



## KAJIAN SINTESIS DAN KARAKTERISASI HIDROGEL SELULOSA/CMC TERIKAT SILANG SITRAT

**Fernando Nainggolan<sup>a,\*</sup>, Trisno Afandi<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>Departemen Teknik Kimia, Politeknik Teknologi Kimia Industri

Jalan Medan Tenggara VII, Medan, Indonesia

\*E-mail: fernando.nainggolan@ptki.ac.id

Masuk Tanggal: 16 April 2025, revisi tanggal: 2 Juni, diterima untuk diterbitkan tanggal: 30 Juni 2025

### Abstrak

Pemanfaatan selulosa dari limbah serat kelapa sawit dapat diaplikasikan menjadi hidrogel. Dalam tulisan ini, selulosa dari serat kelapa sawit diperoleh melalui proses hidrolisis dengan NaOH kemudian dipucatkan dengan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3%. Hidrogel yang terbentuk diperoleh dari sintesis asam sitrat sebagai agen pengikat silang dengan CMC dan selulosa serat kelapa sawit dengan perbandingan rasio massa 0,1:1:0,25 g. Karakteristik hidrogel yang dihasilkan bersifat amorf dan memiliki morfologi permukaan rata dan halus dengan persentase swelling 300%. Hasil menunjukkan bahwa hidrogel ini berpotensi diaplikasikan sebagai solusi pemanfaatan limbah serat kelapa sawit di industri.

**Kata Kunci:** Hidrogel, Limbah, Selulosa, Serat kelapa sawit, Swelling

### Abstract

*Utilization of cellulose from palm oil fibers waste can be applied as a hydrogel. In this study, cellulose from oil palm fibers is obtained by a hydrolysis process with NaOH then bleached with 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. The hydrogel is formed by synthesis of citric acid as a crosslinking agent with CMC and cellulose of oil palm fibers in a mass ratio of 0.1:1:0.25 g. The characteristics of the hydrogel are amorphous, flat, and smooth with swelling percentage is up to 300%. The results show that the hydrogel can be applied as a solution of oil palm fibers waste in industry.*

**Keywords:** Hydrogel, Waste, Cellulose, Oil palm fibers, Swelling

## 1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu produsen minyak sawit terbesar di dunia, dimana perkebunan kelapa sawitnya hampir tersebar di seluruh wilayah Indonesia. Perkebunan kelapa sawit di Indonesia selalu meningkat setiap tahunnya. Limbah serat kelapa sawit merupakan limbah padat yang relatif besar dihasilkan di industri, namun masih kurang dimanfaatkan. Dalam proses pengolahan 1 ton tandan buah segar (TBS) dapat menghasilkan sebanyak 20%-22% minyak sawit mentah bersama produk samping biomassa kelapa sawit seperti tandan kosong sebanyak 23%-25%, serat mesokarp sebanyak 13%-15% dan cangkang inti sawit sebanyak 5%-6% [1].

Selulosa adalah salah satu jenis biomolekul dalam golongan karbohidrat yang terdapat pada serat kelapa sawit. Molekul selulosa tersusun atas Karbon (C), Hidrogen (H), dan Oksigen (O), dimana dua unsur terakhir tersebut terdapat dalam proporsi yang sama seperti yang terdapat dalam molekul air. Selulosa merupakan salah satu biopolimer terbarukan yang paling melimpah, yang diproduksi secara alami oleh tanaman maupun mikroorganisme [2]. Selulosa lebih lanjut dapat dimodifikasi secara kimiawi yang kemudian dapat dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi, diantaranya dalam teknologi pengemasan, media pemisahan, biomedis dan sensor, dan aplikasi lainnya termasuk pembuatan hidrogel [3]. Komponen utama senyawa kimia pada limbah padat yang berasal dari serat kelapa sawit adalah

lignin sebesar 31,34%; hemiselulosa 19,8%; selulosa 38,45% dan abu sebesar 3,24% [4]. Kandungan selulosa yang sangat tinggi pada serat kelapa sawit dapat menjadikannya sebagai sumber selulosa pada pembuatan hidrogel.

