

PEMANFAATAN TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT UNTUK ISOLASI NANOSELULOSA DENGAN PERBEDAAN KONSENTRASI ASAM SULFAT DAN LAMA WAKTU ULTRASONIKASI DALAM PROSES PEMBUATANNYA

Utilization of Empty Oil Palm Fruit Bunches for Nanocellulose Isolation with Different Concentrations of Sulfuric Acid and Ultrasonication Time in the Manufacturing Process

Devi Fitria¹, Fitriani Kasim^{2*}, Deivy Andhika Permata³

¹Mahasiswa Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Andalas

^{2,3}Departemen Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Andalas

*Email: fitrianikasim@ae.unand.ac.id

ABSTRAK

Tandan kosong kelapa sawit memiliki potensi yang sangat besar sebagai sumber selulosa yang dapat diolah, salah satunya menjadi material nanoselulosa yang memiliki nilai ekonomis tinggi serta pengaplikasian yang luas di bidang industri seperti dalam pembuatan komposit, kemasan, biomedis, dan elektronik. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis pengaruh perbedaan konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi dalam proses pembuatan nanoselulosa dari tandan kosong kelapa sawit serta mendapatkan konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi terbaik yang menghasilkan rendemen nanoselulosa tertinggi dan karakteristik nanoselulosa terbaik. Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap faktorial dengan dua faktor A: konsentrasi asam sulfat (10%, 20%, dan 30%), dan faktor B: waktu ultrasonikasi (30, 60, dan 90 menit). Hasil penelitian menunjukkan bahwa perbedaan konsentrasi asam sulfat dan waktu ultrasonikasi berpengaruh terhadap rendemen nanoselulosa dan berdasarkan analisis deskriptif terhadap hasil *Particle Size Analyzer* (PSA) kedua faktor menunjukkan perbedaan ukuran nanoselulosa. Perlakuan terbaik yaitu konsentrasi 30% dengan waktu ultrasonikasi 30 menit (A3B1) menghasilkan karakteristik nanoselulosa berupa ukuran partikel nanoselulosa yang relatif kecil yaitu 170,8 nm dengan rendemen 78,94 %. Nanoselulosa yang dihasilkan cocok digunakan sebagai biokomposit, karena berada pada rentang 100-500 nm.

Kata kunci—asam sulfat; nanoselulosa; tandan kosong kelapa sawit; ultrasonikasi

ABSTRACT

Empty oil palm fruit bunches have enormous potential as a source of cellulose that can be processed, one of which is into nanocellulose material which has high economic value and wide application in industrial fields such as in the manufacture of composites, packaging, biomedical, and electronics. This study aims to analyze the effect of differences in sulfuric acid concentration and ultrasonication time in the process of making nanocellulose from empty oil palm fruit bunches and to obtain the best sulfuric acid concentration and ultrasonication time that produce the highest nanocellulose yield and the best nanocellulose characteristics. This study used a completely randomized factorial design with two factors A: sulfuric acid concentration (10%, 20%, and 30%), and factor B: ultrasonication time (30, 60, and 90 minutes). The results showed that differences in sulfuric acid concentration and ultrasonification time affected the nanocellulose yield and based on descriptive analysis of the results of the Particle Size Analyzer (PSA) both factors showed differences in nanocellulose size. The best treatment, namely a concentration of 30% with an ultrasonication time of 30 minutes (A3B1), produced nanocellulose characteristics in the form of a relatively small nanocellulose particle size of 170.8 nm with a yield of 78.94%. The resulting nanocellulose is suitable for use as a biocomposite, because it is in the range of 100-500 nm.

Keywords—sulfuric acid; nanocellulose; oil palm empty fruit bunches; ultrasonication

PENDAHULUAN

Proses pengolahan buah segar kelapa sawit menjadi CPO & CPKO menghasilkan hasil samping berupa limbah padat yang dihasilkan seperti cangkang biji, serabut buah (mesocarp), dan tandan kosong kelapa sawit (TKKS). TKKS merupakan biomassa limbah kelapa yang paling potensial sebagai sumber

serat karena ketersediannya yang melimpah di Indonesia. Indonesia merupakan penghasil minyak kelapa sawit (CPO & CPKO) terbesar di dunia (Kasim et al., 2018). Sehingga serat TKKS sebagai hasil sampingnya memperoleh jutaan ton limbah setiap tahunnya. TKKS sebagai biomassa padat industri pabrik kelapa sawit tersedia melimpah yaitu sekitar 25-26% dari total produksi kelapa sawit (Redjeki et al., 2024). Pemanfaatan TKKS selama ini terbatas hanya sebagai bahan bakar boiler, kompos, dan sebagai pengeras jalan di perkebunan kelapa sawit. Padahal TKKS memiliki potensi yang dapat dikembangkan menjadi produk yang lebih bernilai tambah, seperti sebagai bahan baku pembuatan nanoselulosa, karena TKKS mengandung selulosa 40-43%, hemiselulosa 22-25%, dan lignin 19-21% (Nafisah et al., 2022).

