

EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT BAWANG MERAH

Laila Rezty Hertwi¹, Angelina Nur Afni², Nur Lailiyah³, I Gusti Made Sanjaya⁴

¹²³Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Surabaya

Email: igmasanjaya@unesa.ac.id

Abstract

Nanocellulose is a new type of material that is characterized by an increase in crystallinity, surface area, increased dispersion, and biodegradation. One of the ingredients that has not been widely used and can be used as a source of nano cellulose, which is red onion skin. Red onion skin is part of the plant as a source of natural cellulose. The purpose of this research is to find out the extraction of nano cellulose from the red onion skin and characteristics of nano cellulose from the red onion skin. The research methods include lignin delignification steps, sample extraction, sample preparation, and characterization tests with XRD and SEM analysis techniques. The results obtained in the form of nano cellulose powder with a crystal size of 12,615 nm and morphology of nano cellulose from red onion skin which appear to be that all cellulose fibers are defibrillated to fibrils because some cellulose fibers are still united to form a bundle. The conclusion obtained is the synthesis of nano cellulose from the red onion skin done by delignification of cellulose from red onion skin, cellulose extraction, and characterization tests with XRD and SEM analysis techniques. Delignification produces red onion skin without blackish brown lignin, cellulose extraction will produce yellowish residue which will then be hydrolyzed and characterized using XRD and SEM analysis techniques.

Keywords: nanocellulose, red onion skin, cellulose, XRD, and SEM

1. PENDAHULUAN

Material berukuran nano menjadi suatu pondasi pada pengembangan sains dan teknologi. Nanomaterial jenis baru yang sedang banyak diteliti yaitu nano selulosa [1]. Nano selulosa merupakan material jenis baru dengan diameter berukuran 2-20 nm dan panjang mencapai ratusan hingga ribuan nanometer. Nano selulosa dapat diperoleh dari berbagai sumber seperti serat alami dari tumbuhan atau hewan laut [2].

Serat alami dari tumbuhan yang belum banyak dimanfaatkan dan dapat dijadikan sebagai sumber nano selulosa yaitu kulit bawang merah. Kulit bawang merah merupakan bagian dari tanaman sebagai sumber selulosa alami. Kulit bawang merah merupakan limbah yang pada keadaan kering mempunyai kandungan α -selulosa 41%-50 % [3]. Perubahan selulosa menjadi berukuran nano menyebabkan terjadinya perubahan sifat dari selulosa. Perubahan yang terjadi pada selulosa yaitu perubahan luas

permukaan, peningkatan kristalinitas dan dispersi, serta bersifat biodegradasi [4]. Sifat biodegradasi dari nano selulosa dapat dimanfaatkan sebagai *filler* pada bahan bioplastik [4].

Terdapat tiga metode yang digunakan untuk pembuatan nanoselulosa, diantaranya metode mekanik, metode biologis dan metode kimia [4]. Penelitian nanoselulosa menggunakan metode mekanik dengan ultrasonikasi telah dilakukan oleh Li, *et al* (2012) [5], nanoselulosa yang dihasilkan berukuran 50-250 x 10-20 nm. Pembuatan nanoselulosa dengan metode biologis telah dilakukan oleh Felison, *et al.* (2009) [6] menggunakan enzim endoglucanase Celluclast. Nanoselulosa yang diperoleh berukuran 30-80 x 100-1800 nm. Taokaew, *et al.* (2013) [7] melaporkan bahwa telah membuat nanoselulosa dengan bakteri *Acetobacter xylinum*, berdiameter 50-80 nm atau jika dikonversikan ke dalam ukuran mm 1nm sama dengan 1x 10⁻¹² mm. Pembuatan nano selulosa menggunakan metode

kimia yaitu dengan hidrolisa selulosa yang umum digunakan adalah dengan menggunakan asam kuat. Asam kuat dapat menghilangkan bagian amorf dari suatu rantai selulosa sehingga isolasi pada bagian kristalin selulosa dapat dilakukan [8].

