selulosa kulit rotan yang ringan, kuat dan ulet sebagai pengganti serat sintetis diperlukan suatu pengembangan metoda baru yang bisa menawarkan solusi teknik yang mengedepankan kemampuan sistem yaitu nanoteknologi. Inovasi material komposit yang terdiri atas blok-blok partikel homogen dengan ukuran nanometer ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) yang diproses melalui metode gelombang ultrasonik.

Keuntungan penggunaan nanopartikel selulosa ini antara lain ringan, tahan korosi, *performance*-nya menarik dan beban konstruksi juga menjadi lebih ringan serta harga produk berbasis nanoselulosa dapat bersaing dengan produk komposit serat sintetis (Ashby, 1980).

Berdasarkan uraian tersebut di atas, maka penelitian tentang pemanfaatan limbah kulit rotan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel selulosa yang berasal dari sumber daya alam terbarukan merupakan kajian yang sangat menarik untuk diteliti lebih lanjut karena dapat digunakan sebagai pilihan atau pengganti filler serat sintetis pada pembuatan nanokomposit.

Penerapan nanoteknologi untuk memperoleh partikel nano pada bahan baku lokal dapat memberikan nilai tambah dan meningkatkan nilai ekonominya secara signifikan. Hal ini merupakan jawaban atas kebutuhan akan bionanokomposit disegala bidang yang lebih ringan, kuat, tahan korosi/aus, eksplorasi sumber daya alam dalam negeri, ramah lingkungan, memiliki sifat fisis dan mekanis yang lebih menguntungkan serta ekonomis (Callister, 1994).

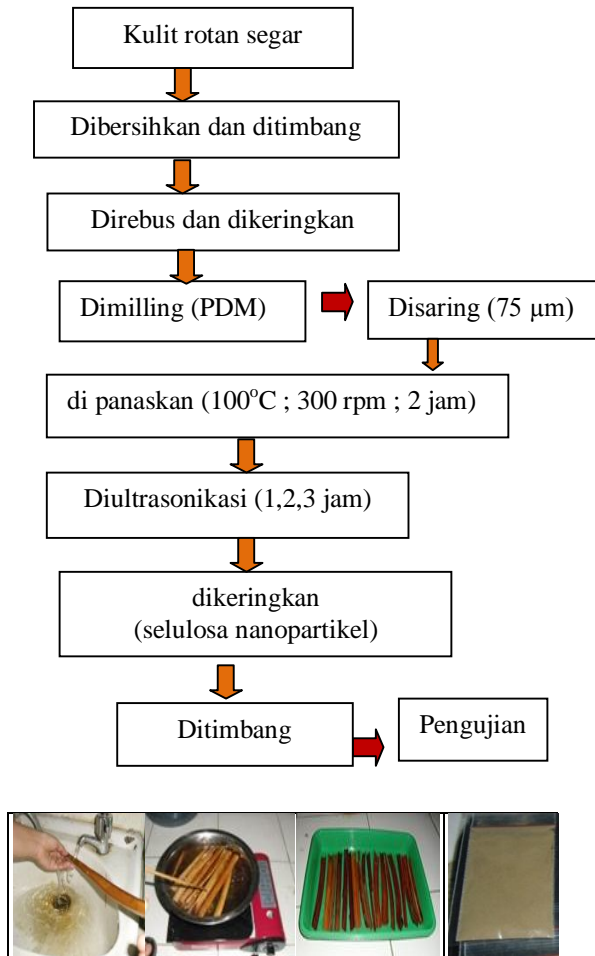
METODE PERCOBAAN

Bahan yang digunakan dalam sintesa selulosa nanopartikel kulit rotan adalah kulit rotan segar, aquadest dan aluminium foil.

Sementara itu alat yang digunakan adalah gelas ukur, kompor, panci, kontainer, timbangan analitik, termokopel, hot plate, pengaduk, *Pen Disk Milling*, *Elektromagnetik shaker*, Ultrasonik. Alat untuk pengujian adalah *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, *Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)*, *Partikel Size Analyzer (PSA)*.

Metoda yang digunakan dalam sintesa nanopartikel selulosa kulit rotan adalah metoda ultrasonikasi, dimana kulit rotan dimilling dan diayak secara mekanik hingga mencapai ukuran $75 \mu\text{m}$. Sebelum diultrasonikasi, sampel dilarutkan dalam aquades dan dipanaskan di dalam hot plate pada suhu 100°C dan kecepatan stirer 200 rpm selama 2 jam.

Kondisi atau parameter yang dipertahankan konstan dalam setiap perlakuan ultrasonikasi adalah jenis rotan, massa partikel kulit rotan, frekuensi dan daya ultrasonik serta larutan ultrasonikasi. Sementara itu variabel yang diubah-ubah adalah waktu ultrasonik yaitu $t = 0, 1, 2$ dan 3 jam (Gambar 1). Hasil akhir serat dilakukan pengujian SEM, EDS dan PSA.