Nanoselulosa adalah material berukuran nano yang terbuat dari selulosa, berdiameter 1-100 nm dengan bentuk memanjang 500-2000 nm yang luas permukaannya dan jumlah gugus hidroksilnya tinggi (Ningtyas, 2020). Nanoselulosa dapat berbentuk kristal dan serat. Nanoselulosa memiliki berbagai keunggulan dibandingkan selulosa, antara lain densitas rendah, reaktivitas kimia yang tinggi, serta kekuatan dan modulus elastisitas yang besar. Karakteristik tersebut menjadikan nanoselulosa sebagai material bernilai guna tinggi dengan potensi aplikasi yang luas. Saat ini nanoselulosa banyak dikembangkan sebagai bahan untuk filler, nanokomposit, bahan produksi kertas. Selain itu, pada bidang medis nanoselulosa dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembalut luka, penstabil suspensi, bahan penghancur pada sediaan farmasetika padat seperti tablet dan kapsul, sistem penghantar obat ke sel target, serta material untuk implant jaringan lunak (Xie, 2018). (Ningtyas, 2020), melaporkan nanoselulosa dapat diperoleh dari berbagai bahan baku yang mengandung selulosa melalui beberapa metode seperti hidrolisis asam, enzimatik dan mekanik. Di antara metode tersebut, hidrolisis asam merupakan teknik yang paling umum digunakan karena prosesnya relatif sederhana serta mampu menghasilkan nanoselulosa dengan sifat yang lebih unggul (Utami, 2018). Asam yang paling sering digunakan dalam proses hidrolisis asam adalah asam sulfat (Xie, 2018). Secara umum hidrolisis asam dapat dilakukan dengan dua pendekatan, yaitu hidrolisis asam konsentrasi tinggi pada suhu rendah dan hidrolisis asam konsentrasi rendah pada suhu tinggi. Namun, tingginya biaya asam kuat membuat metode hidrolisis dengan konsentrasi asam tinggi jarang diterapkan pada skala komersial (Kasim & Kasim, 2013). Disamping harga yang mahal penggunaan konsentrasi asam sulfat yang tinggi dapat mendegradasi serat sehingga menghasilkan monogliserida. Menurut Muljani, (2023), penggunaan konsentrasi asam sulfat yang tinggi dapat merusak warna nanoselulosa menjadi cokelat kehitaman. Menurut penelitian Wulandari (2020), penambahan asam sulfat mempengaruhi karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan dari jerami padi dan konsentrasi asam sulfat 20% yang optimum yaitu 20 ml/g (Wulandari, 2020).

Secara mekanik proses isolasi nanoselulosa dilakukan menggunakan ultrasonikasi. Ultrasonikasi merupakan proses mekanik yang menggunakan gelombang mekanik yang dapat menyebabkan kavitasi, yaitu peristiwa pembentukan dan meledaknya gelembung di dalam cairan yang menyebabkan sejumlah energi yang besar, sehingga menimbulkan efek panas yang menyebar ke dalam suspensi. Pada penelitian (Redjeki et al., 2024), melaporkan bahwa variasi penggunaan waktu ultrasonikasi mempengaruhi rendemen nanoselulosa yang dihasilkan, semakin lama waktu ultrasonik maka rendemen yang dihasilkan semakin besar (Redjeki et al., 2024).

Karakteristik nanoselulosa berupa ukuran partikel yang dipengaruhi oleh konsentrasi asam sulfat yang digunakan. Menurut penelitian Wulandari (2020), melaporkan bahwa penambahan konsentrasi asam sulfat mempengaruhi karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan. Sangbara et al., (2023), menjelaskan konsentrasi asam sulfat dapat menghilangkan bagian amorf dari suatu rantai selulosa sehingga memperkecil ukuran partikel nanoselulosa. Berdasarkan penelitian tersebut maka dilakukan penelitian dengan judul Proses Pemanfaatan Tandan Kosong Kelapa Sawit untuk Isolasi Nanoselulosa dengan Perbedaan Konsentrasi Asam Sulfat dan Lama Waktu Ultrasonikasi dalam Proses Pembuatannya. Tujuan dari penelitian ini yaitu, untuk menganalisis pengaruh perbedaan konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi dalam proses pembuatan nanoselulosa dari tandan kosong kelapa sawit serta mendapatkan konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi terbaik yang menghasilkan rendemen nanoselulosa tertinggi dan karakteristik nanoselulosa terbaik.

METODE PENELITIAN

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu *disk mill*, ayakan 40 mesh, labu leher tiga, timbangan analitik, *beaker glass*, gelas ukur, pipet tetes, cawan porselen, corong kaca, *sentrifuge*, labu erlenmeyer, ultrasonik Sonics VCX 750, Type: Probe, *hot plate*, oven, desikator, kertas pH, batang pengaduk, *Particle Size Analyze* (PSA) dengan merek Otsuka Electronics Co., Ltd.

Bahan yang akan digunakan dalam penelitian adalah ini tandan kosong kelapa sawit (TKKS) dari PT Karya Agung Megah Utama Kab. Agam Lubuk Basung, asam nitrat (HNO_3 69%), natrium nitrit (NaNO_2), natrium hidroksida (NaOH), natrium sulfat (Na_2SO_3), natrium hipoklorit (NaOCl 12%), hidrogen peroksida (H_2O_2 50%), asam sulfat (H_2SO_4 98%), etanol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$), n-heksana (C_6H_{14}), asam asetat (CH_3COOH), aquades.

B. Cara Kerja

1. Proses Preparasi Serat TKKS (Kasim F dan Asben A, 2022 yang Dimodifikasi)

Serat TKKS dikeringkan menggunakan sinar matahari hingga kadar air $\pm 10\%$ serta digiling menggunakan *disk mill* dan diayak menggunakan ayakan 40 mesh.

