

Karakterisasi Selulosa dan Selulosa Asetat dari Limbah Cangkang Biji Pala (*Myristica Fragransi*) Aceh Selatan

Bhayu Gita Bhernama^{1*}, Nurhayati², Surya Adi Saputra¹, Jihan Amalia¹

¹Program studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry Banda Aceh, Indonesia

²Program studi Teknik Fisika, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Ar-Raniry Banda Aceh, Indonesia

Corresponding Author:

Bhayu Gita Bhernama

deta.chafez1678@ar-raniry.ac.id

Received: November 2022

Accepted: March 2023

Published: March 2023

©Bhayu Gita Bhernama et al.
This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

Abstract

Nutmeg seed shell waste contains 21.34% cellulose, 12.93% lignin, 53.67% crude fiber, 6.16% ash, 0.11% phenol and 0.38% carbonyl. The content of cellulose and lignin in the nutmeg shell waste is quite large, so it can be used as something of value. Cellulose can be synthesized into cellulose acetate. The use of cellulose acetate is very diverse, such as in the film industry, biodegradable plastics, paper coatings, metals and glass, as an adhesive for topographic films to as the main raw material in membrane synthesis processes. Therefore, it is necessary to characterize cellulose and cellulose acetate from nutmeg shell waste (*Myristica fragransi*) in South Aceh. The method used is in the form of cellulose isolation using the soxhletation process, then bleaching and hydrolysis processes are carried out, then it is synthesized into cellulose acetate. Characterization of cellulose by determining % yield, cellulose content, ash content, moisture content, FTIR, XRD. Characterization of cellulose acetate by determining the acetyl content and FTIR. The characterization results obtained ash content of 3.04%, moisture content of 15.55%, yield of 35.36% and 5.29% cellulose content. XRD characterization obtained a diffractogram peak at an angle of $2\theta = 22.2111^\circ$, a crystallinity of 96% and a crystal size of 0.5292 nm. Characterization of the functional groups of cellulose in the form of stretching O-H, C-H and C-O groups which are at wave numbers 3331.04 cm^{-1} , 2871.29 cm^{-1} and 1024.96 cm^{-1} . Functional groups of cellulose acetate in the form of O-H, C=O, acetyl C-O, bent C-H and C-O groups are at wave numbers 3348.82 cm^{-1} , 1719.61 cm^{-1} , 1227.23 cm^{-1} , 1369.50 cm^{-1} and 1028.62. The acetyl content is 39.18% and the degree of substitution is 2.65%.

Keywords: Cellulose acetate, cellulose, nutmeg shell, waste

Pendahuluan

Tanaman pala merupakan tanaman yang biasanya digunakan sebagai bumbu dapur, bahan rempah, obat-obatan, parfum, dan kosmetik^[1]. Provinsi Aceh sendiri memiliki kabupaten kota yang terkenal akan perkebunan pala yaitu Kabupaten Aceh Selatan. Luas pekebunan pala di Aceh Selatan pada tahun

2011 memiliki luas area 14.183 ha dengan produksi tanaman pala sekitar 4.650 ton. Badan Pusat statistik Aceh selatan memaparkan luas area tanaman pala pada tahun 2014 sekitar 15.430 dengan produksi tanaman pala 6.510 ton. Tahun 2017 luas tanaman pala di kabupaten Aceh selatan memiliki lahan tanaman pala 16.289 ha dengan produksi 5.238 ton^[2]. Pada umumnya, tanaman pala yang telah

diolah dan dimanfaatkan oleh masyarakat Aceh Selatan menghasilkan cangkang biji pala yang menumpuk dan terbuang menjadi limbah^[1].

Limbah cangkang biji pala memiliki kandungan selulosa 21,34%, lignin 12,93%, crude fiber 53,67%, abu 6,16%, fenol 0,11% dan karbonil 0,38%^[3]. Kandungan selulosa dan lignin pada limbah cangkang biji pala cukup besar, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sesuatu yang bernilai guna seperti sebagai karbon aktif pada proses pemurnian minyak goreng bekas pakai^[4], bahan bakar briket arang biomassa, bahan adsorben^[4] dan asap cair^[3]. Beberapa penelitian telah dilakukan dalam hal memanfaatkan limbah cangkang biji pala ini yaitu sebagai karbon aktif pada fotodegradasi zat warna metanil yellow^[5], karbon aktif dari tempurung pala sebagai bahan penyerap^[6].

Selulosa merupakan polimer alami dari karbohidrat^[7]. Polimer ini terbentuk dengan adanya ikatan β -1,4 glikosida. Selulosa dengan struktur berbentuk kristal menjadikannya tidak mudah larut, tidak mudah diuraikan secara fisika maupun kimia. Di alam selulosa dapat ditemukan dengan komponen-komponen senyawa lainnya seperti lignin atau hemiselulosa yang membentuk dinding sel dari tumbuhan^[7]. Proses isolasi selulosa dapat dilakukan dengan tahapan yaitu tahapan ekstraksi, delignifikasi, dan bleaching^[8]. Beberapa penelitian melakukan ekstraksi selulosa dengan metoda sokletasi diantaranya isolasi selulosa dari kulit buah aren menggunakan metoda sokletasi menghasilkan rendemen selulosa sebesar 81,16%^[9], ekstraksi selulosa dari limbah ampas sagu menggunakan metoda reflus menghasilkan rendemen selulosa 42,88-42,91%^[10], ekstraksi selulosa dari enceng gondok dengan metoda sokletasi^[11], ekstraksi selulosa dengan metoda sokletasi dari bagasse tebu^[12].

Selulosa dapat di sintesis menjadi selulosa asetat^[7]. Selulosa asetat merupakan hasil sintesis dari selulosa dengan asam asetat anhidrat, asam asetat glasial dan asam sulfat^[7]. Selulosa asetat dibagi berdasarkan derajat

substitusi dan kadar asetil yaitu selulosa monoasetat, diasetat dan triasetat. Penggunaan selulosa asetat sangat beragam seperti pada bidang industri perfilman, plastik biodegradable, bahan pelapis kertas, logam dan kaca, sebagai perekat film topografi hingga sebagai bahan baku utama dalam proses sintesis membran^[13]. Karakterisasi selulosa dan selulosa asetat dari cangkang biji pala belum pernah dilakukan, oleh karena itu dilakukan penentuan karakterisasi selulosa berupa persen rendemen, kadar selulosa, kadar air, kadar abu, FTIR dan XRD dan selulosa asetat pada limbah cangkang biji pala dikarakterisasi berupa kadar asetil, derajat substitusi dan FTIR.

Metodologi Penelitian

Bahan kimia

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya 5 kg limbah cangkang biji pala, asam asetat glasial, asam asetat anhidrida, toluene (merck), etanol p.a (merck), NaOCl 3% (merck), H₂O₂ 10% (merck), NaOH 5% (sigma), NaOCl 1%.

