

**PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI
NANOSELULOSA MENGGUNAKAN SERAT KULIT NANAS**

(Skripsi)

Oleh

ROSANTI SITO HANG



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRAK

PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA MENGGUNAKAN SERAT KULIT NANAS

Oleh

Rosanti Sitohang

Telah dilakukan pembuatan nanoselulosa dengan metode hidrolisis asam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui variasi H₂SO₄ terhadap sintesis dan karakterisasi nanoselulosa pada serat kulit nanas dan terhadap struktur kristal dan morfologi permukaan pada serat kulit nanas. Variasi H₂SO₄ yang digunakan adalah 5, 10, 15 dan 20%. Karakterisasi yang digunakan yaitu XRD mengetahui fasa kristal pada sampel dan SEM untuk mengetahui bentuk morfologi pada sampel. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa ukuran kristalit yang dihasilkan sudah memenuhi ukuran yang sesuai dengan nilai 2,03 – 2,21 nm. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa gambar tidak berpori dan menggumpal.

Kata kunci : H₂SO₄, Hirolisis asam, Kulit nanas, Nanoselulosa

ABSTRACT

EFFECT OF VARIATION OF H₂SO₄ ON THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NANOCELLULOSE USING PINEAPPLE PEEL FIBER

By

ROSANTI SITO HANG

The manufacture of nanocellulose with acid hydrolysis method has been carried out. This study aims to determine the variation of H₂SO₄ on the synthesis and characterization of nanocellulose in pineapple peel fibers and on the crystal structure and surface morphology of pineapple peel fibers. The variations of H₂SO₄ used were 5, 10, 15 and 20%. The characterization used is XRD to determine the crystal phase in the sample and SEM to determine the morphology of the sample. The results of XRD characterization show that the size of the resulting crystallite has met the appropriate size with a value of 2.03 – 2.21 nm. The results of SEM characterization show that the image is not porous and lumpy.

Keywords: *Pineapple skin, nanocellulose, acid hidrolisis, H₂SO₄.*

**PENGARUH VARIASI H₂SO₄ TERHADAP SINTESIS DAN
KARAKTERISASI NANOSELULOSA MENGGUNAKAN SERAT KULIT
NANAS**

Oleh

ROSANTI SITOANG

SKRIPSI

**Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Fisika
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lampung**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

Judul Skripsi : **PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA MENGGUNAKAN SERAT KULIT NANAS**

Nama Mahasiswa : **Rosanti Sitohang**

Nomor Pokok Mahasiswa : **1817041034**


Jurusan : **Fisika**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

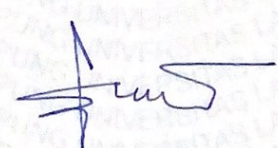


1. Komisi Pembimbing


Prof. Posman Manurung, M. Si., Ph.D.
NIP 19590308 199103 1 001


Sri Wahyu Suciwati, S.Si., M.Si.
NIP 19710829 199703 2 001

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

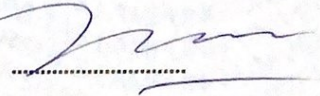

Gurum Ahmad Fauzi, S.Si., M.T.
NIP 19801010 200501 1 002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

Ketua

: **Prof. Posman Manurung, M. Si., Ph.D.**



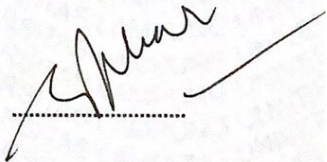
Sekretaris

: **Sri Wahyu Suciati S.Si., M.Si.**



Penguji

Bukan Pembimbing : **Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Surtpto Dwi Yuwono, S.Si., M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 07 November 2022

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain, dan sepengetahuan saya tidak ada karya yang atau terdapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 07 November 2022



Rosanti Sitohang
1817041034

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah dilakukan orang lain, dan sepengetahuan saya tidak ada karya yang atau terdapat yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selain itu, saya menyatakan pula bahwa skripsi ini dibuat oleh saya sendiri.

Apabila ada pernyataan saya yang tidak benar, maka saya bersedia dikenai sanksi sesuai dengan hukum yang berlaku.

Bandar Lampung, 07 November 2022

Rosanti Sitohang
1817041034

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Tanjung Beringin pada tanggal 11 Juli 2000. Penulis merupakan anak ketiga dari 4 bersaudara dari pasangan Bapak Harapan Sitohang dan Ibu Norma Sihaloho. Penulis ini memulai pendidikan Sekolah Dasar (SD) 030356 pada tahun 2006-2012. Kemudian melanjutkan di Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMPN 2 Sumbul pada tahun 2012-2015. Serta melanjutkan di Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMAN 1 Sumbul pada tahun 2015-2018. Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN) pada tahun 2018. Selama menjadi mahasiswa, penulis aktif dalam organisasi Himpunan Mahasiswa Fisika (HIMAFI) pada tahun 2019. Pada tahun 2021 penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di Badan Pusat Statistik (BPS) Bandar Lampung. Kemudian pada tahun 2021 juga penulis mengikuti program Kuliah Kerja Nyata (KKN) di desa Muara Putih, Kecamatan Sidosari, Kabupaten Lampung Selatan.