2. Proses Delignifikasi Serbuk TKKS (Kasim F dan Asben A, 2022 yang Dimodifikasi)

Ditimbang 75 gram serbuk TKKS dan dimasukkan dalam gelas kimia, setelah itu ditambah 1 L HNO_3 3,5% dan 10 mg NaNO_2 . Dipanaskan di atas *hot plate magnetic stirrer* dengan suhu 90°C selama 2 jam. Selanjutnya disaring dan dicuci hingga memperoleh ampas netral. Kemudian ampasnya dilarutkan dengan 750 ml larutan yang mengandung 2% NaOH dan 2% Na_2SO_3 pada suhu 50°C selama 1 jam, selanjutnya disaring dan dicuci. Pemutihan dilakukan dengan 250 ml larutan NaOCl 2 % pada suhu mendidih selama 30 menit. Produk disaring dan ampas dicuci hingga pH netral. Pemurnian alfa-selulosa dilakukan dengan menggunakan 500 ml larutan NaOH 17,5 % pada suhu 80°C selama 30 menit. Produk disaring lagi, dan ampas dicuci hingga pH netral. Pulp diputihkan dengan 250 ml larutan H_2O_2 10 % pada suhu 60°C selama 5 menit.

3. Isolasi Nanoselulosa (Sangbara et al., 2023 yang Dimodifikasi)

Alfa Selulosa sebanyak 5 gram dipanaskan dengan H_2SO_4 dengan konsentrasi sesuai perlakuan (10 %, 20 %, dan 30 %) sebanyak 150 ml pada suhu (40 ± 5) $^\circ\text{C}$ selama 3 jam sambil diaduk, dicuci hingga pH netral, dan di ultrasonikasi dengan waktu sesuai perlakuan (30, 60, dan 90 menit) dengan menggunakan suhu 50°C dan amplitudo 40 %, selanjutnya disentrifus selama 30 menit dengan kecepatan 3000 rpm, dan dipisahkan suspensinya sehingga menghasilkan nanoselulosa.

C. Prosedur Pengamatan

Analisa yang dilakukan pada serat TKKS dan alfa (α)-selulosa yaitu kadar air (Kasim et al., 2018) untuk mengetahui kelembapan bahan, kadar zat ekstraktif (TAPPI T 11m-76) untuk menentukan kandungan senyawa non-struktural yang dapat menghambat proses isolasi, Kadar holoselulosa (TAPPI T 9 m-54), kadar selulosa (TAPPI Standart T 9m-54) untuk mengetahui kandungan selulosa sebagai komponen utama dalam pembentukan nanoselulosa, kadar hemiselulosa, kadar lignin (TAPPI Standart T 13 m-54) untuk melihat keberhasilan proses delignifikasi. Sementara itu untuk nanoselulosa perhitungan rendemen (Kasim F dan Asben A, 2022) dan analisis ukuran partikel dengan PSA, untuk melihat rata-rata diameter nanoselulosa yang dihasilkan.

D. Analisis Data

Analisis data pada penelitian ini menggunakan metode rancangan acak lengkap (RAL) faktorial dengan 3 ulangan. Data yang dihasilkan dianalisis menggunakan ANNOVA dilanjutkan dengan uji lanjut *Duncan New Multiple Range Test* (DNMRT) pada taraf 5 %.

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Komposisi Kimia Serat TKKS dan Alfa-selulosa TKKS

Serat TKKS dan alfa (α)-selulosa yang diperoleh dilakukan analisis kadar air, kadar zat ekstraktif, kadar holoselulosa, kadar selulosa, kadar hemiselulosa, dan kadar lignin. Komposisi Kimia Serat TKKS dan (α)-selulosa dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi Kimia Serat TKKS dan Alfa (α)-selulosa TKKS

Komposisi Kimia (%)	Serat TKKS (%) (Rata-rata $\pm$ SD)	Alfa (α)-selulosa TKKS (%) (Rata-rata $\pm$ SD)
Kadar Air	8,29 $\pm$ 0,27	73,15 $\pm$ 0,47
Kadar Zat Ekstraktif	4,83 $\pm$ 0,44	1,80 $\pm$ 0,03
Kadar Holoselulosa	77,42 $\pm$ 0,72	86,15 $\pm$ 0,46
Kadar Selulosa	62,99 $\pm$ 0,55	84,29 $\pm$ 0,22
Kadar Hemiselulosa	14,43 $\pm$ 0,30	1,86 $\pm$ 0,67
Kadar Lignin	17,58 $\pm$ 0,27	6,63 $\pm$ 0,23

Kadar air ialah banyaknya air yang terkandung dalam bahan yang dinyatakan dalam persen (Gultom, 2014). Berdasarkan data pada Tabel 1, kadar air serat TKKS yang diperoleh pada penelitian ini adalah sebesar 8,29 %. Kadar air ini sejalan dengan penelitian Dewanti (2018), yang memperoleh kadar air pada serat TKKS sebesar 8,56 %. Kadar air serat TKKS masih berada dibawah rentang maksimal yang dilaporkan oleh Kasim F dan Asben A (2022), sebesar 10,35 %. Kadar air serat TKKS yang tinggi dapat mempercepat tumbuhnya mikroorganisme, sehingga produk yang dihasilkan tidak berkualitas atau terkontaminasi.