Peralatan

Alat yang digunakan pada penelitian ini berupa alat gelas, kolom kromatografi, buret, timbangan analitik, tanur, oven, magnetik stirer, hote plate, seperangkat alat sokletasi, FTIR (Shimadzu), XRD (PanAnalytical, Type: E'xpert Pro), SEM (FEL, Type: Inspect-S50), micrometer scrub, Spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu).

Prosedur penelitian

Preparasi sampel limbah cangkang biji pala

Limbah cangkang biji pala diambil dari limbah pengolahan minyak pala yang ada di kecamatan Meukek kabupaten Aceh Selatan. Limbah cangkang diambil dan dibersihkan, kemudian dijemur dibawah sinar matahari selama 2 hari. Setelah limbah cangkang biji pala tersebut kering, dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Limbah cangkang biji pala menjadi serbuk yang siap untuk di isolasi.

Isolasi selulosa dari limbah cangkang biji pala

50 gram Serbuk limbah cangkang biji pala sebanyak dilakukan ekstraksi secara sokletasi menggunakan pelarut toluen dan etanol dengan perbandingan 2:1 selama 6 jam. Serbuk limbah cangkang biji pala yang telah disokletasi, dilakukan proses *delignifikasi* dengan perendaman menggunakan NaOCl 3% pada suhu 60°C selama 2 jam. Perbandingan pelarut NaOCl 3% dengan sampel (1:6). Setelah 2 jam sampel tersebut disaring dan dicuci hingga pH sampel 7. Proses selanjutnya dilakukan hidrolisis menggunakan 400 mL NaOH 5% pada suhu 60°C selama 2 jam dengan tujuan menghilangkan hemiselulosa pada sampel. Kemudian, dilakukan proses *delignifikasi* atau proses penghilangan lignin dengan proses pemanasan menggunakan NaOCl 1% yang diaduk dengan *magnetik stirrer* selama 3 jam pada suhu 75°C. Selanjutnya dilakukan proses pendinginan, setelah dingin disaring. Kemudian, dilakukan proses hidrolisis kembali menggunakan HCl 2 N sebanyak 500 mL, lalu diaduk selama 30 menit pada suhu kamar. Langkah berikutnya dilakukan pendinginan dan penyaring. Tahap akhir dilakukan pencucian dengan akuades hingga pH=7. Keringkan selama 24 Jam. Ditimbang berat akhir. Dihitung % Rendemen. Dilakukan identifikasi senyawa selulosa menggunakan FTIR dan XRD. Dihitung kadar selulosa, kadar air, dan kadar abu^{[9],[12]}.

Sintesis selulosa asetat limbah cangkang biji pala

10 gram serbuk selulosa hasil isolasi dilarutkan dengan 250 mL asam asetat glasial lalu diaduk dengan magnetik stirer diatas penangas air selama 60 menit dengan suhu 40°C. Selanjutnya, didinginkan. Kemudian, ditambahkan 0,5 mL H₂SO₄ (p) dan 60 mL asam asetat glasial, lanjutkan kembali pengadukan selama 45 menit pada suhu yang sama. Setelah itu, didinginkan hingga suhu 18°C. Setelah dingin, ditambahkan anhidrida asetat 98% sebanyak 20 mL. Lanjutkan pendinginan sampai suhu 15°C. Setelah suhu 15°C tambahkan kembali 1 mL H₂SO₄ (p) dan 60 mL asam setat glasial. Kemudian diaduk selama 3

jam pada suhu 40°C, ditambahkan 30 mL asam asetat 67% pada suhu 40°C. Kemudian diaduk lagi pada suhu 40°C selama 10 jam. Selulosa asetat diendapkan dengan penambahan akudes perlahan sambil diaduk. Proses ini dilakukan hingga didapatkan endapan berbentuk serbuk. Setelah didapatkan endapan berbentuk serbuk, endapan tersebut disaring dan dicuci hingga netral dan tidak ada aroma asam asetat lagi. Dikeringkan pada suhu 70°C selama 12 jam. Disimpan dalam desikator. Didapatkan serbuk putih selulosa asetat yang selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR. Analisis kuantitatif dilakukan dengan penentuan kadar asetil dan derajat substitusi ^{[11],[14]}.

Hasil dan Diskusi

Pemanfaatan limbah cangkang biji pala sebagai membran selulosa asetat ini, dilakukan beberapa tahapan berupa ekstraksi dan isolasi selulosa dari limbah cangkang biji pala, sintesis selulosa yang telah diisolasi menjadi selulosa asetat, selulosa asetat yang terbentuk dilakukan karakterisasi.

Isolasi selulosa limbah cangkang biji pala

Proses isolasi selulosa dari limbah cangkang biji pala terlebih dahulu dilakukan preparasi, berupa pembersihan, pengeringan dan penghalusan ukuran cangkang biji pala. Pembersihan dan pengeringan bertujuan menghilangkan material-material yang tidak dibutuhkan dan berbahaya ketika proses isolasi. Penghalusan ukuran cangkang biji pala dilakukan menggunakan mesh 100. Tujuan dari proses penghalusan berpengaruh pada proses ekstraksi selulosa. Ukuran partikel sampel limbah cangkang biji pala yang semakin kecil menyebabkan jumlah selulosa yang terekstrak semakin banyak sehingga rendemen yang dihasilkan juga tinggi. Selain itu, ukuran partikel dari sampel juga menentukan jumlah lignin dan hemiselulosa yang dilepaskan, setelah dilakukan preparasi dan penghalusan, dilakukan proses ekstraksi dan isolasi dari limbah cangkang biji pala. Proses ekstraksi yang dilakukan dengan metode sokletasi dengan pelarut yang digunakan pelarut toluen:etanol.

Tabel 1. Analisis kimia selulosa limbah cangkang biji pala

Parameter analisis	Komposisi (%)
Rendemen	35,36
Kadar selulosa	5,29
Rata-rata Kadar air	15,55
Rata-rata kadar abu	3,04

Tujuan untuk memisahkan selulosa, lignin dan hemiselulosa. Kemudian, dilanjutkan isolasi selulosa dengan beberapa tahapan bleaching, hidrolisis dan lignifikasi. Analisis selulosa yang diperoleh berupa penentuan kadar air, kadar abu, kadar selulosa dan rendemen. Hasil analisis selulosa yang diperoleh dipaparkan pada tabel 1.

Tabel 1 memaparkan nilai masing-masing analisis yang dilakukan. Rendemen yang dihasilkan dari proses isolasi selulosa asetat sekitar 35,36%. Hasil yang diperoleh masih tergolong rendah, dikarenakan penggunaan pelarut pada proses isolasi selulosa. Isolasi selulosa dari limbah cangkang biji pala dapat menggunakan pelarut asam atau pelarut basa. Pada penelitian ini digunakan pelarut basa. Rendemen selulosa yang tergolong rendah ini dikarenakan pelarut NaOH yang digunakan memiliki konsentrasi yang rendah yaitu NaOH 5%. Sedikit atau banyak selulosa yang dihasilkan tergantung pada konsentrasi dari pelarut NaOH pada proses delignifikasi. Hal ini dikarenakan, NaOH memiliki kemampuan melepaskan ikatan selulosa dari lignin, pektin, hemiselulosa. Konsentrasi NaOH yang digunakan sebanyak 5% dimana konsentrasi NaOH rendah, sehingga rendemen selulosa yang dihasilkan rendah^[15].