MOTTO

Ora Et Labora

PERSEMBAHAN

Dengan penuh rasa syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, semoga keberhasilan ini menjadi satu langkah awal untuk masa depanku, dalam meraih cita cita dan harapanku.

Kedua Orang Tuaku Tercinta, yang telah tulus dan ikhlas membesarkan, merawat dan mendidikku dengan limpahan kasih dan sayang.

Kakak dan adikku tersayang, yang selalu menghibur, memberikan dukungan, dan doa yang tanpa henti.

Sahabat dan rekan-rekan seperjuangan Fisika 2018, terimakasih untuk memori yang kita rajut setiap waktunya, atas tawa yang setiap hari kita miliki, dan atas solidaritas yang luarbiasa. Sehingga masa kuliah selama 4 tahun ini menjadi lebih berarti. Semoga saat-saat indah itu akan selalu menjadi kenangan yang paling indah.

Kepada Bapak Posman Manurung dan Ibu Sri Wahyu Suciati selaku dosen pembimbing yang baik, sabar dan bijaksana.

Serta almamaterku tercinta "UNIVERSITAS LAMPUNG"

KATA PENGANTAR

Puji syukur Penulis panjatkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberi hikmat, karunia serta rahmat-Nya sehingga Penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“PENGARUH VARIASI H₂SO₄ PADA SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA MENGGUNAKAN SERAT KULIT NANAS”** yang merupakan syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) pada KBK Material Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa dalam penyajian skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari berbagai pihak demi perbaikan dan penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi rujukan untuk penelitian selanjutnya agar lebih sempurna dan dapat memperkaya ilmu pengetahuan.

Bandar Lampung, 07 November 2022

Rosanti Sitohang

SANWACANA

Puji dan syukur penulis panjatkan atas kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena atas berkat dan rahmat-Nya masih diberikan kesempatan untuk dapat mengucapkan rasa terimakasih kepada pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini, dengan segala rasa hormat penulis ucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Posman Manurung, M.Si., Ph.D., selaku dosen pembimbing akademik dan pembimbing utama yang telah memberikan bimbingan dan arahan serta ilmunya dari awal perkuliahan sampai menyelesaikan tugas akhir ini.
2. Ibu Sri Wahyu Suciati S.Si., M.Si selaku dosen pembimbing kedua yang telah memberikan bimbingan dan motivasi sehingga skripsi ini menjadi lebih baik sampai akhir penulisan.
3. Bapak Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si., selaku penguji utama pada ujian skripsi, terimakasih telah mengoreksi kekurangan dan memberikan kritik serta saran selama penulisan skripsi ini.
4. Bapak Gurum Ahmad Fauzi, S.Si., M., selaku Ketua Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

5. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, S.Si., M.T., Selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
6. Untuk Ayah, Ibu, Kakak dan Adikku tersayang, terimakasih atas segala do'a, dukungan, semangat serta kasih sayang yang telah kalian berikan kepada penulis.
7. Terimakasih kepada teman seperjuangan Dilla, Sebi, Mega, Munir, Eza , Tiara dan Lapet *Family* serta Ka Sry, Ka Myranda, Ka Pebri, Ka Bintang, Tetty, Eva, Keluarga Pondok Indah dan Keluarga Puri Agung yang telah mendoakan, mendukung serta menyemangati.
8. Terimakasih kepada rekan-rekan Fisika 2018 yang telah memberikan semangat hingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini.

Bandar Lampung, 07 November 2022

Rosanti Sitohang

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	ii
PERNYATAAN	ii
RIWAYAT HIDUP	iii
MOTTO	iv
PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
SANWACANA	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
I. PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	4
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	4
1.5. Batasan Masalah	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Selulosa	6
2.2. Nanoselulosa	7
2.3. Nanas.....	9
2.4. X-Ray Diffraction (XRD)	11
2.5. Scanning Electron Microscopy (SEM)	16
2.6. Nanopartikel.....	20

III. METODE PENELITIAN	22
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	22
3.2. Alat dan bahan	22
3.3. Prosedur Penelitian	23
3.3.1. Preparasi Sampel Kulit Buah Nanas.	24
3.3.2. Isolasi Selulosa.....	24
3.3.3. <i>Bleaching</i>	24
3.3.4. Isolasi Nanoselulosa.....	25
3.3.5. Karakterisasi.....	25
3.4. Diagram Alir Penelitian	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	30
4.1. Preparasi Sampel.....	30
4.2. Hasil Pembuatan Nanoselulosa.....	31
4.2.1. Hasil Karakterisasi	34
A. Karakterisasi XRD.....	34
a. Hasil Analisis Kualitatif XRD Nanoselulosa.....	34
b. Hasil Analisis Kuantitatif XRD Nanoselulosa.....	36
B. Karakterisasi SEM.....	41
Rangkuman	43
V. KESIMPULAN.....	44
5.1. Kesimpulan.....	44
5.2. Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA	38

