

## Pengaruh Waktu Rendaman NaOH Terhadap Kristalinitas dan Densitas Nanoserat Selulosa Buah Pinang

Mega Dwisa, Alimin Mahyudin\*

Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Andalas  
Kampus Unand Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

---

### Info Artikel

---

#### Histori Artikel:

Diajukan: 3 Februari 2021  
Direvisi: 9 Februari 2021  
Diterima: 11 Februari 2021

---

#### Kata kunci:

indeks kristalinitas  
selulosa  
serat pinang  
XRD

---

#### Keywords:

crystallinity index  
cellulose  
areca fiber  
XRD

---

#### Penulis Korespondensi:

Alimin Mahyudin  
Email: [aliminmahyudin23@gmail.com](mailto:aliminmahyudin23@gmail.com)

---

### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh waktu rendaman NaOH terhadap kristalinitas dan densitas nanoserat selulosa buah pinang. Serat pinang diberi perlakuan NaOH 5% kemudian direndam dengan variasi waktu 4, 6, dan 10 jam. Tahap penelitian ini adalah perendaman serat, ekstraksi selulosa, pemutihan serat, hidrolisis asam sulfat dan proses sonikasi. Sifat fisik yang diuji adalah densitas. Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk menentukan indeks kristalinitas dan ukuran kristal. Dari hasil isolasi selulosa didapatkan nilai indeks kristalinitas dengan waktu perendaman 4, 6, dan 10 jam yaitu 55,36%, 56,99%, dan 59,64% untuk ukuran kristal 27,54 nm, 27,56 nm, dan 47,25 nm. Nilai densitas terendah dari serat pinang yang telah diberikan perlakuan kimia yaitu 0,22 g/cm<sup>3</sup>. Semakin lama waktu perendaman, maka nilai indeks kristalinitas semakin naik dan nilai densitas menurun.

*Research has been conducted regarding NaOH immersion time on crystallinity and density of betel nut cellulose nanofibers. Areca fiber was treated with 5% NaOH then the fiber was soaked in time variations for 4, 6, and 10 hours. This research's stage was fiber immersion, cellulose extraction, fiber bleaching, sulfuric acid hydrolysis, and sonication. XRD (X-Ray Diffraction) characterization was used to determine the crystallinity index and crystal size. Isolation of cellulose results was obtained crystallinity index values with immersion times of 4, 6, and 10 hours, namely 56.36%, 55.99%, and 59.64% for crystal sizes of 27.54 nm, 27.56 nm, and 47.25 nm. The lowest density value of areca fiber that has been given chemical treatment is 0.22 g /cm<sup>3</sup>. The longer the immersion time, the higher the crystallinity index value and the decreased density value.*

Copyright © 2020 Author(s). All rights reserved

## I. PENDAHULUAN

Masyarakat Indonesia masih memahami bahwa serat alam itu tidak banyak manfaatnya bahkan masih menganggapnya sebagai sampah. Dengan adanya kemajuan ilmu pengetahuan dan teknologi termasuk dibidang teknologi material, maka serat alam yang tadinya tidak termanfaatkan kini dapat diolah menjadi material teknik. Serat alam ini mempunyai kelebihan antara lain jumlahnya melimpah, biaya produksi rendah, ramah lingkungan, dan elastis. Disamping itu, serat alam juga memiliki kelemahan diantaranya kualitas yang tidak seragam, mudah menyerap air, serta memiliki kestabilan yang rendah terhadap panas (Oksman dkk., 2003).

Serat buah pinang merupakan salah satu serat alam yang digunakan dalam pembuatan komposit pemanfaatannya masih dikembangkan karena belum banyak komposit yang menggunakan serat buah pinang. Serat buah pinang mudah didapat, ketersediaannya melimpah, mudah terurai di alam (*biodegradable*) dan mengandung selulosa. Menurut Binoj dkk. (2016), serat pinang mengandung selulosa sebesar 57,35% - 58,21%. Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada serat buah pinang dapat diolah menjadi *pulp* sebagai filler pada material komposit.