Gambar 1 Diagram alir penelitian.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesa selulosa nanopartikel kulit rotan

Selulosa ($C_6H_{10}O_5$)_n merupakan bagian penyusun utama jaringan tanaman berkayu yang membentuk potongan komponen jaringan memanjang. Pemisahan serat yang baik dan dalam kondisi optimal menjamin sifat dan kandungan asli serat dapat dipertahankan. Prinsip dasar dari pemisahan serat adalah memisahkan bahan penyusun serat dari jaringan non selulosa sehingga memungkinkan serat dapat diekstrak secara mekanik setelah dikeringkan (Kristianto, 2007).

Gambar 2 menunjukkan bahwa ekstraksi selulosa kulit rotan yang dihasilkan dengan metoda milling dan shaker menghasilkan serat pada ukuran yang bertahap yaitu long fiber, 1 mm dan 75 μm. Ukuran serat berorde mikro ini dilanjutkan dengan pemberian gelombang ultrasonik agar diperoleh ukuran partikel

berorde nanometer melalui proses kavitasi. Tujuan dari preparasi selulosa kulit rotan dengan milling dan shaker ini adalah untuk mempermudah atau optimasi proses kavitasi ultrasonik sehingga partikel yang dilarutkan dalam cairan aquades dengan variasi waktu ultrasonik 1, 2, 3 jam dapat dicekikan ukurannya hingga orde nanometer.

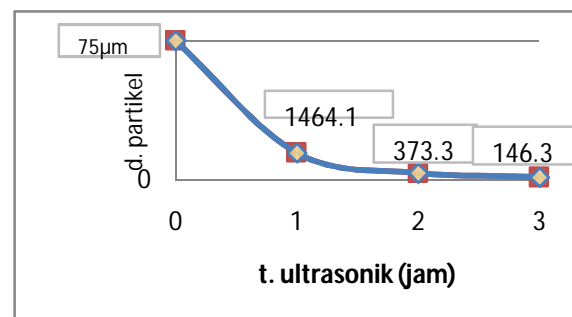


Gambar 2 Tahapan milling selulosa kulit rotan.

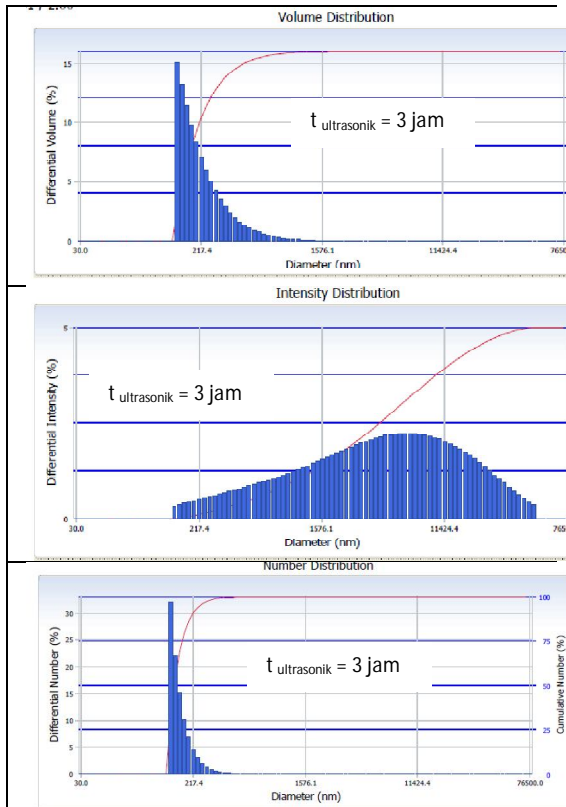
Analisa ukuran partikel.

Untuk mengetahui ukuran partikel sampel SKR digunakan PSA, dimana partikel didispersikan ke dalam media cair sehingga partikel tidak saling beraglomerasi (menggumpal). Ukuran partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Data ukuran partikel yang didapatkan berupa tiga distribusi yaitu *intensity*, *number* dan *volume distribution*, sehingga dapat diasumsikan menggambarkan keseluruhan kondisi sampel.

Gambar 3 adalah grafik yang menunjukkan pengaruh lamanya waktu ultrasonik terhadap ukuran partikel, dimana semakin meningkatnya waktu ultrasonik ukuran partikel (d) semakin kecil. Sampel Selulosa kulit rotan sebelum proses ultrasonik memiliki ukuran 75μm (0 jam) dan pemberian frekuensi ultrasonik 20 kHz selama 1 dan 2 jam dapat menimbulkan terjadinya kavitasi hingga ukuran partikel mencapai optimum pada $d = 146.3$ nm yang didapatkan pada $t = 3$ jam, 32 % *number distribution*, 15 % *volume ditribution* dan 3 % *intensity distribution* (Gambar 4).