Kadar air selulosa adalah jumlah air yang masih berada dalam rongga intraseluler antar partikel pada saat pengeringan berlangsung. Gugus hidroksil yang bebas dari selulosa dapat menyerap kelembaban yang ada di udara, sehingga mencapai titik keseimbangan dan meningkat seiring dengan meningkatnya kelembaban^[16]. Struktur selulosa dapat menyerap air yang ada dilingkungannya atau bisa dikatakan bersifat higroskopis, namun tidak mengubah struktur dari selulosa. Akan

tetapi molekul air yang diserap oleh selulosa menyebabkan struktur selulosa tersebut mengembang. Meskipun struktur selulosa yang mengembang namun selulosa tidak larut dalam air^[17]. Kadar air yang diperoleh dari proses penelitian isolasi selulosa dari limbah cangkang biji pala rata-rata sekitar 15,55%. Kadar air yang dihasilkan cukup tinggi, dikarenakan proses pengeringan yang belum maksimal sehingga masih banyak molekul air yang terperangkap dalam selulosa. Pengeringan hasil isolasi selulosa dilakukan dilakukan pada suhu 60°C selama 24 jam. Proses pengeringan yang dilakukan menggunakan oven pada suhu 60°C dilakukan untuk menghindari reaksi pencoklatan yang terjadi pada saat pengeringan apabila menggunakan suhu diatas 60°C. Proses perubahan warna yang terjadi pada saat pengeringan akan merusak struktur selulosa.

Abu merupakan residu senyawa anorganik yang berasal dari proses pembakaran atau proses oksidasi senyawa organik yang terdapat pada material biomassa. Dengan kata lain kadar abu merupakan total dari mineral yang terkandung dalam suatu bahan. Mineral merupakan unsur kimia yang terdapat pada suatu material selain karbon, oksigen, nitrogen, dimana kandungan tersebut dibutuhkan oleh tubuh. Apabila kadar abu pada material tergolong tinggi menandakan material tersebut memiliki kualitas yang kurang baik^[18]. Kadar abu dari selulosa limbah cangkang biji pala yang dihasilkan rata-rata 3,04%. Kadar abu yang dihasilkan dapat dikatakan cukup tinggi, disebabkan karena mineral yang terkandung pada limbah cangkang biji pala memiliki kandungan mineral yang tinggi.

Selulosa merupakan serat yang ada pada tanaman berwarna putih, tidak larut dalam air

baik dalam air panas maupun air dingin, tidak larut juga dalam alkali ataupun pelarut netral lainnya seperti benzen dan alkohol. Selulosa juga merupakan komponen utama dalam penyusun dinding sel tanamana. Selulosa dapat berikatan dengan lignin maupun hemiselulosa sehingga untuk pemisahan selulosa diperlukan proses delignifikasi. Proses delignifikasi dilakukan dengan menambahkan asam maupun basa agar senyawa ligin dapat larut^[19]. Proses delignifikasi yang dilakukan menggunakan pelarut NaOH 5%. lignin dengan selulosa saling terikatan kuat dikarenakan kedua senyawa tersebut merupakan struktur amorf dengan ikatan glikosida sehingga apabila ingin memisahkan lignin dengan selulosa perlu proses delignifikasi dengan pelarut asam atau basa kuat. Proses isolasi selulosa dari limbah cangkang biji pala ini menggunakan metode ekstraksi sokletasi, dimana hasil ekstraksi yang diperoleh berupa sebuk warna coklat kehitaman. Warna coklat kehitam ini disebabkan karena senyawa lignin dan hemi selulosa yang masih terdapat pada hasil ekstrak limbah cangkang biji pala tersebut, sehingga butuh proses *Bleaching* (pemutihan) menggunakan Natrium hipoklorit (NaOCl) 3%. Natrium hipoklorit ini berfungsi untuk proses oksidasi lignin yang akan memutuskan ikatan yang terdapat pada lignin. Proses pemutihan ekstrak limbah cangkang biji pala menghasilkan warna putih agak kecoklatan. Hasil isolasi selulosa menghasilkan kadar selulosa sebanyak 5,29%. Kadar selulosa yang dihasilkan cukup rendah. Hal ini dikarenakan limbah cangkang biji pala memiliki serat yang rendah. Semakin tinggi konsentrasi pelarut yang digunakan pada proses delignifikasi semakin banyak selulosa yang terlepas dari ikatan ligniselulosa dan mempermudah larutnya senyawa ligin^{[20], [21], [22]}.

Pada penelitian ini menggunakan pelarut NaOH. Partikel NaOH masuk kedalam ikatan ligniselulosa dan memecahkan struktur ligin, semakin banyak struktur ligin yang terpecah maka semakin banyak selulosa yang terbentuk. Selain itu, suhu juga mempengaruhi sedikit banyaknya selulosa yang terbentuk. Apabila

suhu yang digunakan terlalu tinggi membetuk senyawa asam organik yang akan berikatan dengan pelarut sehingga pelarut tidak mampu memecahkan struktur lignin^{[7],[22],[21]}. Pada penelitian ini menggunakan pelarut NaOH 5% dimana konsentrasi NaOH tersebut konsentrasi yang kecil, dengan konsentrasi pelarut NaOH 5% tersebut membuat struktur lignin yang berikatan pada limbah cangkang biji pala sedikit larut dan ikatan ligin selulosa sukar untuk putus, sehingga menjadikan selulosa yang terbentuk juga sedikit.