Teknik pengolahan *pulpingnya* dengan kombinasi proses kimia dan mekanik untuk mendapatkan serat yang berukuran lebih kecil. Alat yang digunakan dalam proses mekanik berupa gerinder dan untuk proses kimianya menggunakan larutan Natrium Hidroksida (NaOH). Perlakuan NaOH pada serat alam digunakan untuk memodifikasi struktur molekul selulosa. Dimana proses pengerjaan adalah serat buah pinang direndam dengan larutan NaOH yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dari kandungan lain yang terdapat didalam serat buah pinang seperti lignin dan hemiselulosa.

Binoj dkk. (2016) telah melakukan penelitian mengenai karakterisasi morfologi, fisik, mekanik, kimiawi, dan termal serat kulit buah pinang. Kandungan serat selulosa tinggi 57,35 % memberikan kekuatan tarik yang lebih baik 231,66 MPa, sedangkan morfologi serat berpori, dan densitas serat pinang rendah (0,78 g/cm<sup>3</sup>). Sifat semi-kristal dan ukuran kristal yang besar dari serat mengurangi karakteristik penyerapan air. Hasil dari potensi serat pinang dapat dimanfaatkan sebagai penguat dalam komposit polimer yang diperkuat untuk otomotif dan aplikasi struktural.

Chandra dkk. (2016) telah melakukan penelitian mengenai isolasi dan karakterisasi selulosa dari serat pinang menggunakan perlakuan kimia dan metode mekanik. Hasil penelitian menunjukkan indeks kristalinitas mencapai 85,47 % dengan ukuran diameter partikel pada range 3 – 5 nm. Berbanding lurus dengan penelitian Venugopal (2019) yang telah melakukan isolasi terhadap serat pinang, dihasilkan selulosa memiliki diameter pada rentang 55 – 70 nm dengan indeks kristalinitas 78%. Berdasarkan hasil tersebut, selulosa memiliki indeks kristalinitas yang tinggi dan kestabilan termal dengan aspek ratio yang tinggi dapat menjadi bahan potensial untuk berbagai bahan industri.

Mengingat bahan baku selulosa serat kulit buah pinang yang melimpah dan masih sedikitnya penelitian tentang pemanfaatan kulit buah pinang, sehingga masih perlu diteliti lebih lanjut, khususnya pengaruh waktu rendaman NaOH terhadap kristalinitas dan densitas nanoserat selulosa buah pinang. Selulosa dari serat pinang dapat digunakan sebagai *filler* pada komposit dan untuk luas permukaan dapat ditingkatkan dengan mengekstrak nanoserat selulosa dari serat pinang yang memiliki struktur kristal sehingga diperoleh ukuran *filler* yang lebih kecil.

## II. METODE

### 2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian adalah *beaker glass*, neraca digital, *hotplate*, *ultrasonik cleaner*, *waterbath*, *soxhlet*, dan kertas saring. Bahan yang digunakan adalah serat pinang, NaOH, NaClO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, CH<sub>3</sub>COOH, n-heksana, dan alkohol.

### 2.2 Persiapan dan pembuatan sampel

Serat pinang dijemur sampai kering di bawah sinar matahari kemudian di potong-potong. Pengolahan serat pinang dilakukan dengan cara mengupas untuk mengambil bagian serat yang kasarnya. Serat pinang direndam dalam larutan NaOH 5% dengan variasi waktu perendaman 4, 6, dan 10 jam. Perlakuan NaOH pada serat alam banyak digunakan untuk memodifikasi struktur molekul selulosa. Serat pinang direndam dengan larutan NaOH sebagai proses alkalisasi dan diikuti

pembersihan dengan air yang bertujuan untuk menghilangkan kotoran dan lapisan-lapisan lilin pada permukaan serat agar serat yang diperoleh berupa selulosa saja.