Gambar 3 Pengaruh waktu ultrasonik terhadap ukuran partikel hasil uji PSA.



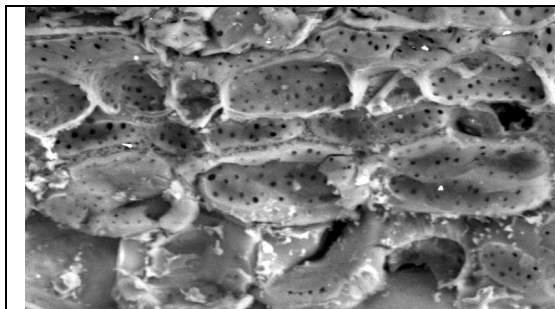
Gambar 4 Pengujian PSA, *volume, intensity, number distribution* (%) SKR ultrasonik 3 jam.

Analisa struktur mikro.

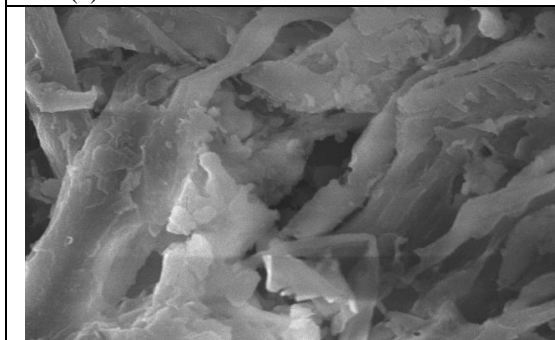
Gambar 5 (a) memperlihatkan hasil pengujian SEM sampel sebelum proses ultrasonikasi, yang menunjukkan adanya bercak hitam komponen-komponen organik, dimana diantara pori satu dengan yang lain terhubung dengan zat lignin. Hal ini dapat dijelaskan bahwa SKR adalah serat organik yang tersusun atas material yang bersumber dari unsur-unsur hara dalam tanah, dimana kandungan kulit rotan akan holoselulosa (71.49%), lignin (24.41%), tanin (8.14%) dan pati (19.62%) dengan panjang monomer dan ukuran serat alam yang tidak seragam serta kekuatan yang sangat dipengaruhi oleh faktor usia dan lingkungan. Hal inilah yang membedakan antara serat alam dengan serat sintesis. Serat sintesis dibuat dari bahan anorganik dengan komposisi kimia tertentu yang dapat diatur sesuai dengan kebutuhan aplikasinya, sehingga sifat dan ukurannya relatif seragam dan kekuatan serat dapat diupayakan sama sepanjang serat (Jasni, 1997).

Sementara itu Gambar 5 (b) menunjukkan ukuran partikel serat setelah diultrasonikasi semakin mengecil hingga orde 146,3 nm, akan tetapi ukuran serat yang dihasilkan masih terlihat tidak homogen. Jika

hal ini dihubungkan dengan pengujian PSA (Gambar 4), distribusi ukuran partikel terlihat tidak seragam.



(a) SKR sebelum ultrasonikasi



(b). SKR sesudah ultrasonikasi 3 jam

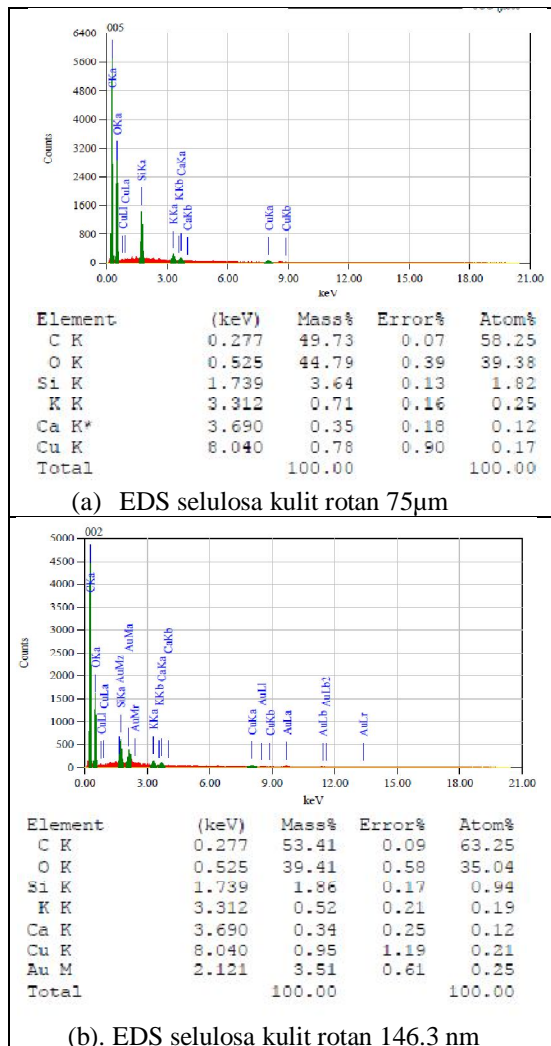
Gambar 5 Citra SEM selulosa kulit rotan.