Kadar zat ekstraktif serat TKKS yang didapatkan pada penelitian yaitu 4,83 %, yang sejalan dengan penelitian Kasim F dan Asben A (2022), yang menyatakan kadar zat ekstraktif serat TKKS yaitu 4,35 % dan penelitian (Dewanti, 2018), juga menyebutkan kadar zat ekstraktif serat TKKS yaitu 4,19 %. Nilai yang sebanding ini menunjukkan bahwa serat TKKS yang digunakan memiliki karakteristik kimia yang mirip dengan penelitian sebelumnya, yang mengindentifikasikan proses ekstraksi yang dilakukan berjalan dengan baik.

Kadar holoselulosa serat TKKS yang didapatkan 77,42 % yang memiliki rentang yang tidak begitu jauh dengan kadar holoselulosa yang diperoleh pada penelitian Kasim F (2019), yaitu 70,52 % dan juga pada penelitian (Kasim & Kasim, 2013), juga menyebutkan kadar holoselulosa serat TKKS yaitu 62,87 %. Tingginya kadar holoselulosa menunjukkan bahwa serat TKKS memiliki kualitas serat yang baik serta berpotensi untuk dimanfaatkan dalam proses pemurnian lanjutan.

Kadar selulosa pada penelitian ini 62,99 %, pada penelitian (Kasim & Kasim, 2013), yaitu 57,19 % dan penelitian (Pradana. M. A, 2017), kadar selulosa yang didapatkan yaitu 65 %. Nilai masih memiliki perbedaan rentang yang wajar penelitian sebelumnya.

Kadar Hemiselulosa yang didapatkan pada penelitian ini 14,43 %, pada penelitian Kasim F (2019), didapatkan kadar hemiselulosa serat TKKS yaitu 17,57 %, dan pada penelitian Sudiyani (2013), menyebutkan kadar hemiselulosa pada serat TKKS berkisar 6,61 % - 15,96 %. Perbedaan nilai yang didapatkan dengan penelitian Kasim F (2019), masih bisa dikatakan sebanding karena memiliki rentang perbedaan yang tidak jauh, namun dibandingkan dengan penelitian Sudiyani (2013), sudah sebanding karena berada pada rentang nilai yang ditemukan pada enelitian sebelumnya.

Kadar Lignin yang didapatkan yaitu 17,58 % yang sebanding dengan penelitian Kasim F (2019), yang menyatakan kadar lignin serat TKKS yaitu 17,25 %. Lignin terdiri dari makromolekul yang memiliki struktur berbeda dibandingkan dengan polisakarida karena mengandung gugus aromatik dari unit fenilpropana. Lignin secara morfologi adalah senyawa amorf yang terdapat pada lamela tengah dan dinding sekunder (Kasim F dan Asben A, 2022). Karakteristik serat TKKS yang didapatkan menunjukkan kesesuaian dengan literatur, sehingga bahan baku TKKS dinilai sudah memenuhi standar untuk proses isolasi alfa-selulosa dan nanoselulosa.

Alfa (α)-selulosa adalah produk hasil konversi serat melalui proses pulping bertingkat, yang berfungsi memecah serta menghilangkan komponen amorf, seperti lignin, hemiselulosa, dan zat lainnya, dalam bentuk mikromolekul, sehingga tersisa rantai selulosa yang kuat dan tidak larut dalam NaOH 17,5 % (Kasim F., 2019). Kadar air alfa (α)-selulosa yang didapatkan cukup tinggi yaitu 73, 15 %, karena memiliki sifat hidrofilik selulosa. Proses delignifikasi dengan NaOH dapat mengubah struktur material sehingga membuat air lebih mudah masuk ke dalam selulosa yang menjadi longgar dan mengembang (Asmoro, 2018). Struktur selulosa yang longgar dan mengembang memudahkan penyerapan cairan sehingga meningkatkan kemampuan menyerap air (Ritonga et al., 2023).

Alfa (α)-selulosa digunakan sebagai penentu tingkat kemurnian selulosa. Alfa (α)-selulosa merupakan fraksi selulosa dengan tingkat kemurnian tinggi. Jika kadar zat ekstraktif, kadar

hemiselulosa, dan kadar lignin menurun, sedangkan kadar selulosa mengalami peningkatan seperti data yang didapatkan pada penelitian, hal ini menunjukkan bahwa proses delignifikasi yang dilakukan berhasil dan berjalan efektif. Penurunan komponen lignin dan hemiselulosa akan meningkatkan presentase alfa-selulosa karena fraksi selulosa murni lebih dominan.