Berdasarkan uraian di atas, limbah kulit bawang merah dapat menjadi salah satu solusi untuk mengurangi limbah kulit bawang merah yang belum dimanfaatkan dengan mengubahnya mejadi material nanoselulosa.

2. METODE PENELITIAN

a. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit bawang merah, etanol, aquades, H_2O_2 , NaOH, dan H_2SO_4 .

b. Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah: timbangan analitik, gelas kimia, gelas ukur, corong, kertas saring pemanas dan *magnetic stirrer*, kompor listrik, kertas pH, instrumen XRD, dan instrumen SEM.

Prosedur Penelitian

a. Ekstraksi kulit bawang merah

Menyiapkan \pm 20 gram kulit bawang merah, kemudian ditambahkan etanol dan aquades dengan rasio 1:1 sebanyak 100 ml, larutan dipanaskan selama 2 jam dan diulangi hingga 2 kali. Ditiraskan dan ditambahkan 200 mL NaOH 4%, diaduk dengan *magnetic stirrer* dengan suhu 60 °C selama 1 jam dan 2 jam. Larutan tersebut dicuci dengan aquades hangat hingga netral dan dipisahkan antara filtrat dan residu. Residu ditambahkan 32 mL H_2O_2 24% dan 128 mL NaOH 4%, diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam dan 2 jam pada suhu 60 °C. Ekstrak disaring untuk dipisahkan residu dan filtratnya dan residu dicuci hingga pH netral..

b. Preparasi nano selulosa

Selulosa yang diperoleh kemudian ditambahkan H_2SO_4 50% atau hidrolisis asam (perbandingan selulosa dengan H_2SO_4 adalah 1:5) selama 40 menit dengan temperatur 45 °C diaduk dengan *magnetic stirrer*. Ditambahkan air dingin 100 mL, *disentrifuge* dengan kecepatan 5000 rpm selama 15 menit hingga pH netral. Nanoselulosa yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

a. Delignifikasi Selulosa dari Kulit Bawang Merah

Delignifikasi adalah proses penghilangan lignin yang ada pada kulit bawang merah. Lignin perlu dihilangkan dalam proses sintesis nanoselulosa karena lignin jika teroksidasi struktur aromatikanya akan menghasilkan senyawa kuinon berwarna coklat yang tidak diinginkan [9]. Langkahnya adalah dengan memanaskan 20 gram kulit bawang merah menggunakan campuran etanol dan air dengan perbandingan volume etanol dan air 1:1 selama 2 jam. Kulit bawang merah sebelum dipanaskan berwarna merah muda kemerahan. Setelah dilakukan pemanasan, kulit bawang merah menjadi lebih lembek daripada sebelum dipanaskan dan berwarna merah kecoklatan. Saat proses pemanasan, dihasilkan bau bawang merah. Selanjutnya kulit bawang merah tanpa lilin tersebut diputihkan dengan larutan asam sulfat 5% pada 200 mL air dengan distirer pada kecepatan konstan selama 2 jam. Pemanasan ini akan dilakukan dengan 1 jam dan 2 jam yang digunakan sebagai variabel bebas. Setelah distirer selama 2 jam, kulit bawang merah yang sebelumnya berwarna merah kecoklatan, kecoklatannya semakin pudar. Langkah selanjutnya adalah mencucinya menggunakan campuran etanol dan air dengan perbandingan volume 1:1. Pencucian dilakukan dengan etanol agar dapat menghilangkan seluruh lignin yang masih menempel pada kulit bawang merah dan menaikkan pH dari kulit bawang merah karena kulit bawang akan bersifat asam setelah distirer dengan larutan asam sulfat. Pencucian dilakukan sebanyak empat kali dan akan diperoleh residu dan filtrat. Residu berupa kulit bawang merah yang strukturnya lebih lembek dibandingkan sebelum diberi perlakuan. Filtratnya berupa larutan berwarna coklat kehitaman. Residu tersebutlah yang akan digunakan untuk langkah-langkah selanjutnya. Residu tersebut kemudian dicuci dengan air hingga pH netral sehingga diperoleh hasil berupa kulit bawang merah tanpa lignin.

