

SINTESIS NANOSULOSA ASETAT DARI AMPAS SAGU DENGAN METODE ELECTROSPINNING

Angela Myrra Puspita Dewi^{1*}, Desi Natalia Edowai¹, Yudi Pranoto²,
dan Purnama Darmadji²

¹Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Papua
Jl. Gunung Salju, Amban, Manokwari, Papua Barat 98314.

²Jurusan Teknologi Pangan dan Hasil Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian,
Universitas Gadjah Mada

Jl. Flora No.1, Bulaksumur, Condngatur, Sleman, Yogyakarta 55281

*Email: a.puspita@unipa.ac.id

Abstrak

Pengembangan nanoteknologi sebagai bahan komposit berbasis bahan alam telah banyak dikembangkan. Penelitian ini mengkaji tentang aplikasi electrospinning dalam pembuatan nanoselulosa asetat dari ampas sagu. Perlakuan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi besar tegangan listrik sebesar 5 dan 10 kV dan jarak collector-sampel 8 dan 9 cm. Dari hasil penelitian diperoleh bahwa morfologi nanoselulosa asetat dari ampas sagu berbentuk partikel dengan bentuk yang tidak beraturan. Semakin tinggi tegangan listrik yang digunakan maka ukuran partikel semakin kecil, sedangkan jarak collector tidak berpengaruh terhadap ukuran partikel nanoselulosa asetat. Perlakuan sintesis nanoselulosa asetat dengan metode electrospinning terbaik pada perlakuan rasio selulosa asetat : pelarut 1:10, besar tegangan 10 kV dan jarak collector 8 cm dengan ukuran partikel nanoselulosa asetat sebesar 670 nm.

Kata kunci : ampas sagu, electrospinning, nanoselulosa asetat

1. PENDAHULUAN

Pengembangan penelitian komposit saat ini mengarah pada bahan alami yang mudah terurai, mudah diperoleh, ringan, kuat, dan memiliki sifat mekanik yang baik (Muhaimin dkk., 2014). Salah satu bahan alami yang berpotensi sebagai bahan dasar pembuatan komposit adalah selulosa. Selulosa merupakan polimer alam dengan keberadaan melimpah dari produksi biomassa. Selulosa terdiri dari ikatan glukosa-glukosa yang tersusun pada suatu rantai linear (Moon, dkk., 2011). Selulosa dapat diperoleh dari limbah pengolahan hasil pertanian seperti limbah ekstraksi pati sagu yang berupa serat empelur sisa pemerasan pati sagu.

Pemanfaatan ampas sagu sebagai bahan baku komposit masih terkendala karakteristik selulosa dalam hal kelarutannya (Rachmaniah dkk., 2009). Untuk meningkatkan kelarutan selulosa dapat dilakukan asetilasi. Aplikasi selulosa asetat sebagai komposit umumnya dapat digunakan sebagai filler (pengisi). Bahmid dkk., (2014) telah mengkaji tentang aplikasi selulosa asetat dari tandan kosong kelapa sawit sebagai bahan baku pembuatan bioplastik. Dari hasil penelitiannya, diperoleh hasil bahwa ukuran serat selulosa berpengaruh terhadap kuat tarik bioplastik yang dihasilkan. Makin kecil ukuran serat maka kuat tarik bioplastik semakin besar (Bahmid dkk., 2014).

Untuk memperkecil diameter serat dapat dilakukan dengan metode *electrospinning* (Muhaimin dkk., 2014). *Electrospinning* merupakan metode yang relatif mudah, sederhana, dan efektif untuk membentuk *nanofiber*. Penelitian pembuatan serat polimer berskala nano (polymer nanofibers) dengan metode *electrospinning* sudah banyak dilaporkan. Akan tetapi, penelitian terkait pembuatan serat nanoselulosa dengan metode *electrospinning* masih terbatas. Dengan demikian, penelitian ini akan mengkaji pengaruh besar tegangan listrik dan jarak *spinneret-collector* terhadap morfologi nanoselulosa asetat dari ampas sagu yang dihasilkan.

2. METODOLOGI

2.1. Alat dan Bahan

Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *hot plate stirrer*, Oven, timbangan analitik, kertas saring, *electrospun*, *Scanning Electron Microscope*, dan peralatan gelas untuk analisis.