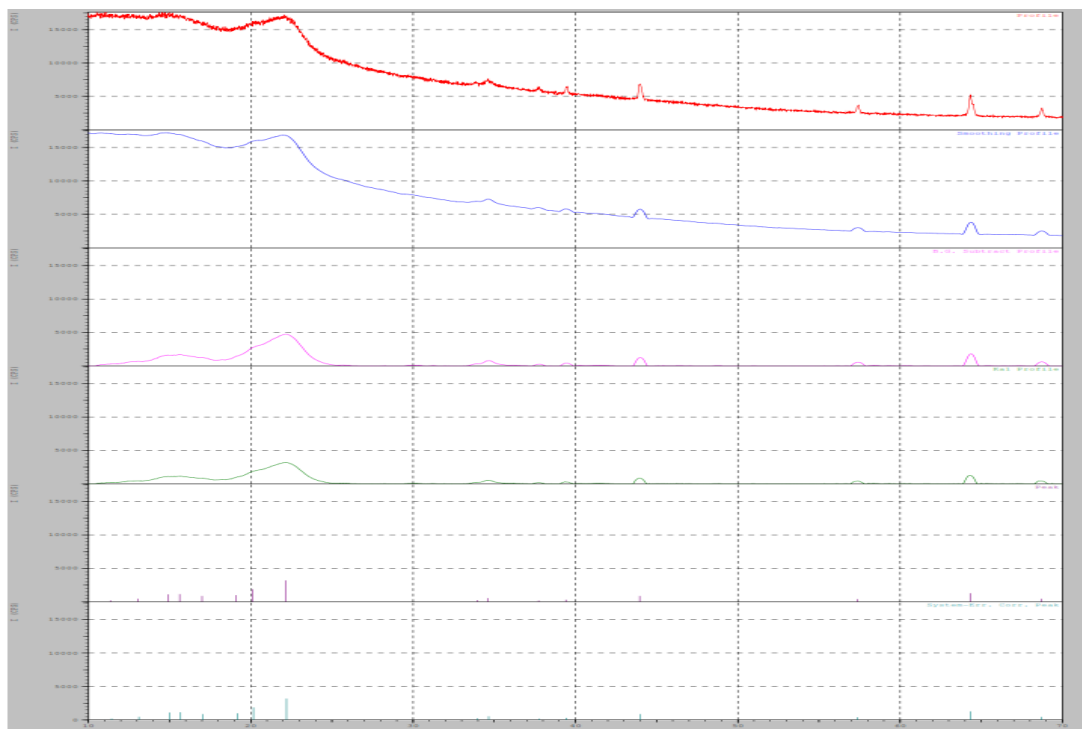
Karakterisasi selulosa menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis selulosa menggunakan X-Ray Difraction (XRD) dari sampel limbah cangkang biji pala dilakukan untuk mengetahui struktur kristal dari selulosa yang terbentuk. Prinsip kerja yang terdapat pada analisis XRD yaitu sinar monokromatis mengenai suatu material yang berbentuk kristal, maka sinar monokromatis tersebut memantulkan dan menghamburkan sinar ke segala arah. Namun, pada saat interferensi hanya memantulkan sinar satu fasa, maka menghasilkan pantulan ke arah tertentu sehingga pantulan dan interferensi tersebut digabungkan menghasilkan difraksi^[23]. Hasil karakterisasi X-Ray Difraction (XRD) dapat dilihat pada Gambar 1.

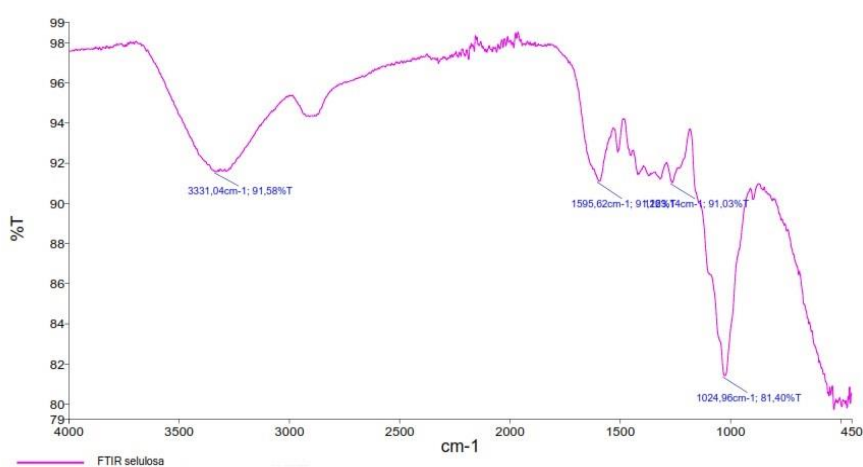
Gambar 1 dapat dilihat hasil yang diperoleh berupa sudut $2\theta = 22,2111^\circ$. Pada puncak $2\theta = 22,2111^\circ$ diperoleh jarak antar bidang difraksi untuk indeks miller (210) sebesar $2,26940 \text{ \AA}$ dengan indeks kristalinitas sebesar 96% dan ukuran kristal $0,5292 \text{ nm}$. Semakin besar persentase derajat kristalinitas maka puncak yang dihasilkan semakin tinggi dan jauh dari sifat *amorff*^[24]. Puncak selulosa yang khas muncul dalam kisaran 2θ yaitu 15° dan 22° ^[25].

Karakterisasi selulosa menggunakan spektrofotometer infra red (FTIR)

Analisis FTIR merupakan salah satu metode analisis secara kualitatif, dimana spectrum yang dihasilkan berupa pembacaan bilangan gelombang gugus fungsi dari suatu senyawa.



Gambar 1. Difraktogram XRD selulosa dari limbah cangkang biji pala



Gambar 2. Spektrum FTIR selulosa dari limbah cangkang biji pala

Bilangan gelombang spesifik dari suatu gugus fungsi akan dicocokkan dengan bilangan gelombang pada spectrum dengan teori daerah serapan IR khusus gugus penyusun selulosa. Gugus penyusun selulosa secara teori dibandingkan dengan gugus penyusun selulosa standar dapat dilihat pada Gambar 2.

Beberapa penelitian telah melakukan isolasi selulosa dari berbagai biomassa, seperti yang

dilakukan oleh siapa???^[27] melakukan isolasi selulosa dari serat sagu. Hasil interpretasi spektrum FTIR yang dilakukan terdapat gugus fungsi yang menandakan adanya selulosa. Daerah serapan bilangan gelombang 3435, 22 cm^{-1} yang merupakan gugus hidroksi (-O-H), daerah serapan bilangan gelombang 2920.23 cm^{-1} merupakan gugus fungsi dari -C-H dan daerah serapan -C-O terdapat pada bilangan

gelombang 1163,08 cm^{-1} serta daerah serapan bilangan gelombang 1028,78 cm^{-1} merupakan gugus fungsi dari C-O-C. Beberapa penelitian isolasi selulosa telah dilakukan seperti isolasi selulosa dari mahkota nanas dilakukan identifikasi gugus selulosa, pada bilangan gelombang 3444,87 cm^{-1} mencirikan pada gugus O-H ulur, 1373,32 cm^{-1} mencirikan gugus -CH tekuk dan 1062,78 cm^{-1} merupakan -C-O ulur^[28]. Serapan gugus O-H pada bilangan gelombang 3650-3200 cm^{-1} dengan intensitas kuat, C-H ulur berada ada daerah 3000-2850 cm^{-1} , CH₂ tekuk 1465 cm^{-1} , daerah serapan C-O berada pada daerah serapan 1300-1110 cm^{-1} dan daerah serapan dari gugus C=C berada pada 1680-1620 cm^{-1} . Untuk gugus C=O berada pada daerah serapan 1850-1630 cm^{-1} dan gugus C-O-C berada pada daerah serapan 1200-1000 cm^{-1} ^[29]. Karakteristik ikatan selulosa pada spektrum serapan dibilangan gelombang 3400-3500 cm^{-1} adalah gugus O-H yang corresponding pada daerah fingerprint memberikan puncak pada bilangan gelombang 1400 cm^{-1} merupakan CH₂ bending^[30]. Gugus yang berada pada kisaran 1282-1035 cm^{-1} merupakan gugus C-O yang berfungsi sebagai penghubung rantai karbon dalam senyawa selulosa^[31]. Bilangan gelombang pada daerah 1159,22-1033,85 cm^{-1} merupakan gugus C-O-C^[32]. Gambar 3 spectrum FTIR selulosa dari limbah cangkang biji pala diatas terdapat gugus fungsi yang merupakan ciri khas selulosa. Gugus fungsi - OH terdapat pada bilangan gelombang 3331,04 cm^{-1} , C-H terdapat pada daerah serapan dengan bilangan gelombang 2871,29 cm^{-1} dan C-O pada daerah serapan dengan bilangan