Setelah direndam serat pinang dicuci menggunakan *aquadest*. Serat pinang diekstrak di dalam soxhlet, kemudian dilakukan proses *bleaching* serat menggunakan 5% NaClO<sub>2</sub> ditambah CH<sub>3</sub>COOH pada suhu 90°C dalam waktu 1 jam, diulang sebanyak 4 kali dengan total 4 jam. Diperoleh *pulp* berupa selulosa serat pinang kemudian *pulp* di saring dan dicuci sampai pH 7. Selanjutnya selulosa diultrasonikasi selama 10 jam menghasilkan selulosa yang lebih halus, kemudian selulosa dikeringkan untuk dilakukan pengujian XRD dan densitas.

### 2.3 Pengujian dan Pengambilan Data

#### 2.3.1 Karakterisasi Difraksi Sinar-X

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* adalah metode karakterisasi lapisan yang digunakan untuk mengetahui senyawa kristal yang terbentuk. Teknik XRD dapat digunakan untuk analisis struktur kristal karena setiap unsur atau senyawa memiliki pola tertentu. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg (Cullity dan Graham, 2008):

$$2d \sin \theta = n\lambda \text{ dengan } n = 1,2,3\dots \quad (1)$$

Metode yang sering digunakan untuk menganalisis struktur kristal adalah metode Scherrer. Dengan demikian, ukuran kristal yang diprediksi dengan metode Scherrer juga merupakan ukuran partikel. Berdasarkan metode ini, makin kecil ukuran kristal maka makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan. Kristal yang berukuran besar dengan satu orientasi menghasilkan puncak difraksi yang sangat lebar. Lebar puncak difraksi tersebut memberikan informasi tentang ukuran kristal. Hubungan antara ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi sinar-x dapat diaproksimasi dengan persamaan Scherrer seperti yang ditunjukkan oleh persamaan:

$$D = \frac{k\lambda}{B \cos \theta} \quad (2)$$

dengan  $D$  adalah ukuran diameter kristal,  $\lambda$  yaitu panjang gelombang sinar-x yang diinginkan,  $\theta$  adalah sudut Bragg,  $B$  adalah FWHM (*Full Width at Half Maximum*) atau lebar puncak difraksi pada setengah maksimum yaitu  $2\theta \times (\pi/180)$  satu puncak yang dipilih, lalu  $k$  merupakan konstanta material yang nilainya kurang dari satu. Umumnya nilai  $k$  yang dipakai dalam rentang 0,8–1 (Rozi, 2020).

Dengan karakterisasi XRD bisa menentukan indeks kristalinitas satu kristal seperti yang ditunjukkan oleh persamaan:

$$CI(\%) = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} \times 100\% \quad (3)$$

dengan  $CI$  adalah indeks kristalinitas (%),  $I_{200}$  adalah intensitas hamburan kristalin, dan  $I_{am}$  adalah intensitas hamburan area amorf.

#### 2.3.2 Pengukuran Densitas

Massa jenis atau densitas adalah suatu besaran kerapatan massa benda yang dinyatakan dalam berat benda per satuan volume benda tersebut. Besaran massa jenis dapat membantu menerangkan mengapa benda yang berukuran sama memiliki berat yang berbeda yang ditunjukkan oleh Persamaan:

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (4)$$

dengan  $\rho$  adalah densitas (g/cm<sup>3</sup>),  $m$  adalah massa benda (gram),  $v$  adalah volume benda (cm<sup>3</sup>).