Hidrogel merupakan polimer hidrofilik yang mampu menampung air dalam kapasitas cukup besar, sehingga cocok untuk berbagai aplikasi karena sifatnya yang unik. Penerapannya mencakup pada bidang pertanian, kedokteran, dan perbaikan lingkungan. Hidrogel memiliki kemampuan dalam hal kapasitas retensi dan pelepasan air yang baik, yang dapat memperbaiki sifat-sifat tanah, mengurangi laju pupuk yang terlepas, dan bertindak sebagai reservoir air di tanah kering, sehingga berpotensi mengurangi beban irigasi [5].

Pemanfaatan serat kelapa sawit umumnya dimanfaatkan sebagai pupuk dalam media pembenihan di perkebunan namun proses pengolahannya membutuhkan waktu yang relatif lama sekitar 2-3 bulan untuk menjadi pupuk alami disebabkan oleh masih terdapatnya kandungan minyak yang tertinggal pada serat tersebut [6]. Pengolahan kelapa sawit yang terus menerus menyebabkan biomassa serat kelapa sawit semakin meningkat dan hal ini merupakan masalah yang terus menerus terjadi di perkebunan kelapa sawit. Berbagai penelitian telah dilakukan dengan fokus pada ekstraksi dan karakterisasi komponen yang terkandung dalam biomassa kelapa sawit, seperti selulosa dan hemiselulosa, untuk berbagai aplikasi termasuk produksi hidrogel dan bahan penguat dalam komposit polimer [7]. Hidrogel berbahan dasar selulosa memiliki keunggulan daripada berbahan dasar polimer sintesis seperti ramah lingkungan, tidak bersifat toksik, dan mudah diperoleh.

Limbah biomassa serat kelapa sawit menunjukkan potensi produk bernilai guna tinggi dalam bentuk hidrogel serta memerlukan waktu yang relatif cepat dalam pembuatannya sedangkan *carboxymethyl cellulose* (CMC) merupakan derivat selulosa yang larut dalam air dan sering digunakan sebagai bahan pembentuk hidrogel, maka sintesis hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat perlu dilakukan untuk mengetahui sifat hidrogel yang dihasilkan. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mensintesis hidrogel berbasis selulosa/CMC dari limbah serat sawit yang diikat silang dengan asam sitrat serta mengkarakterisasi sifat morfologi dan daya serapnya.

## 2. PROSEDUR PERCOBAAN

### 2.1. Bahan

Limbah serta kelapa sawit dari Pabrik Mini Kelapa Sawit PTKI Medan, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3%, *Carboxymethyl cellulose* (CMC), Asam sitrat, NaOH, dan Aquadest.

### 2.2. Preparasi Bahan Baku

Limbah serat kelapa sawit dicuci dengan air dan dicacah hingga berukuran kecil.

### 2.3 Proses hidrolisis

Sebanyak 100 g serat kelapa sawit direndam dalam larutan NaOH 5% selama 1 jam pada suhu 100 °C dengan perbandingan komposisi 1:4 pada volume 1000 mL untuk menghilangkan lignin, kemudian disaring dan dicuci hingga netral.

### 2.4 Proses bleaching

Sampel hasil hidrolisis sebanyak 20 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan dengan 200 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3%. Selanjutnya, sampel dipanaskan pada suhu 60 °C selama 60 menit kemudian dicuci dengan aquadest dan disaring hingga netral lalu dikeringkan dalam oven dengan suhu 60 °C selama 24 jam dan disimpan dalam desikator.

### 2.5 Proses pembuatan hidrogel

Larutan asam sitrat : CMC : selulosa dengan perbandingan rasio massa 0,1:1:0,25 g dalam 20 mL aquadest diaduk selama 15 menit pada suhu 60 °C kemudian dituangkan ke dalam cetakan selanjutnya dicuci dengan aquadest perlahan hingga netral dan dibiarkan kering selama 48 jam dalam desikator.