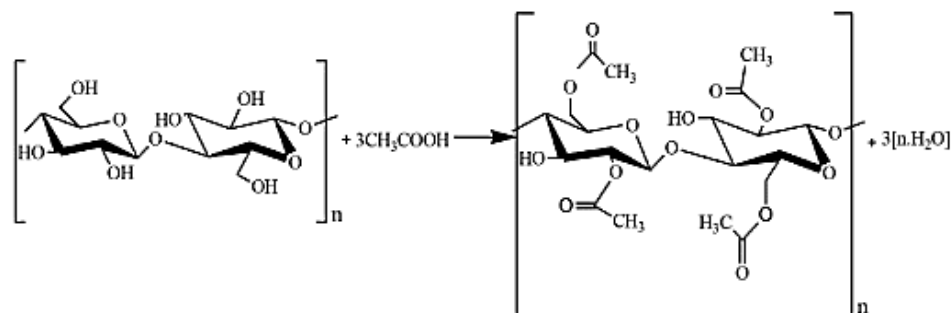
gelombang 1024,96 cm^{-1} dan daerah serapan 1595,62 cm^{-1} menandakan serapan dari gugus C=C. Hal ini sesuai dengan yang telah disampaikan oleh gugus fungsi yang menandakan adanya selulosa berupa adanya gugus O-H, -C-H dan -C-O glikosidik^[33]. Serapan gugus ulur C=C terbaca pada daerah bilangan gelombang 1460,06 cm^{-1} , 1503,19 cm^{-1} dan 1583,86 cm^{-1} ^[34]. Gugus cincin aromatik C=C tampak pada daerah serapan 1500-1600 cm^{-1} ^[35]. Serapan C-O-C yang mengidentifikasi lignin tampak pada bilangan gelombang 1260,54 cm^{-1} , 1124,60 cm^{-1} dan 1031,30 cm^{-1} ^[32]. Gugus C=O pada daerah serapan 1742,53 cm^{-1} yang merupakan gugus penyusun hemiselulosa^[32]. Pita serapan spektrum FTIR dari selulosa limbah cangkang biji pala dan selulosa standar dapat dibaca pada Tabel 2.

Sintesis selulosa asetat limbah cangkang biji pala

Proses asetilasi merupakan salah satu tahapan dalam proses sintesis selulosa asetat dari cangkang biji pala. Proses sintesis ini menggunakan asam asetat anhidrida dan katalis asam sulfat pekat. Selulosa asetat merupakan turunan selulosa dari asam organik, asam asetat. Selulosa asetat dalam pengaplikasiannya memiliki nilai komersial yang tinggi. Hal ini dikarenakan selulosa asetat memiliki sifat fisik dan optik yang baik. Selulosa asetat memiliki ciri berupa padatan, berwarna putih, tidak berbau, tidak berasa dan beracun, memiliki kandungan asetil 37 - 40%, dapat larut dalam aseton, termoplastik, stabil, dan tahan pada bentuk lapisan plastik^[36].

Tabel 2. Pita serapan spectrum FTIR dari selulosa limbah cangkang biji pala dan selulosa standar

	Bilangan gelombang (cm^{-1})	Gugus Fungsional
Selulosa standar ^[26]	Selulosa limbah cangkang biji pala	
3350,7	3331,04	O-H
2901,3	2871,29	C-H
1035,3	1024,96	C-O
1430,4	-	C-H bend
1059,6	-	C-O-C



Gambar 3. Reaksi sintesis selulosa asetat ^[41]

Selulosa asetat dapat digolongkan menjadi tiga golongan diantaranya monoasetat, diasetat dan triasetat. Selulosa monoasetat adalah selulosa asetat yang memiliki satu gugus asetil yang tersubsitusi pada struktur selulosa, sedangkan selulosa diasetat adalah jenis selulosa asetat yang memiliki dua gugus asetil yang tersubsitusi pada struktur selulosa, dan triasetat adalah selulosa asetat yang memiliki tiga gugus asetil yang tersubsitusi pada selulosa^{[37],[38],[12]}. Jenis selulosa asetat yang terbentuk dari proses asetilasi ditentukan berdasarkan perhitungan kadar asetil yang dihasilkan. Proses asetilasi merupakan suatu proses sintesis selulosa asetat yang mengikutsertakan larutan asam asetat dan katalis asam sulfat. Penentuan kadar asetil didasari pada reaksi saponifikasi, dimana reaksi ini merupakan reaksi antara basa dari ester asetat membentuk sabun dan asam asetat^{[39],[40]}.

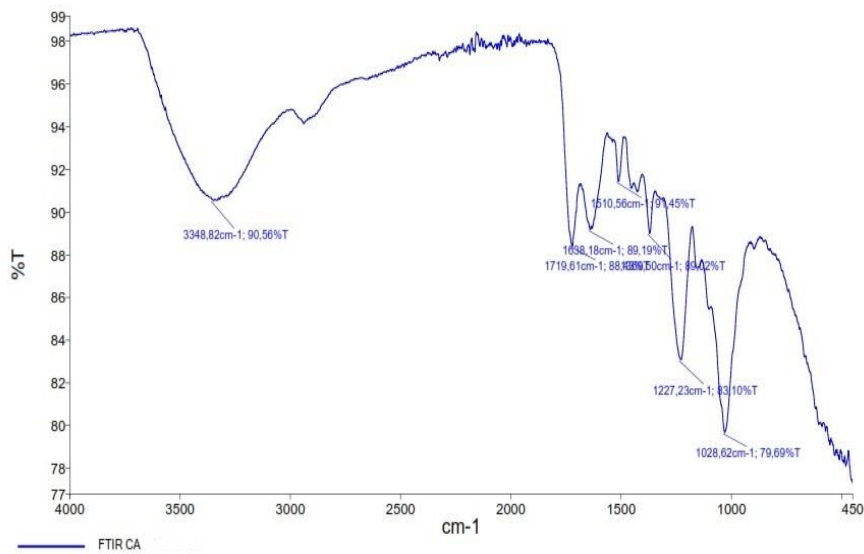
Perlakuan yang dilakukan pertama kali dengan perendaman sampel menggunakan asam asetat, dimana tujuan dilakukan perendaman untuk mendapatkan luas permukaan selulosa yang besar dan meminimalisir ikatan intramolekuler hidrogen sehingga mudah mengalami difusi asetat anhidrida sebagai reagen esterifikasi pada serat selulosa. Asam asetat anhidrida mengalami protonisasi dengan adanya asam sulfat sehingga menghasilkan ion karbium. Ion karbium yang dihasilkan akan bereaksi dengan selulosa menghasilkan selulosa asetat^[41]. Reaksi sintesis selulosa asetat dari selulosa dan asam asetat dapat dilihat pada gambar 3.