b. Ekstraksi Selulosa

Setelah diperoleh hasil kulit bawang merah tanpa lignin, selanjutnya dilakukan dengan ekstraksi selulosa. Langkah pertama yang dilakukan adalah dengan menambahkan H_2O_2 24% dan NaOH 4% kemudian diaduk dengan kecepatan konstan selama 2 jam pada suhu 60°C.

Pengadukan nantinya akan dilakukan selama 1 jam dan 2 jam untuk variabel bebas. Setelah dilakukan pengadukan, diperoleh larutan yang berwarna kuning kecoklatan dengan adanya endapan berwarna kuning muda. Endapan tersebut kemudian dipisahkan dengan larutannya

menggunakan kertas saring. Diperoleh residu berwarna kuning muda dan filtrat yang berwarna kuning kecoklatan. Residu yang diperoleh kemudian dioven pada suhu 60 °C agar diperoleh sampel berupa serbuk. Berikut adalah tabel perbandingan warna residu pada setiap variabel.

Tabel 1. Perbandingan warna residu pada setiap perlakuan

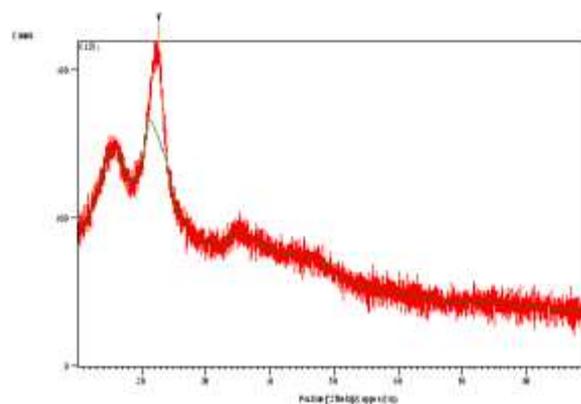
Lama pemanasan	Lama pengadukan	Residu	Filtrat
1 jam	1 jam	Berwarna putih kekuningan (+++)	Berwarna kuning kecoklatan (+++)
1 jam	2 jam	Berwarna putih kekuningan (++)	Berwarna kuning kecoklatan (++)
2 jam	1 jam	Berwarna putih kekuningan (++)	Berwarna kuning kecoklatan (++)
2 jam	2 jam	Berwarna putih kekuningan (+)	Berwarna kuning kecoklatan (+)

Dari tabel tersebut, dapat dilihat bahwa residu yang baik adalah dengan perlakuan lama pemanasan 2 jam dan lama pengadukan 2 jam. Hal tersebut disebabkan karena pada perlakuan tersebut diperoleh residu yang berwarna putih kekuningan tetapi lebih putih jika dibandingkan dengan perlakuan pertama hingga ketiga. Menurut Hattaka (2001) [9], warna kekuningan hingga kecoklatan mengindikasikan kadar lignin yang masih cukup tinggi pada produk akhir karena lignin jika teroksidasi struktur aromatiknya akan menghasilkan senyawa kuinon berwarna coklat yang tidak diinginkan. Oleh karena itu, sampel yang akan dilanjutkan untuk dilakukan karakterisasi adalah sampel dengan warna kekuningan yang paling rendah, yaitu sampel hasil perlakuan keempat yang kemungkinan kandungan lignin sudah tidak ada.