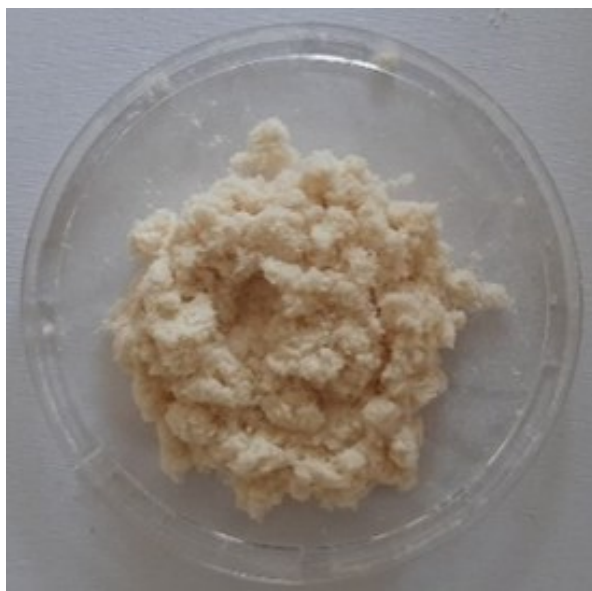
### 2.6 Pengujian selulosa dan hidrogel

Selulosa dan hidrogel yang dihasilkan diuji sifatnya menggunakan alat instrumen Agilent Carry 630 FTIR dan SEM ZEISS EVO MA 10 di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung dan XRD Panalytical X'Pert PRO di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses *pre-treatment* awal melalui pencucian limbah serat kelapa sawit menggunakan air dilanjutkan dengan pencacahan bertujuan untuk membersihkan kotoran yang menempel yang dapat mengganggu proses hidrolisis. Proses hidrolisis dilakukan dengan memanaskan limbah serat kelapa sawit bersama larutan NaOH pada suhu 100 °C, dimana sebagian besar lignin dan

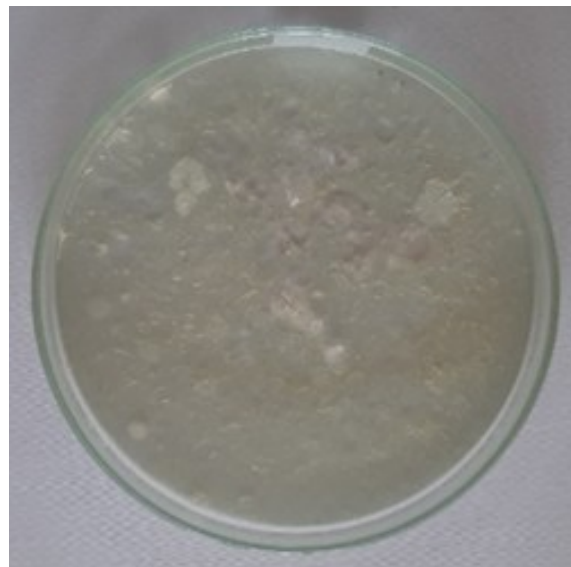
hemiselulosa dapat dipisahkan dari selulosa. Proses pemanasan ini menyebabkan lignin bereaksi dengan NaOH, menghasilkan campuran berwarna gelap. Selain itu, NaOH juga menyebabkan ikatan-ikatan yang mengikat selulosa menjadi lebih lemah. Akibatnya, lignin dan hemiselulosa yang terlepas dari selulosa akan larut dalam larutan NaOH, sementara selulosa sendiri tetap ada namun mengalami *swelling* [8]. Selanjutnya proses *bleaching* dilakukan menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 3% disertai pemanasan pada suhu 60 °C selama 60 menit. Proses *bleaching* bertujuan untuk membersihkan pulp dari sisa-sisa lignin yang masih menempel. Tujuan utama *bleaching* adalah untuk membuat pulp menjadi putih cerah, meningkatkan kemurnian selulosa, dan menghindari kerusakan selulosa [9]. Hasil dari 100 g serat kelapa sawit menghasilkan 39,83 g selulosa seperti tampak pada Gambar 1. Selulosa yang dihasilkan tampak berwarna putih dengan tekstur halus.