B. Rendemen Nanoselulosa setelah di Hidrolisis dan Ultrasonikasi

Isolasi nanoselulosa menggunakan dua metode yaitu metode kimiawi dibantu dengan metode mekanik, menggunakan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 10, 20, dan 30 %, dan ultrasonikasi dengan variasi waktu 30, 60 dan 90 menit. Berdasarkan hasil analisis sidik ragam rendemen nanoselulosa menunjukkan bahwa interaksi konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi berpengaruh nyata pada taraf 5 %. Rendemen nanoselulosa dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Rendemen Nanoselulosa setelah dihidrolisis dan di Ultrasonikasi

Rendemen Nanoselulosa (%) (Rata-rata $\pm$ SD)			
Konsentrasi AsamSulfat (%)	Waktu Ultrasonikasi (menit)		
	B1 (30 menit)	B2 (60 menit)	B3 (90 menit)
A1 (10 %)	89,46 $\pm$ 0,42 ^{Ca}	89,51 $\pm$ 0,40 ^{Ca}	89,52 $\pm$ 1,00 ^{Cb}
A2 (20 %)	84,20 $\pm$ 1,13 ^{Ba}	85,23 $\pm$ 0,67 ^{Ba}	87,84 $\pm$ 0,83 ^{Bb}
A3 (30 %)	78,94 $\pm$ 1,43 ^{Aa}	79,80 $\pm$ 0,28 ^{Aa}	81,83 $\pm$ 0,49 ^{Ab}

KK = 8,9 %

Keterangan : Angka-angka pada kolom dan lajur yang sama diikuti oleh huruf kapital dan kecil yang sama berbeda tidak nyata pada taraf nyata 5 % DNMRT (huruf kapital dibaca vertikal dan huruf kecil dibaca horizontal), SD = Standar Deviasi, KK = Koefisien Keragaman.

Hasil sidik ragam pada taraf 5% variasi konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi berpengaruh nyata terhadap rendemen nanoselulosa. Berdasarkan Tabel 2, dapat dilihat rendemen nanoselulosa berada pada rentang 78,94-89,52 %. Rendemen nanoselulosa tertinggi yaitu 89,52 % terdapat pada perlakuan A1B3 (konsentrasi asam sulfat 10 % dengan waktu ultrasonikasi 90 menit), rendemen terendah yaitu sebesar 78,93 % terdapat pada perlakuan A3B1 (konsentrasi 30 % dengan waktu ultrasonikasi 30 menit). Penggunaan konsentrasi asam sulfat sangat berpengaruh terhadap rendemen nanoselulosa yang dihasilkan. Semakin tinggi konsentrasi yang digunakan maka rendemen yang dihasilkan semakin rendah, karena asam lebih kuat memecahkan serat. Temuan Ningtyas (2020), menyatakan rendemen nanoselulosa mengalami penurunan rendemen seiring dengan meningkatnya konsentrasi asam sulfat yang digunakan.

Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian Pratama (2019), yang melaporkan terjadinya penurunan rendemen dari 76,9 % menjadi 1,7 % seiring dengan kenaikan konsentrasi asam sulfat dari 45 % hingga 60 %. Penelitian (Rahmawati, 2025), juga melaporkan terjadinya penurunan massa nanokristalin selulosa seiring dengan kenaikan konsentrasi asam sulfat dari 10 % hingga 30 %. Konsentrasi asam sulfat 10% merupakan kondisi optimum karena mampu mendegradasi bagian amorf secara selektif tanpa merusak struktur kristalin nanoselulosa (Harahap, 2019). Konsentrasi tersebut memungkinkan pemutusan ikatan hidrogen pada area amorf secara optimal, yang berdampak terbentuknya nanoselulosa yang berukuran kecil dan penyebaran ukuran yang lebih homogen. Penggunaan konsentrasi asam sulfat yang lebih tinggi, dapat menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi agresif dan mulai merusak struktur kristalin selulosa, yang menyebabkan penurunan rendemen secara drastis (Lismeri, 2019). Selain itu konsentrasi asam yang berlebihan dapat memicu pembentukan senyawa sampingan (seperti gula) yang dapat menurunkan kualitas nanoselulosa (Pratama, 2019).

Asam sulfat dapat dengan cepat menembus lapisan jaringan selulosa dan menghidrolisis bagian kristalinnya, sehingga sebagian besar selulosa larut dalam asam (Ioelovich, 2012). Asam sulfat berperan sebagai oksidator kuat yang bereaksi sangat kuat dengan air dan menghasilkan panas yang tinggi (Lusiana, 2019). Menurut (Sacui, 2014), pembuatan nanoselulosa dilakukan menggunakan metode asam kuat yaitu asam sulfat untuk menghasilkan *Cellulose Nanofiber* (CNF) yang memiliki kelarutan baik dalam air dan meninggalkan sedikit gugus ester sulfat pada permukaan *Cellulose Nanofiber* (CNF) setelah proses hidrolisis. Selama hidrolisis, serat juga mengalami pengelupasan pada area amorf sehingga meningkatkan kristalinitas dari CNF (Jonoobi, 2011).

Rendemen nanoselulosa akan mengalami kenaikan seiring dengan waktu ultrasonikasi yang digunakan. Karena energi kavitasi melepaskan lebih banyak nanofibril. Redjeki *et al.*, (2024), menyatakan rendemen nanoselulosa serbuk mengalami peningkatan dari 15,04 % menjadi 29,64 % seiring dengan kenaikan waktu ultrasonikasi yang digunakan dari 30 hingga 120 menit. Rosani (2022), menyatakan dengan bertambahnya waktu ultrasonikasi akan semakin meningkatkan rendemen nanoselulosa yang dihasilkan. Hal ini diduga disebabkan karena sampel lebih lama kontak dengan pelarut, sehingga nanofibril lebih banyak terlepas. Semakin lama waktu ultrasonikasi, semakin panjang pula kontak antara sampel dan pelarut serta semakin intens proses kavitasi yang dihasilkan oleh gelombang ultrasonik. Kondisi ini menyebabkan dinding struktur sampel mengalami kerusakan sehingga lebih banyak nanofibril terlepas (Irawan, 2010).