Bahan

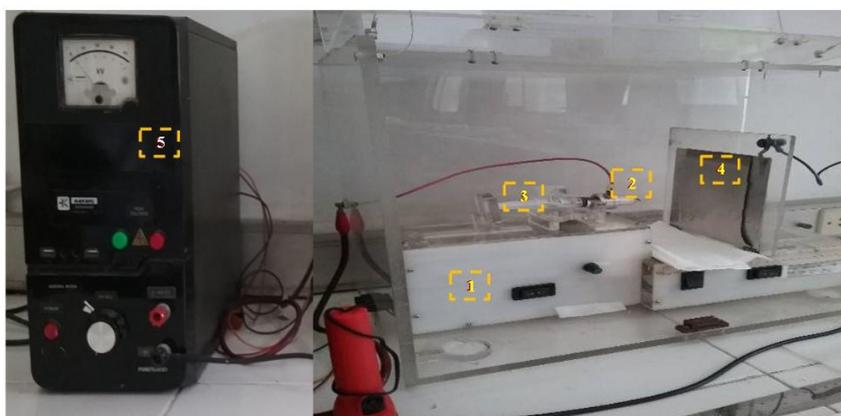
Bahan yang digunakan pada penelitian ini meliputi selulosa dari ampas sagu asal Manokwari, Papua Barat, reagen kimia p.a meliputi NaOH, HCl, Ethanol, Asam sulfat, asetat anhidrida, aseton, N,N-dimetilasetamida, dan aquades.

2.2. Asetilasi Selulosa dari ampas sagu

Metode sintesis selulosa asetat mengacu pada metode Bahmid dkk.,(2013) yang dimodifikasi. Selulosa dari ampas sagu ditambahkan 24 ml asam asetat glasial dan diaduk pada suhu 38°C selama 60 menit. Selulosa ditambahkan 40 ml asam asetat glasial dan 0,08 ml asam sulfat p.a dan diaduk pada suhu kamar selama 45 menit. Hasil aktivasi ditambahkan asam asetat anhidrida p.a dengan perbandingan glasial dan anhidrida 3:2 kemudian diaduk pada suhu 38°C selama 45 menit. Hasil asetilasi ditambahkan akuades dan asam asetat glasial 1:2 dan diaduk pada suhu 50°C selama 30 menit. Larutan disentrifugasi dengan kecepatan 1500 rpm selama 15 menit kemudian diendapkan dalam aquades. Endapan disaring berulang hingga aroma asetat hilang kemudian dikeringkan pada suhu 55°C.

2.3. Pembuatan Nanoselulosa Asetat dari ampas sagu

Sintesis nanoselulosa dari selulosa asetat dari ampas sagu dilakukan dengan metode *electrospinning* mengacu pada metode Bahmid dkk., (2014) yang dimodifikasi.. Selulosa asetat dilarutkan dalam 100 mL pelarut aseton:dimetilasetamida (2:1) pada konsentrasi selulosa asetat : pelarut sebesar 1:10 sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu ruangan secara perlahan hingga selulosa asetat larut sempurna. Proses pembuatan nanoselulosa asetat menggunakan peralatan *electrospun* dengan skema seperti Gambar 1. Tahap awal proses adalah larutan polimer dimasukkan ke dalam *syringe* 10 mL kemudian ditempatkan di atas *syringe pump* (NE 1000). Larutan dialirkan melalui *syringe* menuju *spinneret*. Ujung logam *spinneret* dihubungkan dengan kutub positif sumber listrik tegangan tinggi. Lembaran plat alumunium dihubungkan dengan kutub negatif yang digunakan sebagai kolektor *nanofiber* yang terbentuk selama proses *electrospinning* berlangsung. Proses *electrospinning* dilakukan pada temperatur ruangan selama 2,5 jam hingga terbentuk lapisan nano pada plat alumunium. Selanjutnya nanoselulosa dilakukan karakterisasi meliputi morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) JSM-6510LA, dan ukuran partikel.