Gambar 1. Selulosa serat kelapa sawit

Selanjutnya selulosa serat kelapa sawit diaplikasikan dalam pembuatan hidrogel. Hidrogel disintesis menggunakan selulosa serat kelapa sawit, asam sitrat, dan CMC. CMC berperan sebagai polimer hidrofilik, sementara asam sitrat berperan sebagai agen pengikat silang. CMC memiliki sifat yang unik, diantaranya kemampuan adsorpsi yang baik dan kapasitas *swelling* yang tinggi. Sementara itu, asam sitrat dipilih karena sifatnya yang ramah lingkungan, karena tidak bersifat karsinogenik dan tidak beracun. Saat dipanaskan pada suhu 60 °C, gugus asam karboksilat yang terkandung pada asam sitrat mulai mengalami dehidrasi membentuk anhidrida siklik. Kemudian, anhidrida siklik asam sitrat berikatan silang dengan gugus hidroksil pada

selulosa serat kelapa sawit serta CMC menghasilkan hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat seperti tampak pada Gambar 2 [10].



Gambar 2. Hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat

### 3.1. Karakterisasi gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Spektrum FT-IR selulosa dari limbah serat kelapa sawit dan hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat disajikan pada Tabel 1 serta ditunjukkan pada Gambar 3 dan Gambar 4. Serapan pada bilangan gelombang 3332 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus -OH, serapan pada bilangan gelombang 2922 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan terdapatnya ikatan -CH- alkana, serapan pada 1423 cm<sup>-1</sup> berkaitan dengan vibrasi ikatan -OH pada polisakarida, serta serapan pada 1028 cm<sup>-1</sup> menunjukkan ikatan C-O-C pada cincin piranosa. Dengan demikian, berdasarkan analisis data FTIR, proses hidrolisis dan bleaching limbah serat kelapa sawit menghasilkan produk dengan karakteristik selulosa. Pembuatan hidrogel selulosa/CMC menggunakan bahan CMC yang tergolong kedalam polimer dengan gugus fungsi karboksimetil.

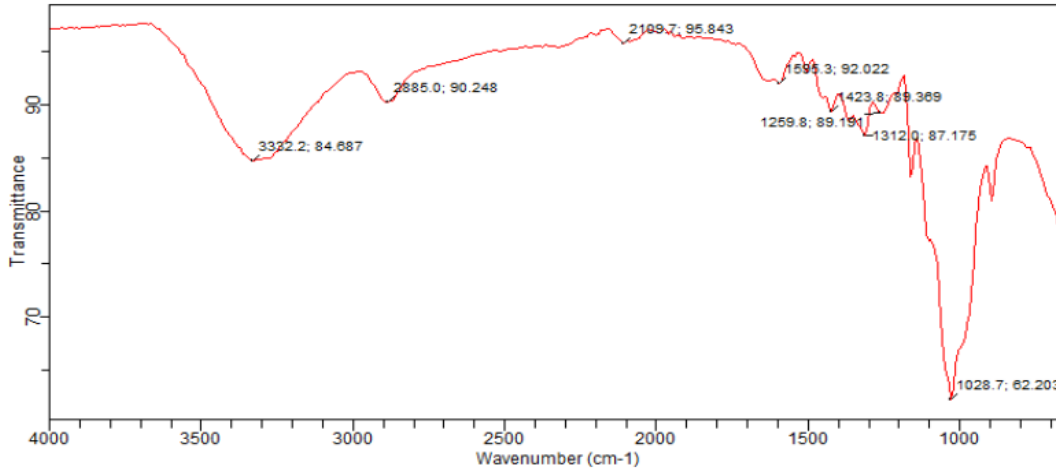
Tabel 1. Data Puncak Serapan FTIR

Ikatan	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	Selulosa	Selulosa/CMC terikat silang sitrat
-OH	3332 1423	3287
-CH	2922	
C-O-C	1028	
-COO-		1640
C=O ester		1714
-CH <sub>2</sub>		1364