## III. HASIL DAN DISKUSI

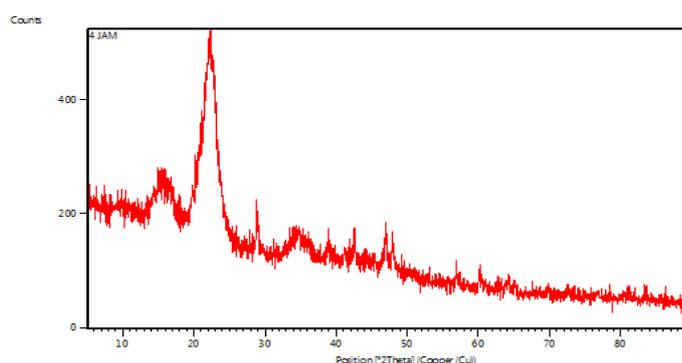
### 3.1 Isolasi nanoserat selulosa buah pinang

Proses isolasi selulosa yang dimaksud adalah untuk memisahkan komponen selulosa dari komponen yang lainnya seperti lignin dan hemiselulosa. Perendaman serat menggunakan larutan natrium hidroksida 5% dengan variasi perendaman NaOH 4 jam, 6 jam, dan 10 jam bertujuan untuk

menghilangkan lignin, hemiselulosa dan kotoran lain yang terkandung di dalam serat pinang dan juga permukaan serat cenderung kasar. Ekstraksi serat (*dewaxing*) menggunakan larutan n-heksana dan alkohol bertujuan untuk menghilangkan komponen lemak maupun lapisan lilin pada dinding serat. *Bleaching* merupakan langkah penghilangan lignin sekaligus langkah menentukan warna dari selulosa yang dihasilkan. Warna selulosa berubah menjadi putih setelah melewati proses *bleaching*. Pada proses ini menggunakan bahan sodium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ) sebagai bahan pereaksi yang berfungsi sebagai bahan oksidator. Lignin teroksidasi oleh klorin menyebabkan serat terdegradasi dan terbentuk gugus hidroksil, karbonil, dan karboksilat, sehingga mudah larut dalam medium alkali. Ketika lignin bereaksi dengan  $\text{NaClO}_2$ , berlangsung fregmentasi oksidatif dan sebagian besar lignin akan membentuk klorin dioksida ( $\text{ClO}_2$ ) yang merupakan gas hijau yang siap dilarutkan pada air (Chandra dkk., 2016). Penambahan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dalam penelitian ini untuk memungkinkan klorin dioksida diserap oleh serat. *Bleaching* dengan sodium klorit ini menghasilkan *brightness* yang tinggi. Ketabochi dkk. (2015) menyebutkan bahwa penggunaan  $\text{NaClO}_2$  sangat efektif dalam proses *bleaching*. Setelah *dibleaching* selanjutnya selulosa dihidrolisis asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) selama 2 jam dan kemudian ultrasonikasi selama 10 jam. Setelah *pulp* diultrasonikasi lalu dikeringkan menggunakan *hotplate* maka nanoserat yang telah dikeringkan siap untuk dikarakterisasi dan diuji sifat fisiknya.

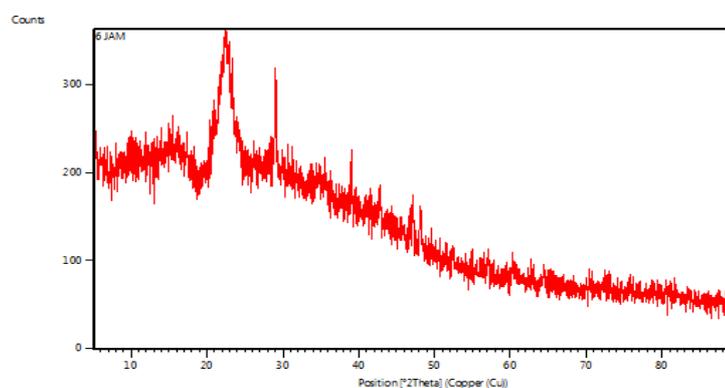
### 3.2 Analisa karakterisasi X-Ray Diffraction

Karakterisasi hasil isolasi selulosa meliputi penentuan ukuran kristal dan indeks kristalinitas dengan menggunakan metode difraksi sinar-X dan dianalisis. Data yang diperoleh berupa jarak antara bidang, intensitas, dan sudut  $2\theta$  yang kemudian dicocokkan dengan standar sinar-X yaitu *International Center Of Diffraction Database (ICDD)*.