Keterangan :

1. Syringe pump
2. Spinneret
3. Syringe 10 ml
4. Collector
5. Power supply

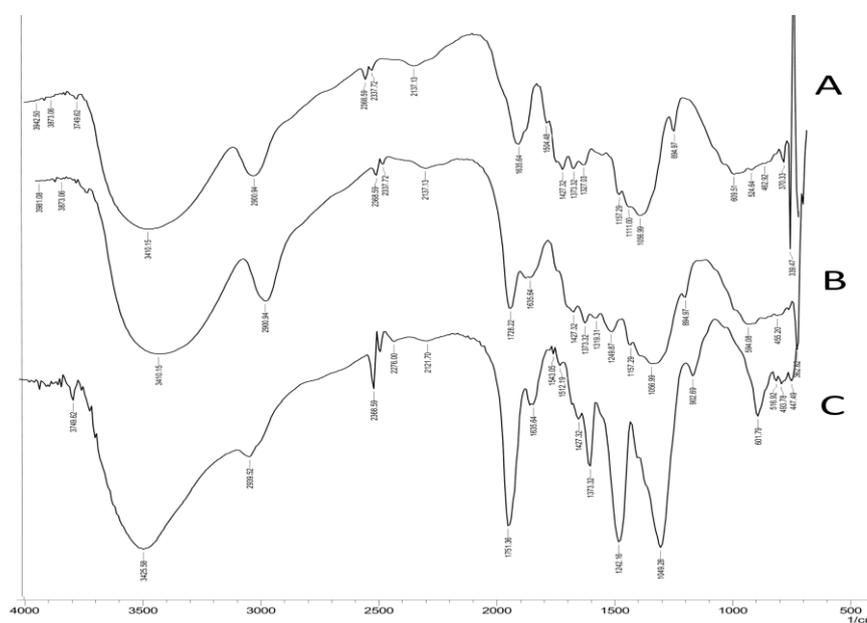
Gambar 1. Perangkat *electrospinning*

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Karakteristik Selulosa Asetat dari Ampas Sagu

Asetilasi selulosa bertujuan untuk meningkatkan kelarutan selulosa dalam pelarut sehingga mempermudah preparasi larutan polimer yang digunakan pembuatan nanoselulosa asetat. Proses asetilasi selulosa menggunakan asetat anhidrid. Karakteristik spektra FT-IR selulosa asetat dapat dilihat pada Gambar 2, sedangkan kadar asetil dan derajat substitusi (DS) selulosa asetat dapat dilihat pada Tabel 1.

Dari profil spektra FTIR selulosa ampas sagu, terdapat gugus-gugus spesifik selulosa yaitu gugus -OH, -CH₂, -O- yang muncul berulang. Gugus -OH tampak pada bilangan gelombang 3348,42 cm⁻¹, sedangkan bilangan gelombang 2900,94 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur CH₂ yang merupakan kerangka utama pembangun senyawa selulosa yang diperkuat dengan vibrasi pada bilangan gelombang 2366,59 cm⁻¹. Gugus -O- yang merangkai selulosa muncul pada bilangan gelombang 1319,31 dan 1373,32 cm⁻¹. Ketiadaan vibrasi pada bilangan gelombang 1509-1609 cm⁻¹ dan 1700-1740 cm⁻¹ pada profil spektra FT-IR selulosa ampas sagu menunjukkan tidak terdapatnya senyawa lignin dan hemiselulosa pada hasil ekstraksi selulosa (Dewi dkk., 2017).



Gambar 2. Profil FTIR Selulosa ampas sagu (A); Selulosa asetat tanpa asetat anhidride (B); Selulosa asetat dengan penambahan asetat anhidride (C)

Spektra FT-IR selulosa asetat perlakuan 0 ml asetat anhidrid tidak berbeda nyata dengan spektra FT-IR selulosa dari ampas sagu. Sedangkan spektra FT-IR selulosa asetat perlakuan penambahan asetat anhidride berbeda nyata dengan spektra FT-IR selulosa hasil ekstraksi. Ketiadaan vibrasi pada bilangan gelombang 3400 cm⁻¹ pada spektra selulosa asetat menunjukkan terjadinya perubahan gugus OH dari selulosa menjadi gugus asetil. Pada sampel selulosa asetat perlakuan 30, 60 dan 66 ml asetat anhidrid tampak adanya vibrasi pada bilangan gelombang 1751,36cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi ulur ikatan C=O dari ester karbonil yang menunjukkan keberadaan gugus asetil (Li Loo dkk., 2012). Dari Gambar 2, tampak bahwa tidak terdapat residu asam asetat dan asetat anhidride dengan tidak adanya serapan pada panjang gelombang 1760-1840 cm⁻¹ (Elidrisi dkk., 2012). Degradasi selulosa akibat proses asetilasi tampak dengan adanya serapan pada panjang gelombang 902 cm⁻¹ pada profil spektra FTIR selulosa asetat dengan penambahan asetat anhidride (Španić dkk., 2015).