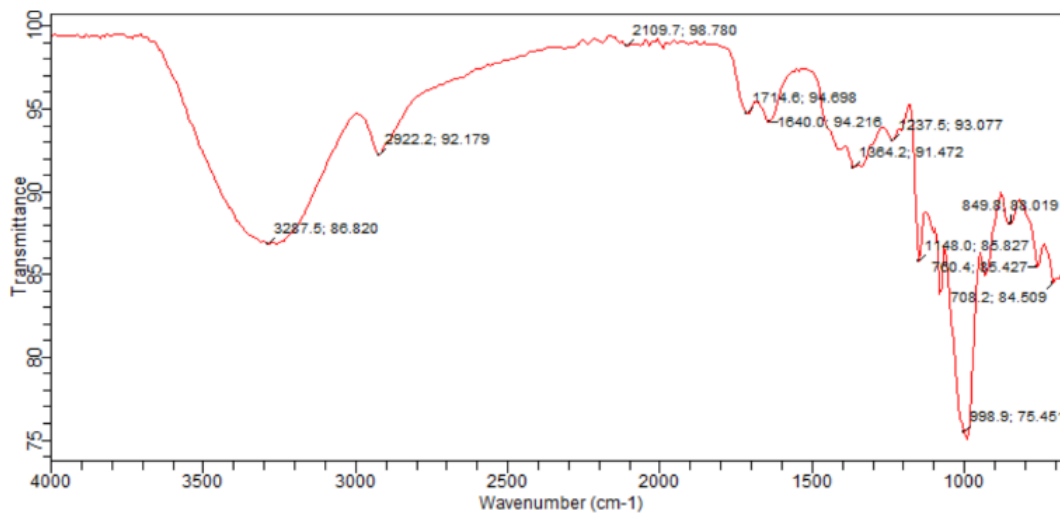
Hal ini diindikasikan dengan munculnya vibrasi gugus karboksil (COO-) dan -CH<sub>2</sub>-

masing-masing pada bilangan gelombang 1640  $\text{cm}^{-1}$  dan 1364  $\text{cm}^{-1}$ . Hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat terindikasi telah berhasil disintesis yang ditandai dengan munculnya puncak pada bilangan gelombang 1714  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan terbentuknya ikatan ester antara

asam sitrat anhidrida dengan gugus hidroksil dari selulosa/CMC. Spektra pada bilangan gelombang 3287  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan vibrasi ikatan -OH yang menunjukkan sifat hidrofilik dari hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat [11, 13].