Selulosa asetat dibagi menjadi tiga golongan berdasarkan derajat subsitusinya, diantaranya Mono asetat memiliki derajat subsitusi antara 0 -2 dengan kadar asetil < 36,5%, diasetat memiliki derajat subsitusi antara 2,0 - 2,8% dengan kadar asetil 36,5% - 42,5%, selanjutnya triasetat memiliki derajat subsitusi 2,8 - 3,9% dengan kadar asetil 43,5% - 44,8% ^[7]. Penelitian yang diperoleh dari proses asetilasi pada sintesis selulosa asetat dari limbah cangkang biji pala menghasilkan kadar asetil sebesar 39,18% sedangkan Derajat subsitusi sebesar 2,65%. Hasil yang diperoleh berdasarkan literatur, kadar asetil dan derajat subsitusi selulosa asetat yang dihasilkan termasuk kedalam golongan diasetat. Kadar asetil yang dihasilkan berbanding lurus dengan derajat subsitusi yang diperoleh^[42].

Karakterisasi selulosa asetat menggunakan spektrofotometer infra red (FTIR)

Hasil analisis dari pengukuran Spektra FTIR selulosa asetat limbah cangkang biji pala yang kemudian dibandingkan dengan spektra FTIR dari selulosa asetat komersil dapat dilihat pada Gambar 4.

Spektrum FTIR limbah cangkang biji pala yang ada pada Gambar 4. Gugus O-H terdapat pada daerah serapan 3348,82 cm^{-1} , gugus dari serapan C-H tekuk terdapat pada bilangan gelombang 1369,50 cm^{-1} . Gugus karbonil C=O yang merupakan ciri dari selulosa asetat terdapat pada bilangan gelombang 1638,18 - 1719,61 cm^{-1} .



Gambar 4. Spektrum FTIR dari selulosa asetat limbah cangkang biji pala

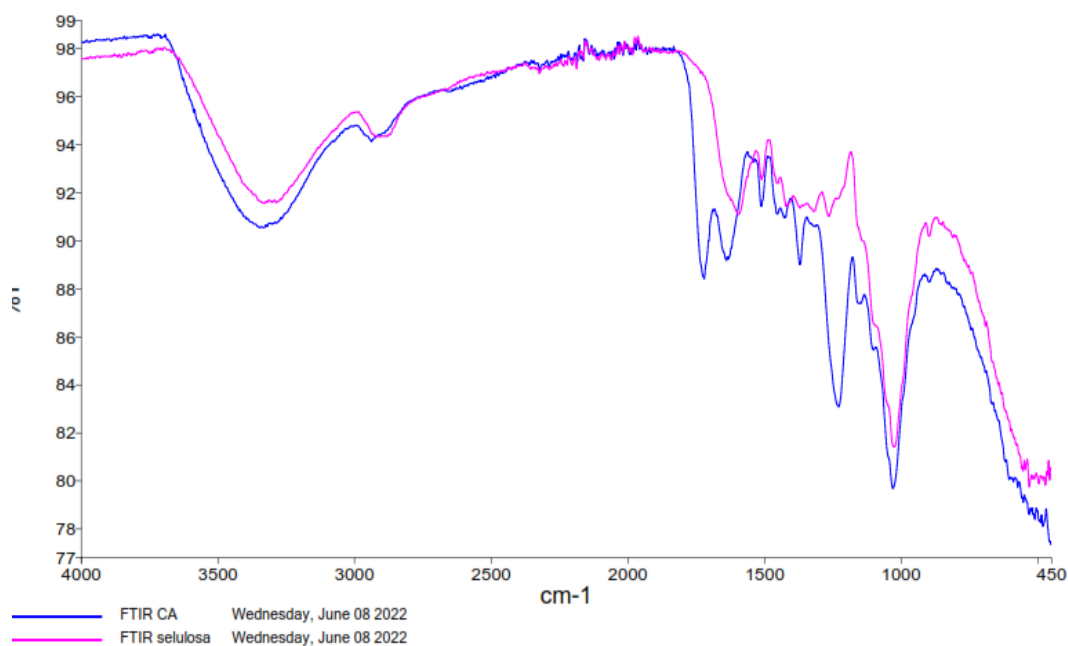
Tabel 3. Pita serapan selulosa asetat komersil dan selulosa asetat limbah cangkang biji pala

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)		Gugus
Selulosa asetat standar	Selulosa asetat limbah cangkang biji pala	Fungsional
3486,97	3348,82	O-H
2960,38	-	C-H
1754,63	1719,61	C=O
1238,12	1227,23	C-O asetil
1383,89	1369,50	C-H tekuk
1049,69	1028,62	C-O ulur

Sedangkan gugus ester dari asetil terdapat pada bilangan gelombang 1227,23 cm⁻¹. Gugus O-H yang terdapat pada selulosa asetat komersil dan selulosa asetat dari limbah cangkang biji pala memiliki perbedaan yang sangat tajam. Gugus O-H dari limbah cangkang biji pala memiliki puncak yang lebar, tajam dibandingkan dari selulosa asetat murni. Hal ini dikarenakan gugus hidroksil dari selulosa yang tidak tersubstitusi oleh gugus asetil. Akibat dari masih adanya kandungan air pada bahan pada proses pengeringan yang tidak sempurna^[43]. Untuk melihat perbandingan selulosa asetat komersil dengan selulosa asetat

yang terbentuk dari limbah cangkang biji pala dapat dilihat pada tabel 3.

Gambar 5 merupakan perbandingan spektrum FTIR dari selulosa dan selulosa asetat dari limbah cangkang biji pala. Spektrum FTIR selulosa dan selulosa asetat terlihat gugus O-H pada bilangan gelombang 3331,04 cm⁻¹ lalu selulosa digantikan dengan gugus asetil sehingga gugus O-H pada selulosa asetat menjadi 3348,82 cm⁻¹. Intensitas puncak serapan gugus hidroksil pada selulosa asetat seharusnya menurun dibandingkan dengan selulosa, tapi pada intensitas puncak serapan gugus asetil meningkat.



Gambar 5. Spektrum FTIR dari selulosa dan selulosa asetat limbah cangkang biji pala

Tabel 4. Hasil spectrum FTIR selulosa dan selulosa asetat limbah cangkang biji pala

Bilangan gelombang (cm ⁻¹)		Gugus Fungsional
Selulosa	Selulosa asetat	
3331,04	3348,82	O-H
2871,29	-	C-H
-	1719,61	C=O
-	1227,23	C-O asetil
-	1369,50	C-H tekuk
1024,96	1028,62	C-O ulur

Hal ini menunjukkan bahwa selulosa telah berubah menjadi selulosa asetat. Perbandingan hasil analisis spektrum FTIR selulosa dan selulosa asetat dapat dilihat pada tabel 4.

Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah karakterisasi selulosa terhadap rendemen, kadar abu, kadar air dan kadar selulosa yang dihasilkan dari limbah cangkang biji pala sebagai berikut 35,36%, 3,04%, 15,55% dan 5,29%. Kadar asetil sebesar 39,18%

sedangkan derajat subsitusi sebesar 2,65%, dan tergolong ke dalam golongan diasetat Karakterisasi terhadap gugus fungsi selulosa dari limbah cangkang biji pala terbaca pada 3331.04 cm⁻¹ merupakan gugus O-H, 2871,29 cm⁻¹ merupakan gugus C-H dan 1024.96 cm⁻¹ adalah C-O ulur. Pita serapan gugus fungsi selulosa asetat dari limbah cangkang biji pala terbaca pada 3348,82 cm⁻¹ merupakan gugus O-H, 1719,61 merupakan gugus C=O, 1227,23 merupakan pita serapan C-O asetil, 1369,50 cm⁻¹ merupakan serapan pita dari gugus C-H

tekuk dan 1028,62 merupakan pita serapan dari gugus C-O ulur.

Daftar Pustaka

- Ginting, mustanir, hira Helwati, Lydia Septa Desiyana, Eralisa, R. M. Antioxidant Activity Of n-Hexa Outh Extract Of Nutmeg Plants From Aceh Province . *Jurnal Natural.*, **17(1)** : 39–44 (2017).
- BPS. (2018). *Provinsi Aceh Dalam Angka*.
- Salindeho, N., Mamuaja, C., & Pandey, E. Potential of Liquid Smoke Product of Pyrolysis of Nutmeg Shell as Smoking Raw Material. *International Journal of ChemTech Research.*, **11(06)** : 239–245. (2018).
<https://doi.org/10.20902/ijctr.2018.110630>
- Sagita, N., Aprilia, H., & Arumsari, A. Penggunaan Karbon Aktif Tempurung Pala (*Myristica fragrans* Houutt) Sebagai Adsorben untuk Pemurnian Minyak Goreng Bekas Pakai. *Prosiding Farmasi.*, **6(1)** : 74–80 (2020).
- Patiung, G. A. B., Wuntu, A. D., & Sangi, M. S. Penggunaan Karbon Aktif Cangkang Pala - TiO₂ Untuk Fotodegradasi Zat Warna Metanil Yellow. *Jurnal MIPA*, **3(2)** : 139 - 143.
<https://doi.org/10.35799/jm.3.2.2014.5991>
- Hitijahubessy, H. Analisis Kualitas Karbon AKtif Tempurung Pala (*Myristica fragrans*) Sebagai Agen Pengabsorpsi. *Rumphius Pattimura Biological Journal.*, **2(1)** : 16–23 (2020).
- Lismeri, L., Zari, P. M., Novarani, T., & Darni, Y. Sintesis Selulosa Asetat dari Limbah Batang Ubi Kayu. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan.*, **11(2)** : 82 - 91 (2016).
<https://doi.org/10.23955/rkl.v11i2.5407>
- Fitriyano, G., & Abdullah, S. Sintesis Selulosa Asetat dari Pemanfaatan Limbah Kulit Pisang Diaplikasikan sebagai Masker Asap Rokok. *Seminar Nasional Sains Dan Teknologi.*, **1(1)** : 1–7 (2016a).
- Sapitri, R. A. Ekstraksi dan Karakterisasi Selulosa dari Kulit Buah Aren (*Arenga pinnata*) untuk Penyerapam Ion Logam Cr(VI). In *Skripsi* (Issue Universitas Jambi). (2021).
- Dewi, A. M. P., Kusumaningrum, M. Y., Pranoto, Y., & Darmadji, P. Ekstraksi dan karakterisasi selulosa dari limbah ampas sagu. *Prosiding SNST Ke-8 Tahun 2017*, **1(1)** : 6–9 (2017).
- Rachmawaty, R., Meriyani, M., & Slamet Priyanto, I. Sintesis selulosa diasetat dari eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) dan potensinya untuk pembuatan membran. *Jurnal Teknologi Kimia Dan Industri.*, **2(3)** : 8–16 (2013). <http://ejournal-s1.undip.ac.id/index.php/jtkiTelp/Fax>:
- Nafi'ah & Primadevi.. Sintesis Membran Selulosa Asetat Termodifikasi Na₂EDTA Dari Bagase Tebu Untuk Adsorpsi Logam Pb. *Cendiakia Utama.*, **9(3)** : 272–281 (2020).
- Thaiyibah, N., Alimuddin, & Panggabean, A. S. Pembuatan Dan Karakterisasi Membran Selulosa Asetat-PVC Dari Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes*) Untuk Adsorpsi Logam Tembaga (II). *Jurnal Kimia Mulawarman.*, **14(1)** : 29–35. (2016).
- Riani, P., Putri, A., Padang, P. A. T. I., Email, P., Padang, P. A. T. I., & Email, P. Pembuatan dan karakterisasi membran selulosa asetat dari limbah kulit kakao (*Theobroma cacao* L .) Dengan metode inversi fasa untuk adsorpsi logam timbal. *ACE Conference 6Th*, 1018–1027 (2019).
- Asmoro, N, W., Ismawati, A. Rendemen Selulosa Hasil Ekstraksi Batang Tanaman Jagung (*Zea mays*) Menggunakan Variasi Lama Bleaching dan Konsentrasi NaOH. *Profood (Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan.*, **4(1)** : 283 288 (2018).
- Espinoza-Herrera, N., Pedroza-Islas, R., Martín-Martinez, E. S., Cruz-Orea, A., & Tomás, S. A. Thermal, Mechanical and Microstructures Properties of Cellulose Derivatives Films: A Comparative Study. *Food Biophysics.*, **6(1)** : 106–114 (2011).
<https://doi.org/10.1007/s11483-010-9181-0>
- Masrullita., Nurlaila, Zulmiardi., Ferri SAFriwardi., A. Pemanfaatan Jerami Padi (*Oryza Sativa* L.) Sebagai Bahan Baku Dalam Pembuatan CMC (Carboximetil Cellulose). *Jurnal Rekayasa Proses.*, **15(2)** : 194 - 201 (2021)..
<https://doi.org/10.22146/jrekpros.69569>
- Wardhana, D. I., Ruriani, E., & Nafi, A..