Tabel 1. Rendemen, Kadar asetil, dan Derajat Substitusi (DS) Selulosa Asetat

Vol asetat anhidrid (ml)	Rendemen (%)	Kadar Asetil (%)	DS
0	76,46 ^a	8,49 ^a	0,89 ^a
66	90,05 ^b	36,87 ^b	2,17 ^b

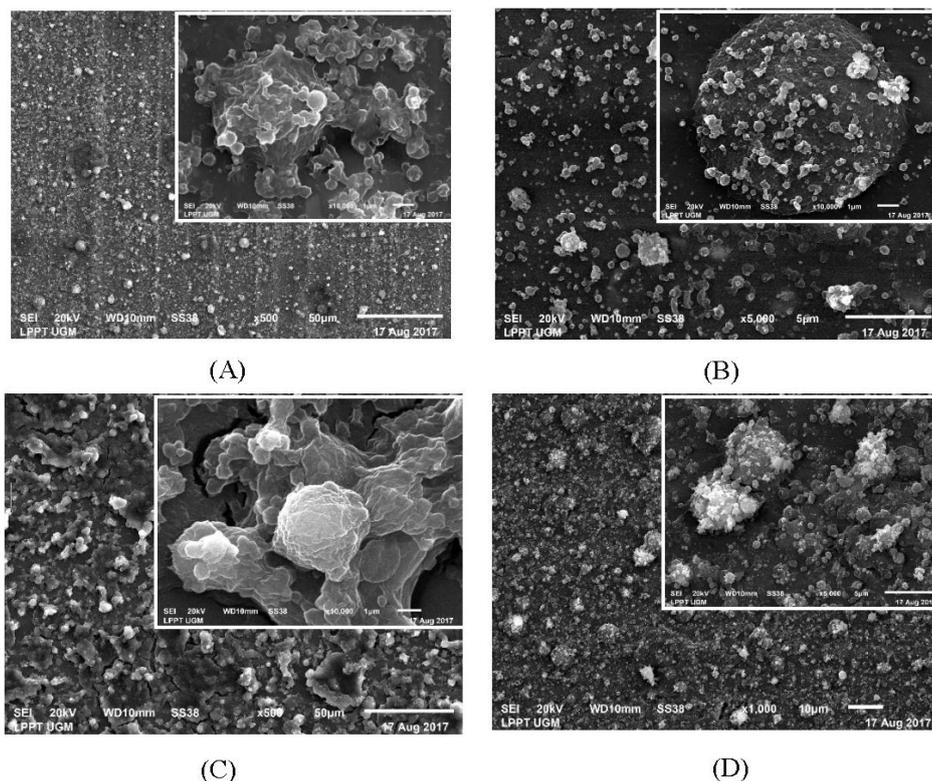
Ket : Notasi yang sama pada kolom yang sama menunjukkan tidak terdapat perbedaan nyata berdasarkan uji lanjut Duncan pada tingkat signifikansi 95%

Asetilasi selulosa pada perlakuan 66 ml asetat anhidrid menghasilkan selulosa asetat dengan kadar asetil 36,87% dan DS 2,17. Perlakuan penambahan asetat anhidride pada proses asetilasi selulosa berpengaruh terhadap derajat substitusi dan kadar asetil selulosa asetat yang dihasilkan. Asetilasi selulosa yang hanya menggunakan asetat glasial menghasilkan selulosa asetat dengan DS yang sangat rendah karena asetat glasial hanya berperan sebagai aktivator dan tidak mampu merusak ikatan hidrogen molekul selulosa selama proses asetilasi. (Li Loo dkk., 2012). Tinggi rendahnya DS pada selulosa asetat mempengaruhi kelarutan selulosa asetat. Makin tinggi nilai DS maka kelarutan selulosa asetat makin tinggi. Fischer dkk., (2008) melaporkan selulosa asetat dengan DS 2-2,5 dapat larut dalam beberapa pelarut organik. Bahmid dkk., (2013) menghasilkan selulosa asetat dengan variasi DS antara 2,3-2,8 untuk digunakan sebagai bahan pembuatan nanoselulosa asetat melalui metode *electrospinning*.