Gambar 3. Spektra FT-IR selulosa dari limbah serat kelapa sawit

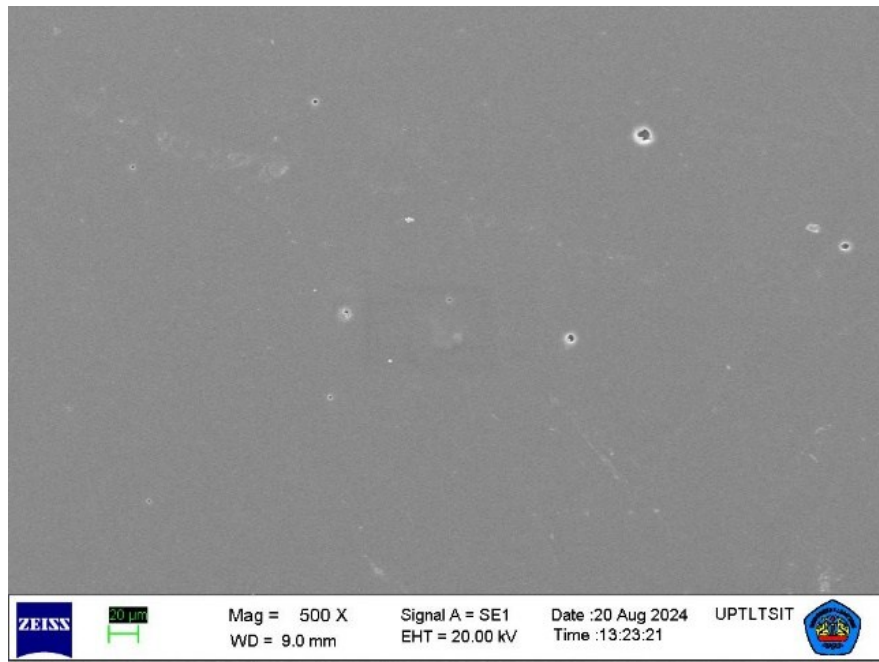


Gambar 4. Spektra FT-IR hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat

### 3.2 Karakterisasi morfologi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Permukaan hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat yang tampak pada Gambar 5 menunjukkan morfologi permukaan halus dan rata namun masih menunjukkan adanya sisa selulosa yang belum bercampur sempurna dengan asam sitrat disebabkan oleh proses pengadukan yang belum maksimal dilakukan. Hal ini sejalan dengan penelitian Pitaloka et. al. (2021) yang melaporkan hidrogel yang dihasilkan dari CMC

terikat silat sitrat memiliki permukaan yang halus. Pada permukaan hidrogel tidak terdapat struktur berpori yang dapat diamati dengan jelas namun menunjukkan ruang hitam kosong [11]. Pengikatan silang antara asam sitrat dengan selulosa dan CMC berasal dari gugus -COOH dari asam sitrat berikatan dengan gugus -OH dari selulosa dan CMC menyebabkan terjadinya kerapatan pada morfologi permukaan hidrogel [12].