- Pengolahan metode kering dari perkebunan kopi rakyat jawa timur. *Agritop*, 17(2) : 220–229 (2019).
19. Saenuddin, N. M. A., Ansharullah, & Faradilla, R. F. Isolasi dan karakterisasi Microcrystalline Cellulose (MCC) dari limbah padat tapioka (Onggok). *Jurnal Sains Dan Teknologi Pangan.*, 5(5) : 3306–3319 (2020).
 20. Kanani, N., Wardono, E. Y., Hafidz, A. M., & Octavani, H. R. Proses Konsentrasi Pelarut Terhadap Proses Delignifikasi Dengan Metode Pre-Treatment Kimia. *Jurnal TEKNIKA.*, 14(1) : 1–10(2018)..
 21. Mardina, P., Talalangi, A. I., Sitinjak, J. F. ., Nugroho, A., & Fahrizal, M. R. Pengaruh Proses Delignifikasi Pada Produksi Glukosa Dari Tongkol Jagung dengan Hidrolisis Asam Encer. *Journal Konversi.*, 2(2) : 17–23 (2013).
 22. Larasati, I. A., Argo, B. D., & Hawa, L. C. Proses Delignifikasi Kandungan Lignoselulosa Serbuk Bambu Betung dengan Variasi NaOH dan Tekanan. *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis Dan Biosistem.*, 7(3) : 235–244 (2019). <https://doi.org/10.21776/ub.jkptb.2019.007.03.03>
 23. Pratiwi, R., Rahayu, D., & Barliana, M. I. Pemanfaatan Selulosa dari Limbah Jerami Padi (*Oryza sativa*) sebagai Bahan Bioplastik Utilization of Rice Straw Cellulose (*Oryza sativa*) as Bioplastics. *Ijpest*, 3(3) : 83–91 (2016).
 24. Nurlia, N., Anas, M., & Erniwati, E.. Analisis Variasi Temperatur Aktivasi Terhadap Struktur Kristalin Arang Aktif Dari Tandan Aren (*Arenga Pinnata Merr*) Dengan Agen Aktivasi Potassium Silicate (K_2SiO_3). *Jurnal Penelitian Pendidikan Fisika*, 5(4) : 300 - 305 (2020). <https://doi.org/10.36709/jipfi.v5i4.14106>
 25. Chandra, J., Goerge, C. and Narayankutty, S. K. 'Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibrils from Arecanut Husk Fibre', *Carbohydrate Polymers*, 142 (2) : 158–166 (2016) Available at: <https://doi.org/101016/j.carbpor.2016.01.05>
 26. Monariqsa, D., Monariqsa, D., Oktora, N., Azora, A., Haloho, D. A. N., Simanjuntak, L., Musri, A., Saputra, A., & Lesbani, A. Ekstraksi Selulosa dari Kayu Gelam (*Melaleuca leucadendron Linn*) dan Kayu Serbuk Industri Mebel. *Jurnal Penelitian Sains*, 15(3) : (2012). <http://ejurnal.mipa.unsri.ac.id/index.php/jps/article/view/104>
 27. Nurmilasari. (2021). *Karakterisasi selulosa Dari Limbah Serat Sagu (Metroxylon sago) Menggunakan XRD (X-Ray Diffraction)*.
 28. Khasanah, M., Yusuf, B., & Panggabean, A. S. (2017). *Sarung Tenun Samarinda Cellulose Acetate Membrane From Pineapple Crown (Ananas Comocus) As Filters Treatment Of Waste -Water Sarung Samarinda Industry*. 23–27.
 29. Pavia D., Lampman., Kriz., J. R. V. Introduction to Spectroscopy. Department of Chemistry. In *Spectroscopic Methods in Food Analysis*. (2017). <https://doi.org/10.1201/b21879-2>
 30. Kamal, H., Abd-Elrahim, F. M., & Lotfy, S. Characterization and some properties of cellulose acetate-co-polyethylene oxide blends prepared by the use of gamma irradiation. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences.*, 7(2) : 146–153. (2014). <https://doi.org/10.1016/j.jrras.2014.01.003>
 31. Mohadi R, Saputra A, Hidayati N, & Lesbani A. Studi Interaksi Ion Logam Mn²⁺ Dengan Selulosa Dari Serbuk Kayu . *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)*, 8(1), 1–8. (2014).
 32. Fan, M., Dai & Huang., B. Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. In *Fourier Transform - Materials Analysis*. Salih Salih (Ed.). In *Intech*. <http://www.intechopen.com/books/fourier-transform-materials-analysis/fourier-transform-infraredspectroscopy-for-natural-fibres>. (pp. 45–68). (2012).
 33. Nurjannah, N. R., Sudiarti, T., & Rahmidar, L. Sintesis dan Karakterisasi Selulosa Termetilasi sebagai Biokomposit Hidrogel. *Al-Kimiya.*, 7(1) : 19–27 (2020). <https://doi.org/10.15575/ak.v7i1.6490>
 34. Lionetto, F., Del Sole, R., Cannoletta, D., Vasapollo, G., & Maffezzoli, A. Monitoring wood degradation during weathering by

- cellulose crystallinity. *Materials.*, 5(10) : 1910–1922 (2012).
<https://doi.org/10.3390/ma5101910>
35. Saputri, L. H., & Sukmawan, R. Pengaruh Proses Blending dan Ultrasonikasi terhadap Struktur Morfologi Ekstrak Serat Limbah Batang Kelapa Sawit untuk Bahan Baku Bioplastik (Selulosa Asetat). *Rekayasa*, 13(1), 15–21. (2020).
<https://doi.org/10.21107/rekayasa.v13i1.6180>
36. Wahyuni S., Siswanto., So. M. P. Formulasi Komposisi Membran Kitosan dan Optimasi Pengadukan dalam Penurunan Kandungan Padatan Limbah Cair Kelapa Sawit. *Widyariset*, 3(1), 35–46. (2017).
37. Iriyanti. *Sintesis Membran Elektrolit Selulosa asetat dari Daun Pandan Laut (Pandanus tectorius) Dengan Pemplastis DI metil Ftalat Untuk Aplikasi Baterai Ion Litium* (pp. 1–61). (2016).
38. Apriana D., Husni P, Abd R., Rahim, R. Pembuatan Membran Selulosa Asetat dari Selulosa Pelepah Pohon Pisang. *Kovalen*, 4(1), 41–52. (2018).
39. Silvia, Pinem, I. Sintesis Membran Selulosa Asetat Untuk Desalinasi Air Payau. *Jom FTEKNIK*, 3(1), 1–9. (2016).
40. Wafiroh, Rahmiati, P. Pembuatan Dan Karakterisasi Membran Fotokatalitik Hollow Fiber Sselulosa Asetat-TiO₂ Untuk Dengradasi Remazol RED 198. *Jurnal Kimia Riset*, 3(1), 20–28. (2018).
41. Nurhayati, K. Sintesis Selulosa Asetat Dari Limbah Pengolahan Agar Cellulose Acetate. *Agustus*, 9(No. 2), 97–107. (2014).
42. Souhoka. Latupeirissa. Sintesis dan karakterisasi selulosa asetat. *Indonesian Journal of Chemical Research*, 5(2), 58–62. (2018).
43. Fitriyano, G., & Abdullah, S. Tinjauan Kelayakan Sintesis Selulosa Asetat Dari Pemanfaatan Selulosa Limbah Organik. *Jurnal Konversi*, 5(2), 59. <https://doi.org/10.24853/konversi.5.2.59-66>. (2016b).