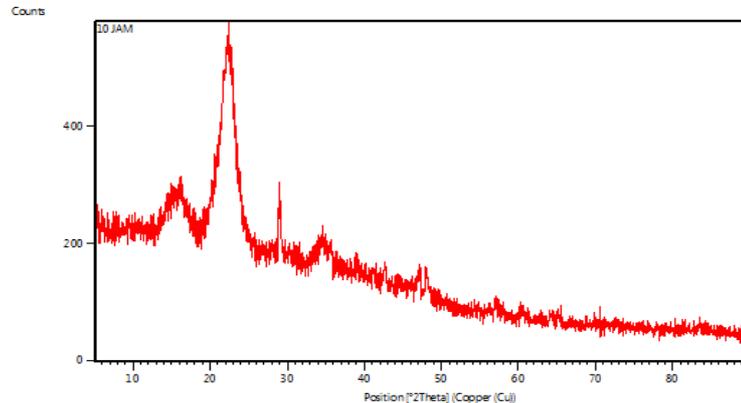
Gambar 1 Pola difraksi sinar-X pada waktu perendaman 4 jam

Gambar 1 menunjukkan pola difraksi sinar-X hasil isolasi selulosa pada perlakuan waktu perendaman NaOH selama 4 jam bahwa ukuran kristal serat pinang diperoleh sebesar 27,54 nm dengan indeks kristalinitas 55,36% yang terdapat pada puncak Selulosa tertinggi 20 dengan nilai intensitas yaitu 22,2091°.



Gambar 2 Pola difraksi sinar-X pada waktu perendaman 6 jam

Gambar 2 menunjukkan pola difraksi sinar-X hasil isolasi selulosa pada waktu perendaman NaOH selama 6 jam bahwa ukuran kristal yang terdapat didalam serat pinang sebesar 27,56 nm dengan indeks kristalinitas 56,99% yang terdapat pada puncak selulosa tertinggi  $2\theta$  dengan nilai intensitas yaitu  $22,4034^\circ$ .

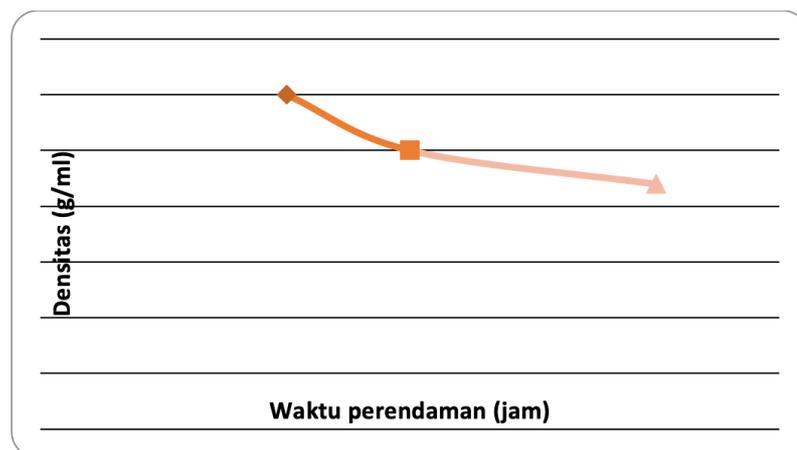


**Gambar 3** Pola difraksi sinar-X pada waktu perendaman 10 jam

Gambar 3 menunjukkan pola difraksi sinar-X hasil isolasi selulosa pada waktu perendaman NaOH selama 10 jam bahwa ukuran kristal yang terdapat didalam serat pinang sebesar 47,25 nm dengan indeks kristalinitas 59,64% yang terdapat pada puncak selulosa tertinggi  $2\theta$  dengan nilai intensitas yaitu  $22,4300^\circ$ .