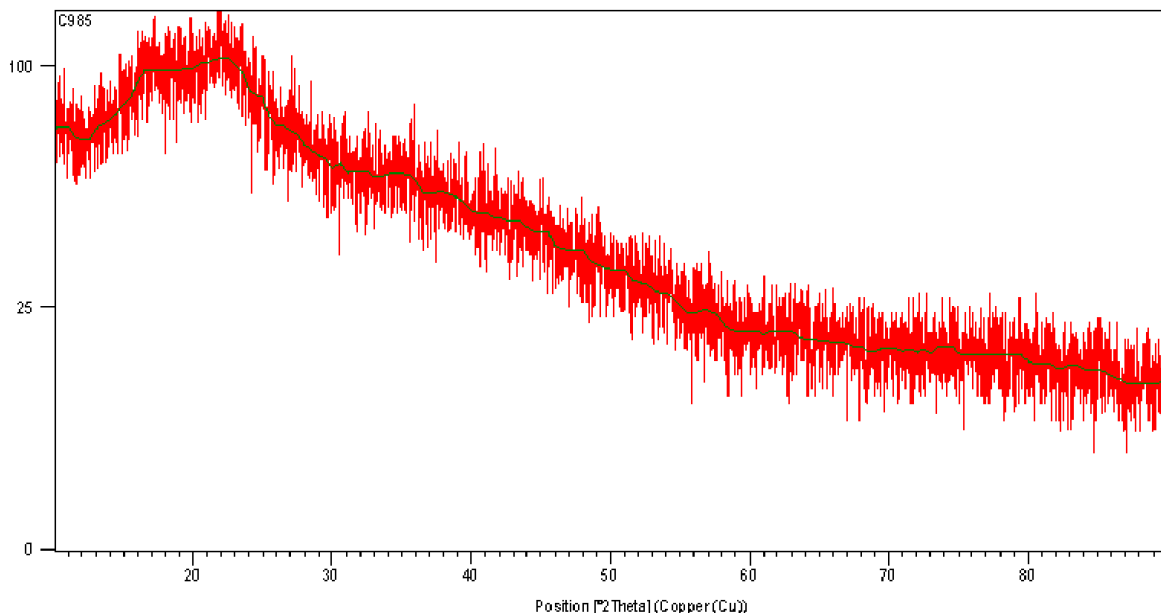


Gambar 5. Morfologi permukaan hidrogel dengan pembesaran 500x

### 3.3 Karakterisasi struktur pada X-Ray Diffraction (XRD)

Pola XRD hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat pada Gambar 6 mengindikasikan fase amorf dengan tidak adanya puncak yang tampak tajam dan intens. Puncak pada posisi  $2\theta = 15,1^\circ$ ,  $22,0^\circ$  dan  $35,8^\circ$  mengindikasikan karakteristik

struktur turunan selulosa. Selulosa yang memiliki sifat kristalin namun berikatan silang dengan asam sitrat membentuk hidrogel selulosa/CMC berdampak pada penurunan sifat kristalinitas selulosa sehingga menghasilkan sifat amorf pada hidrogel [7].



Gambar 6. Difraktogram XRD hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat

### 3.4 Uji swelling

Analisis daya serap air terhadap hidrogel dapat dilakukan dengan cara menghitung persentase *swelling* hidrogel. Perendaman film hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat dalam 10 mL aquadest selama 10 menit dilakukan triplo menunjukkan persentase rata-rata *swelling*

hidrogel mencapai 300 % seperti tampak pada Tabel 2. Pada penelitian yang berbeda, hidrogel berbahan CMC terikat silang sitrat menghasilkan *swelling* 666.7-13037.5% oleh karena pengaruh konsentrasi asam sitrat dan jenis asam sitratnya [11], sedangkan hidrogel PEO/CMC terikat silang sitrat menghasilkan *swelling* sebesar 25.68% yang

dipengaruhi oleh bahan hidrogelnya antara polietilen oksida dan CMC [13].

Tabel 2. Daya serap hidrogel terhadap air

Waktu (menit)	Volume Aquadest (ml)	Berat Hidrogel		Swelling (%)
		Sebelum perendaman (g)	Setelah Perendaman (g)	
10	10	0.045	0.132	293.33
10	10	0.052	0.156	300.00
10	10	0.058	0.178	306.90

Terdapatnya gugus hidrofilik seperti -OH pada selulosa/CMC terikat silang sitrat memungkinkan terjadinya ikatan hidrogen dengan air yang terperangkap pada jaringan sehingga menyebabkan *swelling* pada hidrogel. Gugus hidrofilik ini membuat film hidrogel mampu menyerap air namun ketika gugus tersebut berkurang, maka kapasitas hidrogel untuk menyerap air juga berkurang. Waktu reaksi ikatan silang yang lebih lama juga turut mengurangi tolakan elektrostatis yang mengurangi kemampuan *swelling* hidrogel CMC dengan asam sitrat [11].

#### 4. KESIMPULAN

Hasil isolasi selulosa dari limbah serat kelapa sawit mencapai 39,83% dengan tekstur halus dan berwarna putih. Sintesis yang dilakukan menunjukkan terbentuknya ikatan ester akibat terjadinya ikatan silang antara selulosa/CMC dengan asam sitrat pada bilangan gelombang  $1714\text{ cm}^{-1}$ . Film hidrogel yang dihasilkan bersifat amorf dan menunjukkan morfologi permukaan yang halus dan rata. Daya serap air pada hidrogel selulosa/CMC terikat silang sitrat mampu mencapai tiga kali lipat daripada massa film hidrogel itu sendiri. Pada penelitian ini menunjukkan limbah serat kelapa sawit berpotensi diaplikasikan sebagai hidrogel namun disarankan melakukan variasi komposisi antara selulosa, CMC, dengan agen pengikat silang sitrat untuk mengetahui persentase *swelling* maksimum.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Politeknik Teknologi Kimia Industri atas dukungannya dalam penulisan ini.