c. Preparasi Sampel untuk Dianalisis dengan SEM dan XRD

Sampel yang telah diperoleh berbentuk serbuk, kemudian dilarutkan dalam larutan asam sulfat 50%. Setelah dilarutkan, terbentuk sampel berupa suspensi yang ada dalam larutan. Karakterisasi dilakukan pada sampel yang telah melalui proses dilignifikasi dan ekstraksi. Kadar lignin merupakan salah satu parameter yang penting untuk mengetahui kualitas nanoselulosa yang dihasilkan. Produk akhir sintesis nanoselulosa yang baik memiliki kadar lignin yang rendah. Hal tersebut dapat dilakukan dengan uji fisik yaitu dengan parameter warna suspensi yang dihasilkan. Sampel tersebut sebelum dianalisis SEM dan XRD harus dikeringkan terlebih dahulu karena uji SEM dan XRD hanya bisa dilakukan jika sampelnya kering. Sampel tersebut disimpan

dalam desikator hingga kering. Sampel tidak dioven karena suhu pemanasan yang terlalu tinggi akan menyebabkan selulosa terdegradasi. Setelah sampel kering, dapat diuji SEM dan XRD. Karakterisasi dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral Material Maju, Universitas Negeri Malang. Berikut adalah hasil yang diperoleh untuk uji XRD:



Gambar 1. Difraksi nanoselulosa kulit bawang merah

Pola difraksi nano selulosa dari kulit bawang merah ditampilkan pada gambar 1. Berdasarkan gambar tersebut puncak yang dihasilkan nano selulosa pada 2θ yaitu 16,5786 dan 22,6298. Berdasarkan perhitungan menggunakan metode segal [10], indeks kristalinitas yang diperoleh dari hidrolisis asam selulosa kulit bawang merah yaitu 78,668%.

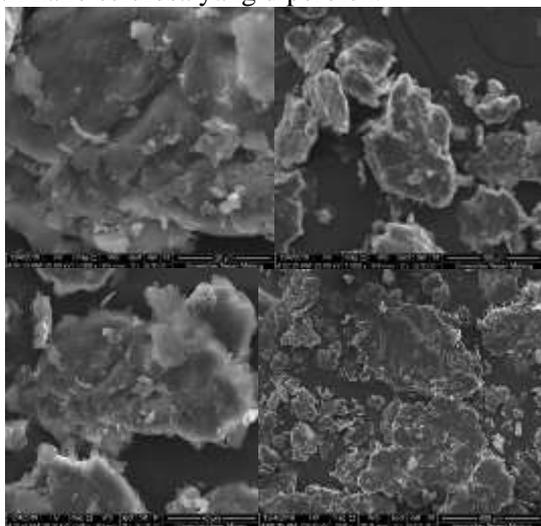
$$\text{Indeks kristalinitas} = \frac{I_{\text{kristalinitas}} - I_{\text{amorf}}}{I_{\text{kristalinitas}}} \times 100\%$$

Ukuran kristal nano selulosa dihitung dengan persamaan *Scherrer* [11] yaitu diperoleh 12,615 nm.

$$\text{Ukuran kristal} = \frac{k \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos\theta}$$

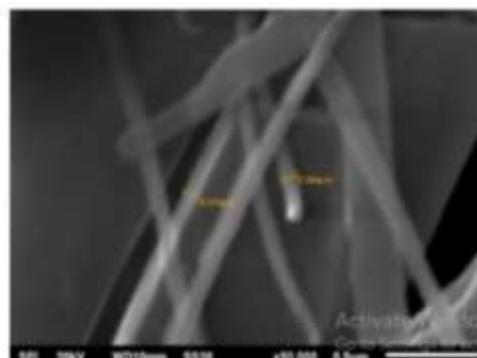
Menurut Winarno (2010) [12], produk nanoselulosa yang diinginkan dari sintesis nanoselulosa adalah nanoselulosa dengan diameter sekitar 100-300 nm. Menurut Klem (2011) [13], ukuran diameter NCC (*Nanocrystalline Cellulose*) biasanya berkisar 5-70 nm dengan panjang 100-250 nm.