Interaksi konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi berpengaruh nyata terhadap rendemen nanoselulosa. Semakin tinggi konsentrasi asam sulfat maka rendemen nanoselulosa semakin turun, dan semakin lama waktu ultrasonikasi maka semakin tinggi rendemen nanoselulosa. Perlakuan A1 (konsentrasi asam sulfat 10 %) dan B3 (waktu ultrasonikasi 90 menit) menghasilkan rendemen yang tinggi, dan perlakuan A3 (konsentrasi asamsulfat 30 %) dengan B1 (waktu ultrasonikasi 30 menit) menghasilkan rendemen yang rendah.

C. Ukuran Partikel Nanoselulosa dianalisis dengan PSA

Ukuran partikel merupakan parameter utama dalam menentukan apakah suatu material dapat dikategorikan sebagai nanopartikel. Karakterisasi ukuran partikel nanoselulosa dilakukan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA) dengan tipe *Dynamic Light Scattering* (DLS). Analisis ukuran partikel dengan PSA merupakan metode yang digunakan untuk mendapatkan ukuran partikel CNF dalam suspensi yang mengalami gerakan Brown akibat tumbukkan termal dengan partikel pelarut. Ukuran partikel yang diperoleh disebut diameter hidrodinamik yang menggambarkan cara partikel CNF berdifusi dengan media cair (Radakisnin, 2020). Ukuran Partikel Nanoselulosa dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Ukuran Partikel Nanoselulosa

Perlakuan	Ukuran Partikel Nanoselulosa
Konsentrasi (%) : Waktu (menit)	(nm)
A1B1 (10 % : 30 menit)	268,5
A1B2 (10 % : 60 menit)	239,3
A1B3 (10 % : 90 menit)	275,0
A2B1 (20 % : 30 menit)	224,4
A2B2 (20 % : 60 menit)	310,7
A2B3 (20 % : 90 menit)	218,9
A3B1 (30 % : 30 menit)	170,8
A3B2 (30 % : 60 menit)	260,9
A3B3 (30 % : 90 menit)	380,7

Berdasarkan Tabel 3, dapat dilihat ukuran partikel nanoselulosa berada pada rentang 170,8 – 380,7 nm. Perlakuan A3B3 (konsentrasi 30 % dan waktu 90 menit) memperoleh ukuran partikel paling besar yaitu 380,7 nm, dan perlakuan A3B1 (konsentrasi 30 % dan waktu 30 menit) menghasilkan ukuran 170,8 nm yang relatif kecil dibanding semua perlakuan. Waktu ultrasonikasi berpengaruh terhadap terhadap ukuran partikel nanoselulosa, semakin lama waktu ultrasonikasi maka ukuran partikel yang dihasilkan semakin kecil (Nikmatin, 2018).

Secara deskriptif kombinasi antara konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi memberikan pengaruh pada ukuran partikel nanoselulosa. Konsentrasi asam sulfat yang tinggi mampu menghasilkan ukuran partikel yang kecil jika menggunakan waktu ultrasonikasi yang optimal. Perlakuan A3B1 menunjukkan nanoselulosa yang berukuran kecil dari semua perlakuan dengan ukuran 170,8 nm. Zhang (2017), menyatakan suatu material dikategorikan sebagai nanopartikel apabila ukuran partikelnya berada dibawah 100 nm. Ukuran yang diperoleh pada penelitian ini lebih besar dari batas definisi teoritis, namun masih berada dalam rentang yang umum dilaporkan pada penelitian terdahulu.

Penelitian (Roehafi et al., 2024), menyatakan ukuran partikel nanoselulosa dengan konsentrasi asam sulfat 60 % dan waktu ultrasonikasi 15 menit berada pada rentang 223,43 – 409,44 nm. Ningtyas, Muslihudin, & Sari (2020), dalam penelitiannya memperoleh ukuran partikel nanoselulosa 356,5 - 764,2 nm untuk limbah jerami padi, dan 422,6 – 634,0 nm untuk limbah kulit jagung dengan menggunakan asam sulfat konsentrasi 45, 55, dan 65 %.

Ukuran partikel yang melebihi 100 nm dapat terjadi akibat adanya aglomerasi pada sampel serta keterbatasan kemampuan pelarut dalam mendispersikan partikel sebelum dilakukan pengujian PSA (Roehafi et al., 2024). Aglomerasi terjadi dipengaruhi oleh banyaknya gugus hidroksil pada permukaan CNF serta proses dispersi yang belum memutuskan interaksi antar fibril secara optimal. Ukuran partikel yang diukur dengan PSA mempresentasikan ukuran hidrodinamik agregat CNF dalam suspensi, sehingga fenomena aglomerasi berkontribusi langsung terhadap meningkatnya ukuran partikel yang terdeteksi. Meskipun aglomerasi meningkatkan ukuran partikel, struktur jaringan CNF yang terbentuk berpotensi meningkatkan viskositas dan kemampuan pembentukan film. Dengan mempertimbangkan fenomena aglomerasi dan prinsip pengukuran PSA, hasil ukuran partikel CNF dalam penelitian ini masih relevan dan dapat diterima secara ilmiah.