#### KONFLIK KEPENTINGAN

Semua penulis tidak memiliki konflik kepentingan (conflict of interest) pada publikasi artikel ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. E. R. Abel, S. K. Loh, N. A. Wahab, O. Masek, M. I. Tanimu, and R. T. Bachmann, "Effect of operating temperature on physicochemical properties of empty fruit bunch cellulose-derived biochar," *Journal of Oil Palm Research*, vol. 33, no. 4, pp. 643-652, 2021.
- [2] D. Klemm, E. D. Cranston, D. Fischer, M. Gama, S. A. Kedzior, D. Kralisch, F. Kramer, T. Kondo, T. Lindström, S. Nietzsche, K. Petzold-Welcke, F. Rauchfuß, "Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today's state," *Materials Today*, vol. 21, no. 7, pp. 720-748, 2018.
- [3] Y. Wang, X. Wang, Y. Xie, and K. Zhang, "Functional nanomaterials through esterification of cellulose: a review of chemistry and application," *Cellulose*, vol. 25, pp. 3703-3731, 2018.
- [4] E. W. Kurniawan and M. Rahman, "Proses optimasi produksi bioetanol dari limbah serat buah sawit dengan metode SHF," *Buletin LOUPE*, vol. 16, no. 01, 2020.
- [5] V. Miljković, I. Gajić, and L. Nikolić, "Waste materials as a resource for production of cmc superabsorbent hydrogel for sustainable agriculture," *Polymers*, vol. 13, no. 23, p. 4115, 2021.
- [6] T. K. Hoe, "Utilization of oil palm fruits mesocarp fibres waste as growing media for banana tissue culture seedling in Malaysia," *Journal of Advanced Agricultural Technologies*, vol. 1, no. 1, 2014.
- [7] N. F. A.-Z. Tuan Mohamood, A. H. Abdul Halim, and N. Zainuddin, "Carboxymethyl cellulose hydrogel from biomass waste of oil palm empty fruit bunch using calcium chloride as crosslinking agent," *Polymers*, vol. 13, no. 23, p. 4056, 2021.
- [8] D. Mboowa, "A review of the traditional pulping methods and the recent improvements in the pulping processes," *Biomass Conversion and Biorefinery*, vol. 14, no. 1, pp. 1-12, 2024.
- [9] E. Brännvall and C. Aulin, "CNFs from softwood pulp fibers containing hemicellulose and lignin," *Cellulose*, vol. 29, no. 9, pp. 4961-4976, 2022.
- [10] S. H. Zainal, N. H. Mohd, N. Suhaili, F. H. Anuar, A. M. Lazim, and R. Othaman, "Preparation of cellulose-based hydrogel: A review," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 10, pp. 935-952, 2021.
- [11] A. B.Pitaloka A. S. Rukmana, and T. Y. Nur'afiani, "Synthesis and characterization

- of carboxy methyl cellulose-based hydrogel cross-linked with citric acid," *World Chemical Engineering Journal*, vol. 5, no. 1, pp. 007-011, 2021.
- [12] T. I. Sari, P. Susmanto, M. H. Dahlan, N. I. Kamega, and A. Pratiwi, "Pembuatan hidrogel berbasis Polivinil Alkohol (PVA)/Karboksimetil Selulosa (CMC)/minyak atsiri serai menggunakan metode chemical crosslinked," *Jurnal Integrasi Proses*, vol. 13, no. 1, pp. 43-51, 2024.
- [13] N. M. Kanafi, N. A. Rahman, and N. H. Rosdi, "Citric acid cross-linking of highly porous carboxymethyl cellulose/poly(ethylene oxide) composite hydrogel films for controlled release applications," *Materials Today: Proceedings*, 7, pp. 721–731, 201