### 3.3 Analisa pengukuran densitas

Hubungan densitas dengan perlakuan waktu perendaman 4 jam, 6 jam, dan 10 jam dengan konsentrasi NaOH 5% semakin lama waktu perendaman maka densitas *pulp* semakin menurun, karena terdegradasi lignin, hemiselulosa dan kotoran lainnya yang melekat pada serat. Densitas serat alam umumnya rendah berkaitan dengan komponen penyusun dalam struktur serat alam. Akibat dari perlakuan lamanya perendaman NaOH, maka lignin dan hemiselulosanya terdegradasi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.



**Gambar 4** Hubungan densitas terhadap perlakuan waktu perendaman NaOH

## IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa permukaan serat pinang yang mengalami perlakuan alkali (NaOH) terlihat lebih kasar daripada serat pinang yang tidak mengalami perlakuan NaOH. Nilai indeks kristalinitas pada waktu perendaman 4 jam, 6 jam, dan 10 jam yaitu 55,36%, 56,99%, dan 59,64%. Semakin lama waktu perendaman NaOH maka nilai indeks kristalinitas semakin naik dikarenakan adanya hidrolisis asam sulfat. Nilai ukuran kristal pada waktu perendaman 4 jam, 6 jam, dan 10 jam yaitu 27,54 nm, 27,56 nm, dan 47,25 nm. Semakin lama waktu perendaman

NaOH maka ukuran kristal semakin besar. Hubungan densitas terhadap lamanya waktu perendaman, semakin lama waktu perendaman maka nilai densitas semakin menurun diakibatkan komponen penyusun serat seperti lignin, dan hemiselulosa terdegradasi.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Binoj, J.S., Raj, R.E., Sreenivasan, V.S. dan Thusnavis, G.R., 2016, Morphological, Physical, Mechanical, Chemical and Thermal Characterization of Sustainable Indian Areca Fruit Husk Fibers (Areca Catechu L.) as Potential Alternate for Hazardous Synthetic Fibers, *Journal of Bionic Engineering*, Vol. 13, hal. 156-165.
- Chandra, J., Neena, G., dan Sunil, K.N., 2016, Isolation And Characterization of Cellulosa Nanofibrils from Arecanut Husk Fiber, *Journal of Carbohydrate Polymer*, Vol. 142, elsevier, Coachin University Of Science and Technology, India, hal. 158-166.
- Cullity, B.D., dan Graham, C.D., 2008, *Introduction to Magnetic Materials, Second Edition*, Institute of Electrical and Electronics Engineers, Canada.
- Ketabochi, M.R. Siddiqui, M.H. Hoque, M.D.E. Chantara, T.R. dan Rashmi, W., 2015, Eco-friendly and Cost-effective Isolation of Cellulose Microfibers and Nanocrystals From Kenaf Fibres, *Journal of Recent Advance In Enviroment, Ecosystem, and Development*, University Of Nottingham Malaysia Campus, Malaysia, Hal. 146-152.
- Oksman K., Skrifvas, M., dan Selin J.F., 2003, Natural Fibers as Reinforcement in Polylactid Acid (PLA) Composites, *Composites Science Technology*, Vol. 63, Hal.1317-1324
- Rozi, M.F., 2020, Analisis Variasi Fraksi Volume Nanoserat Pinang Terhadap Sifat Mekanik dan Uji Biodegradasi Material Komposit Epoksi dengan Pati Talas, *Jurnal Fisika Unand*, Vol. 9, No. 2, hal. 270-276.
- Venugopal, 2019, Isolation of Cellulose Nanofibers From Areca Spathe and Its Characterization, *International Journal of Advance Research in Engineering and Technology*, Vol. 10, Coachin University Of Science And Technology, Kerala, India, Hal. 118-127.