Berdasarkan hasil ukuran partikel dan bentuk nanoselulosa seperti untaian serat atau benang-benang halus, maka sampel nanoselulosa diatas dapat dipastikan sebagai CNF (*Cellulose Nanofiber*), karena (Nafisah et al., 2022), menggambarkan CNF untaian serat elementari fibril yang terdiri atas fase amorf dan fase kristal dan memiliki ukuran nano hingga mikro. Marno (2018), menyatakan nanoserat selulosa memiliki ukuran serat dengan diameter antara 100 – 500 nm.

KESIMPULAN

Interaksi konsentrasi asam sulfat dan lama waktu ultrasonikasi berpengaruh nyata terhadap rendemen nanoselulosa dan konsentrasi asam sulfat dan waktu ultrasonikasi menunjukkan perbedaan ukuran partikel nanoselulosa berdasarkan analisis deskriptif. Perlakuan terbaik terdapat pada perlakuan A3B1 (konsentrasi 30 % dan lama waktu ultrasonikasi 30 menit) dengan rendemen nanoselulosa 78,94 % dan ukuran nanoselulosa sebesar 170,8 nm.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada LPPM Unand yang telah memberikan dana sehingga penelitian dengan skema Penelitian Skripsi Sarjana (PSS) sesuai dengan kontrak Nomor: 234/UN16.19/PT.01.03/PSS/2025, bisa terselesaikan.

DAFTAR PUSTAKA

- Asmoro, N. W. , Afriyanti. , dan I. (2018). Rendemen Selulosa Hasil Ekstraksi Batang Tanaman Jagung (*Zea mays*) Menggunakan Variasi Lama Blaching dan Konsentrasi NaOH. *Pro Food Jurnal Ilmu Dan Teknologi Pangan*, 4(1): 283–288.
- Dewanti, D. P. (2018). Potensi Selulosa dari Limbah Tanda Kosong Kelapa Sawit untuk Bahan Baku Bioplastik Ramah Lingkungan. *Jurnal Teknologi Lingkungan*, 19(1): 81–87.
- Harahap, H. , H. A. , dan J. I. F. (2019). Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat (H₂SO₄) pada Hidrolisa Tongkol Jagung (*Zea mays*) menjadi Nanokristal Selulosa sebagai Filler Penguat pada Produk Lateks Karet Alami. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 8(2): 48–53.
- Ioelovich, M. (2012). Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanoscience and Nanotechnology*, 2(2): 9–13.
- Irawan, B. (2010). *Peningkatan Mutu Minyak Nilam dengan Ekstraksi dan Distilasi pada Berbagai Komposisi Pelarut*. Universitas Diponegoro.
- Jonoobi, M. , K. A. , M. T. P. , A. S. , dan O. K. (2011). Characteristics of Cellulose Nanofibers Isolated from Rubberwood and Empty Fruit Bunches of Oil Palm Using Chemo-mechanical Process. *Cellulose*, 18: 1085–1095.
- Kasim F dan Asben A. (2022). Synthesis of Microcrystalline Cellulose at Several Variations in Alpha-Cellulose Hydrolysis Time from Oil Palm Empty Fruit Bunches by Microwave Pretreatment. *International Conference on Sustainability Agriculture and Biosystem*.