Pengujian EDS (Gambar 6) memperlihatkan komposisi persen massa dan atom pada elemen sampel, yang didominasi oleh kandungan atom C = 58.25% dan O = 39.38%. Hasil ini memperlihatkan bahwa sampel yang diekstraksi benar-benar merupakan selulosa karena elemen C, H dan O adalah komponen pembentuk selulosa alami, sementara itu kandungan unsur yang lain menunjukkan elemen mikro dan makro yang bersumber dari unsur hara tanah yang diserap oleh dinding sel tanaman.

Unsur K di dalam sampel menunjukkan peranan pada aktifitas stomata, enzim dan berkontribusi pada peningkatan kekuatan serta daya tahan selulosa terhadap pelapukan dan deformasi. Ca dan Si adalah unsur makro sekunder pada tanaman yang merupakan zat inti protein tanaman untuk memperkuat dinding selulosa, Cu memiliki peranan sebagai unsur mikro tanaman yang merupakan komponen struktural dari enzim berupa kation logam sebagai komponen dinding sel atau pengisi larutan yang berkaitan dengan osmosis dan keseimbangan muatan pada pembentukan klorofil (Sarjito, 2009).

Pada Gambar 6 (b) juga terlihat bahwa selulosa kulit rotan sesudah proses ultrasonikasi mengalami penambahan elemen yaitu Au = 0,25

%, sementara sampel sebelum ultrasonikasi tidak terdapat Au (Gambar 6b). Hal ini menunjukkan adanya impuritas saat proses pembuatan nano atau pada saat proses pengujian.



Gambar 6 Hasil EDS selulosa kulit rotan.

KESIMPULAN

Pemberian gelombang ultrasonik pada serat kulit rotan dapat menimbulkan proses kavitasi sehingga memperkecil ukuran partikel. Semakin lama waktu ultrasonik, maka semakin kecil ukuran partikelnya. Ukuran partikel maksimum nanopartikel selulosa kulit rotan pada $t_{\text{ultrasonik}} = 3$ jam sebesar 146.3 nm (32% number distribution)

Nanopartikel selulosa kulit rotan dengan metoda milling dan shaker dapat menghasilkan serat dengan rendemen komposisi unsur yang didominasi oleh elemen C, O. Sementara itu elemen Si, Cu, K, Ca, adalah

unsur hara tanah yang diserap oleh dinding sel tanaman. Hal ini didukung oleh citra SEM yang menunjukkan bahwa nanopartikel ini merupakan serat organik yang tersusun atas monomer-monomer yang panjang kekuatan yang sangat dipengaruhi oleh faktor usia dan lingkungan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada Departemen Fisika IPB, Departemen Teknik Mesin dan Biosistem IPB, PTBIN-BATAN Serpong Tangerang, PT Astra Honda Motor Jakarta

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah M, Virgus Y, Nirmin, Khairurrijal. 2008. Review sintesis nanomaterial. *J Nanosains dan Nanoteknologi* 1:1-25.
- Cristian J et al. 2009. Nanocomposites of bacterial cellulose/hydroxyapatite for biomedical applications. *Acta Biomaterialia* 5:1605–1615.
- Eichhorn S et al. 2001. Review current international research into cellulosic fibres and composites. *J Materials Science* 384:2107-2131.
- Guo ZP, Miliny E, Wang JZ, Chen J, Liu HK. 2005. Silicon/disordered carbon nanocomposites for lithium-ion battery anodes. *J of The Electrochemical Society* 152:2211-2216.
- Ifuku S et al. 2010. Fibrillation of dried chitin into 10–20 nm nanofibers by a simple grinding method under acidic conditions. *J Polymers* 81:134–139.
- Klemm D et al. 2009. Nanocellulose materials: different cellulose different functionality. *Macromol* 280:60–71.
- Qian L, Zhou J, Zhang L. 2009. Structure and properties of the nanocomposite films of chitosan reinforced with cellulose whiskers. *J of Polymer Sciences* 47:1069-1077.
- Stamatin L, Stamatin I, 2006. Bionanocomposites based on nano-carbon materials for culture cells media. *J Materials Science and Engineering* 384:301–310.
- Ting-Feng Y, Xin GH, Chang SD. 2007. Effect of different particle sizes on electrochemical performance of spinel LiMn-O cathode materials. *J Mater Sci* 42:3825- 3830.