Selain dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, dilakukan pula menggunakan SEM untuk mengetahui ukuran dari nano selulosa yang diperoleh.



Gambar 2. Morfologi nano selulosa kulit bawang merah

Pada gambar tersebut, tampak bahwa belum semua serat selulosa terdefibrilasi menjadi fibril selulosa yang berukuran kecil, sebagian serat selulosa masih bersatu membentuk bundel. Bersatunya selulosa tersebut diduga masih terdapat lignin dan hemiselulosa yang menyerupai perekat, tetapi pada gambar tersebut sudah terjadi distribusi yang merata. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Julianto, dkk (2017) [14]. Berikut adalah hasil karakterisasi SEM pada penelitian Julianto, dkk (2017) [14].



Gambar 3. Hasil SEM nanoselulosa oleh Julianto, 2017

4. SIMPULAN

Kesimpulan yang diperoleh adalah sintesis nanoselulosa dari kulit bawang merah dilakukan dengan cara delignifikasi selulosa dari kulit bawang merah, ekstraksi selulosa, dan karakterisasi dengan teknik analisis XRD dan SEM. Delignifikasi menghasilkan kulit bawang merah tanpa lignin yang berwarna coklat kehitaman, ekstraksi selulosa akan menghasilkan residu berwarna putih kekuningan yang selanjutnya akan dihidrolisis dan karakterisasi menggunakan teknik analisis XRD dan SEM.

5. REFERENSI

- [1] A. A, Introduction to nanomaterials, Chennai: National Centre for Catalysis.
- [2] E. P. M. e. a. Fortunati, "Effects of modified cellulose nanocrystals on the barrier and migration properties of PLA nano-biocomposites," *Carbohydrate Polymers*, 2012.
- [3] D. J. P. a. J.-W. R. Reddy, "Extraction and characterization of cellulose microfibrils from agricultural wastes of onion and garlic," *Journal Of Natural Fibers*, 2014.
- [4] M. Loelovich, "Optimal conditions for isolation of nanocrystalline cellulose particles," *Nanocrystals and Nanotechnology*, 2012.
- [5] J. W. X. W. Q. Li, "Homogeneous isolation of nanocellulose from sugarcane bagasse by

- high pressure homogenization," *Carbohydrate Polymers*, 2012.
- [6] P. B. B. E. A. D. & B. D. S. Felison, "Enzymatic-mediated production of cellulose nanocrystals from recycled pulp," *Green Chemistry*, pp. 1808-1814, 2009.
- [7] S. S. S. S. P. & P. M. Taokaew, "Biosynthesis and Characterization of Nanocellulose-Gelatin Films," *materials*, pp. 782-794, 2013.
- [8] D. R. N. N. M. Effendi, "A Review Sintesis Nanoselulosa," *Jurnal Integrasi Proses*, pp. 61-74, 2015.
- [9] H. A, Biodegradation of lignin, In: Steinbüchel A, Germany: Wiley, 2001.
- [10] L. C. J. M. A. d. C. C. Segal, "An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using diffractometer," *Textile Research Journal*, 1959.
- [11] A. B. M. d. Masruroh, "Penentuan ukuran kristal (crystallite size) lapisan tipis PZT dengan metode XRD melalui pendekatan persamaan debye scherrer," 2013.
- [12] W. F. d. F. IE, Nanoteknologi bagi industri pangan dan kemasan, Bogor: M-BRIO Press, 2010.
- [13] P. B. H. T. H. U. W. W. Klem D, Comprehensive cellulose chemistry fundamentals and analytical methods, Weinheim: Wiley, 2011.
- [14] M. F. A. R. Julianto Henry, "Ekstraksi nanoselulosa dengan metode hidrolisis asam sebagai penguat komposit absorpsi suara," *Jurnal Teknik ITS*, 2017.