3.2. Karakteristik Nanoselulosa Asetat

Sintesis nanoselulosa asetat dilakukan melalui metode *electrospinning*. Sampel selulosa asetat dilarutkan dalam pelarut aseton:dimetilasetamid (2:1) dengan perlakuan konsentrasi selulosa asetat: pelarut 1:10. Selulosa asetat dilarutkan dalam pelarut menggunakan magnetic stirrer pada suhu kamar hingga larut. Selanjutnya larutan tersebut dimasukkan dalam syringe Terumo 10 ml dan kemudian ditempatkan di atas *syringe*. Larutan dialirkan melalui *syringe* menuju *spinneret*. Ujung logam *spinneret* dihubungkan dengan kutub positif sumber listrik tegangan tinggi. Lembaran plat aluminium dihubungkan dengan kutub negatif yang digunakan sebagai kolektor yang terbentuk selama proses *electrospinning* berlangsung. Proses *electrospinning* dilakukan pada suhu ruang selama 2,5 jam hingga terbentuk lapisan nano pada plat aluminium. Proses *electrospinning* dilakukan dengan perlakuan besar tegangan 5 kV dan 10 kV dan jarak antara *spinneret*-kolektor 8 dan 9 cm. Selanjutnya nanoselulosa asetat yang dihasilkan diamati morfologinya menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Morfologi partikel nanoselulosa asetat dapat dilihat pada Gambar 3 dan ukuran partikel nanoselulosa asetat dapat dilihat pada Tabel 2.

Berdasarkan morfologi nanoselulosa asetat yang dihasilkan, bentuk partikel nanoselulosa tidak menyerupai fiber (serat) melainkan partikel dengan bentuk dan ukuran yang tidak teratur. Hal ini kemungkinan disebabkan karena DS dari hasil asetilasi selulosa belum mencapai 2,3-2,8 (Bahmid dkk., 2013). Zahra dkk., (2017) melaporkan polimer CA (selulosa asetat) yang dilarutkan dalam aseton terjadi *clogging* karena titik didih solvent yang rendah sehingga diperlukan polimer campuran lainnya seperti etil selulosa. Proses *electrospinning* dari campuran polimer CA:EC (2:1) dalam pelarut aseton menghasilkan serat dengan bentuk pendek dan menyerupai manik-manik, sedangkan *electrospinning* menggunakan pelarut N,N-dimetilasetamid menghasilkan bentuk partikel menyerupai mikrokapsul (Zahra dkk., 2017).



Gambar 3. Hasil Pengamatan SEM nanoselulosa asetat perlakuan 1:10, 5kV, 8 cm (A); 1:10, 5kV, 9cm (B); 1:10, 10kV, 8 cm (C); 1:10, 10 kV, 9 cm (D) dengan perbesaran 5000x dan 10.000x

Tabel 5. Ukuran partikel nanoselulosa asetat

Rasio CA : pelarut	Perlakuan		Ukuran partikel (nm)
	Tegangan (kV)	Jarak <i>collector</i> (cm)	
1:10	5	8	790 ^a
		9	730 ^a
	10	8	670 ^b
		9	770 ^a

Ket : Notasi yang sama dalam kolom yang sama menunjukkan tidak adanya perbedaan nyata pada tingkat signifikansi 95%.

Besar tegangan dan jarak syringe dan collector berpengaruh terhadap ukuran partikel nanoselulosa asetat yang dihasilkan. Ukuran partikel terkecil diperoleh dari perlakuan kuat tegangan 10 kV dengan jarak *collector* 8 cm. Hal ini bertolak belakang dengan hasil penelitian Zahra dkk., (2017), di mana makin besar tegangan listrik maka ukuran serat yang dihasilkan semakin besar karena peningkatan frekuensi voltase akan meningkatkan kecepatan aliran larutan dari ujung *spinneret* ke *collector*.

4. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian diperoleh bahwa morfologi nanoselulosa asetat dari ampas sagu berbentuk partikel dengan bentuk yang tidak beraturan. Semakin tinggi tegangan listrik yang digunakan maka ukuran partikel semakin kecil, sedangkan jarak *collector* tidak berpengaruh terhadap ukuran partikel nanoselulosa asetat. Perlakuan sintesis nanoselulosa asetat dengan metode *electrospinning* terbaik pada perlakuan rasio selulosa asetat : pelarut 1:10, besar tegangan 10 kV dan jarak *collector* 8 cm dengan ukuran partikel nanoselulosa asetat sebesar 670 nm.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini merupakan bagian dari Penelitian yang dibiayai oleh Kemenristekdikti pada Skema Hibah Penelitian Kerjasama Perguruan Tinggi (PEKERTI) 2018. Oleh karena itu, Tim Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Kemenristekdikti yang telah mendanai penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Bahmid NA, Syamsu K, dan Maddu A, (2013), Production of cellulose acetate from oil palm empty fruit bunches cellulose, *J Chem Process Eng*, 17, pp : 12-20.
- Bahmid, Nur Alim, Khaswar Syamsu, dan Akhiruddin Maddu., (2014), Pengaruh Ukuran Serat Selulosa Asetat dan Penambahan Dietilen Glikol (DEG) Terhadap Sifat Fisik dan Mekanik Bioplastik, *Jurnal Teknologi Industri Pertanian* 24, Vol 3, pp. 226-234.
- Dewi, Angela Myrra Puspita, Mimin Yulita Kusumaningrum, Desi Natalia Edowai, Yudi Pranoto, dan Purnama Darmadji, (2017), Ekstraksi dan Karakterisasi Selulosa Dari Limbah Ampas Sagu, *Prosiding SNST ke-8 Tahun 2017 Fakultas Teknik Universitas Wahid Hasyim*, pp. 6-12.
- Elidrissi. A., S. El barkany, H Amhamdi, A. Maaroufi, and B. Hammouti, (2012), New approach to predict the solubility of polymers Application : Cellulose Acetate at various DS, prepared from Alfa "*Stipa – tenassicima*" of Eastern Morocco, *J. Mater. Environ. Sci*, 3 (2), pp : 270-285.
- Fischer, S., Thümmel, K., Volkert, B., Hettrich, K., Schmidt, I., & Fischer, K., (2008), Properties and applications of cellulose acetate, *Macromolecular Symposia*, Vol. 262, No. 1, pp. 89-96.
- Li Loo, Milly Mei, Rokiah Hashim, and Cheu Peng Leh, (2012), Recycling of Valueless Paper Dust to a Low Grade Cellulose Acetate: Effect of Pretreatments on Acetylation, *BioResources*, 7(1), pp: 1068-1083.
- Moon, R.J., (2011), Cellulose Nanomaterials Review: Structure, Properties and Nanocomposites. *Chemical Society*, 40, pp : 3941-3994.
- Muhammad Muhaimin, Wijayanti Dwi Astuti, Harini Sosiati, dan Kuwat Triyana, (2014), Fabrikasi Nanofiber Komposit Nanoselulosa/PVA dengan Metode Electrospinning, *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY*, pp. 62-65.
- Rachmaniah O, Febriyanti L, dan Lazuardi K, (2009), Pengaruh Liquid Hot Water terhadap Perubahan Struktur Sel Bagas, *Prosiding Seminar Nasional XIV, FTI-ITS*, pp : 30-40; Surabaya: 22-23 Juli 2009.
- Španić, N., V. Jambrekočić, S. Medved. and A. Antonović, (2015), Chemical and Thermal Properties of Cellulose Acetate Prepared from White Willow (*Salix alba*) and Black Alder (*Alnus glutinosa*) as a Potential Polymeric Base of Biocomposite Materials, *Chem. Biochem. Eng. Q.*, 29(3), pp : 357–365.
- Zahra, Syeda UM-I, Heyu Li, dan Limin Zhu, (2017), Effect of Different Parameters on the Fabrication of Sustained Release Cellulose Acetate and Ethyl Cellulose Polymer Blends, *Cellulose Chemistry and Technology*, 50 (9-10), pp: 899-909.