- Kasim, F., & Kasim, A. (2013). *Hydrolysis of Oil Palm Empty Fruit Bunch Fibers to Produce Sugar Hydrolyzate as Raw Material for Bioethanol Production*. 3(3).
- Kasim F., S. K. , S. P. , dan S. (2019). Isolation Alpha-cellulose from Oil Palm Waste Biomass as a Raw Material for Naocrystalline Cellulose (NCC). *Journal on Advanced Science Engineering Information Technology*, 9(4): 1395–1401.
- Kasim, F., Syamsu, K., Setyaningsih, D., & Suryadarma, P. (2018). *The Effect of Pretreatment of Microwave Heating on Efficiency of Hydrolysis Time and α -Cellulosic Characteristics of Palm The Effect of Pretreatment Of Microwave Heating On Efficiency Of Hydrolysis Time and α -Cellulosic Characteristics Of Palm Oil Waste Biomass*.
- Lismeri, H. et all. (2019). Pengaruh Suhu dan Waktu Pretreatment Alkali pada Isolasi Selulosa Limbah Batang Pisang. *Journal of Chemical Proccess Engineering*, 4(1): 18–22.
- Lusiana, S. E. (2019). *Pengembangan Metode Sintesis Nanoselulosa Menggunakan Selulosa dari Residu Bunga Pinus merkusi Jungh & De Vriese*. Universitas Brawijaya.
- Marno, M. , W. E. , S. J. , dan S. A. (2018). Perancangan dan Pengembangan Sistem Electrospinning sebagai Teknologi dalam Pembuatan Nanofiber. *Jurnal Inovasi Vokasional Dan Teknologi*, 18(2): 101–108.
- Muljani, S. , C. , & F. (2023). Sintesis Karakterisasi Selulosa Kristal dari Batang Tembakau. *Jurnal Teknik Kimia*, 17(2): 46–51.
- Nafisah, A. R., Rahmawati, D., Tarmidzi, F. M., Studi, P., Pangan, T., Sains, J., Kemaritiman, D., & Kalimantan, T. (2022). Synthesis of Cellulose Nanofiber from Palm Oil Empty Fruit Bunches Using Acid Hydrolysis Method. In *Indonesian Journal of Chemical Science* (Vol. 11, Number 3). <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Nikmatin, S. , P. S. , M. A. , M. T. , dan P. A. (2018). Analisis Gugus Fungsi, Distribusi, dan Ukuran Partikel Tinta Stempel dari Ekstrak Gambir (Uncaria gambir Roxb) dengan Senyawa Pengomplek NaOH dan Al₂(SO₄)₃. *Jurnal Litbaang Industri*, 8(1): 31–38.
- Ningtyas, K. R. M. M. S. N. (2020). Sintesis Nanoselulosa dari Limbah Hasil Pertanian menggunakan Variasi Konsentrasi Asam. *Jurnal Penelitian Pertanian Terapan*, 20(2), 142–147.
- Pradana. M. A, A. H. & F. M. (2017). Pemisahan Selulosa dari Lignin Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit dengan Proses Alkalisasi untuk Penguat Bahan Komposit Penyerap Suara. *Jurnal Teknik ITS*, 6(2): 413–416.
- Pratama, A. W. , P. B. , I. D. , H. T. , dan A. H. S. (2019). Pengaruh Konsentrasi Asam terhadap Sifat Fisik dan Muatan Permukaan Selulosa Termomodifikasi. *Jurnal Penelitian Kimia*, 15(2), 315–328.
- Radakisnin, R. , M. M. S. A. , J. M. R. M. , J. M. , S. M. T. H. , dan T. M. F. M. (2020). Structural, Morpholoical and Thermal Properties of Cellulose Nanofibers from Napier Fiber (Pennisetum purpureum). *Material*, 13(18): 1–17.
- Rahmawati, A. , F. L. , dan Y. R. R. (2025). Sintesis dan Karakteristik Nanokristalin Selulosa dari Limbah Pelepeh Pisang dengan Variasi Suhu Bleaching dan Konsentrasi Asam Sulfat. *Jurnal Fisika Unand*, 14(4): 332–338.
- Redjeki, A., Ilmar Ramadhan, A., Meta Sari, A., Hidayati Fithriyah, N., Rahardja, I., Salsabila, M. dan, & Rahmawati Suryani. (2024). *Pemanfaatan Limbah Kelapa Sawit menjadi Nanoselulosa dengan Variasi Waktu Ultrasonikasi*. <http://jurnal.umj.ac.id/index.php/semnaskat>
- Ritonga, P. C., Agustina Eka Putri, S., Setiawan, E., Desta Pramaysella, A., Kalo Bello Puyanggana, C., & Korespondensi, P. (2023). Effectiveness of Palm Oil Empty Fruit Extraction as Absorbent Using Delignification and Bleaching Methods. In *Jurnal Teknologi Pertanian* (Vol. 24, Number 3).
- Roehafi, F., Charollyne Latupapua, F., & Aldila, H. (2024). Pengaruh Konsentrasi H₂SO₄ Terhadap Ukuran Partikel Nanoselulosa Berbasis Limbah Kertas Konvensional. *Jurnal Riset Fisika Indonesia*, 5(1). <https://journal.ubb.ac.id/jrifi/article/view/5716>Halaman|62
- Rosani, M. , Haslina. , dan P. A. S. (2022). Pengaruh Lama Waktu Ekstraksi Ultrasonik terhadap Rendemen dan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Hipokotil Bakau Hitam. *Jurnal Sains & Teknologi*, 12(2).
- Sacui, I. A. , N. R. C. , B. D. J. , S. S. J. , J. M. , W. C. , F. E. J. , O. R. T. , dan G. J. W. (2014). Comparison of the Properties of Cellulose Nanocrystals and Cellulose Nanofibrils Isolated from Bacteria, Tunicatee, and Wood Procesed Using Acid, Enzymatic, Mechanical, and Oxidative Mehods. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 6(9): 6127–6138.

- Sangbara, E. T., Tampubolon, H. P. L., Mandalurang, F., Muaja, M. C., Pairunan, R., & Wuntu, A. D. (2023). Isolasi Nanoselulosa Pelepah Aren (*Arenga pinnata* Merr.) untuk Menurunkan Kandungan Sianida dalam Limbah Tambang Emas Rakyat Sulawesi Utara. *CHEMISTRY PROGRESS*, 16(2), 96–105. <https://doi.org/10.35799/cp.16.2.2023.52459>
- Sudiyani, Y. , S. D. , T. E. , S. S. K. C. , A. Y. , A. H. , dan H. M. H. (2013). Utilization of Biomass Waste Empty Fruit Bunch Fiber of Palm Oil for Bioethanol Production Using Pilot- Scale Unit. *International Conference on Sustainable Energy Engineering and Application*, 32: 31–38.
- Utami, F. (2018). *Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam Pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi*. Universitas Jember.
- Wulandari, W. S. (2020). *Pembuatan dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Jerami Padi dengan Metode Hidrolisis Asam (Variasi Volume Penambahan Asam)*.
- Xie, H. , D. H. , Y. X. , dan S. C. (2018). Recent Strategies in Preparation of Cellulose Nanocrystals and Cellulose Nanofibrils Derived from Raw Cellulose Materials. *International Journal of Polymer Science*, 2018(1): 1–25.
- Zhang, H. , B. J. , dan L. Q. (2017). Measuring Suspended Particle Size with High Accuracy. *Internasional Journal of Petrochemical Science and Engineering*, 2(6): 201–206.