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2. 1. Struktur Selulosa (Pushpamalar, 2006)	6
Gambar 2. 2. Hidrolisis asam selulosa menjadi nanoselulosa	8
Gambar 2. 3. Buah Nanas	10
Gambar 2. 4. Skema tabung pesawat sinar- X.....	12
Gambar 2. 5. Contoh hasil XRD nanoselulosa nanas	16
Gambar 2. 6. Skema kerja alat SEM	17
Gambar 2. 7. Skema interaksi antara bahan elektron dalam SEM	18
Gambar 2. 8. Pola hasil SEM nanoselulosa limbah koran	19
Gambar 3. 1. Diagram alir preparasi nanoselulosa kulit nanas	26
Gambar 3. 2. Diagram alir isolasi selulosa.....	27
Gambar 3. 3. Diagram alir bleaching.	28
Gambar 3. 4. Diagram alir isolasi nanoselulosa	29
Gambar 4. 1. Hasil preparasi sampel.....	30
Gambar 4. 2. Hasil isolasi selulosa.....	31
Gambar 4. 3. Hasil bleaching	32
Gambar 4. 4. Hasil isolasi nanoselulosa	33
Gambar 4. 5. Hasil XRD Nanoselulosa dalam bentuk difaktogram untuk sampel 5, 10, 15 dan 20%	35
Gambar 4. 6. Hasil penghalusan nanoselulosa 5%	36
Gambar 4. 7. Hasil penghalusan nanoselulosa 10%	37
Gambar 4. 8. Hasil penghalusan nanoselulosa 15%	37
Gambar 4. 9. Hasil penghalusan nanoselulosa 20%	38
Gambar 4. 10. Hasil karakterisasi SEM nanoselulosa kulit nanas	42

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2. 1. Komposisi lignin dalam kulit nanas	10
Tabel 3. 1. Bahan.....	22
Tabel 3. 2. Alat.....	23
Tabel 4. 1. Ukuran kristalit nanoselulosa	38
Tabel 4. 2. Tabel indeks kristalinitas nanoselulosa	39
Tabel 4. 3. Parameter <i>refinement</i> data XRD nanoselulosa.....	40
Tabel 4. 4. Parameter sel nanoselulosa fasa I α	41
Tabel 4. 5. Parameter sel nanoselulosa fasa I β	41

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Nanas adalah tanaman buah umum yang merupakan sumber kaya dari banyak nutrisi tanaman yang diakui sebagai komponen penting dari diet Mediterania tetapi juga digunakan untuk mengobati dan mencegah sejumlah penyakit, termasuk kanker, penyakit jantung koroner (Nassr dan Naser, 2018). Nanas *Ananas comosus* (L.) Merr. Famili: Bromeliaceae adalah salah satu tanaman buah komersial terpenting di dunia. Nanas merupakan buah tropis terpenting ketiga di dunia setelah pisang dan jeruk. Nanas dikonsumsi atau disajikan segar, dimasak, dijus dan dapat diawetkan. Buah ini sangat mudah rusak dan musiman (Hossain *et al.*, 2015). Dalam nanas terdapat kandungan serat sebesar 1,4 gram dan air sebesar 86,37 gram tiap 100 gram daging buah nanas. Nanas merupakan buah yang mempunyai kandungan sangat kompleks, dengan khasiat yang beraneka ragam. Buah nanas juga mengandung enzim bromelin yang dapat menekan pertumbuhan bakteri pembentuk plak (Embisa *et al.*, 2016).

Semakin meningkatnya produksi nanas, maka limbah yang dihasilkan juga semakin meningkat. Sehingga pemanfaatan limbah kulit nanas belum optimal digunakan bahkan masih banyak yang terbuang sia-sia di pinggiran jalan yang dapat mengganggu pemandangan. Limbah kulit nanas biasanya hanya digunakan sebagai bahan pakan ternak (Syauqi dan Inasari, 2020). Di era saat ini banyak

peneliti yang menggunakan kulit nanas sebagai bahan riset untuk mengetahui khasiat nanas dalam bidang kesehatan dengan tujuan menyembuhkan beberapa penyakit yang dialami banyak orang baik penyakit biasa maupun mematikan.

Selulosa merupakan senyawa organik penyusun utama dinding sel tumbuhan. Selulosa adalah senyawa organik yang paling umum di bumi. Sekitar 33% dari semua materi tanaman adalah selulosa (Klemm, 1998). Ini terdiri dari rantai panjang unit anhydro-D-glucopyranose (AGU) dengan setiap molekul selulosa memiliki tiga gugus hidroksil per AGU, dengan pengecualian ujung terminal. Selulosa inilah yang akan membentuk nanoselulosa. Nanoselulosa merupakan selulosa yang memiliki ukuran diameter dalam nanometer (2–20 nm) dan panjangnya antara ratusan sampai ribuan nanometer, termasuk nanokomposit yang ringan dan memiliki kekuatan besar dengan biaya yang cukup rendah. Nanoselulosa yang dibuat dalam bentuk biofilm memiliki sifat fisik dan sifat mekanis yang kurang baik yaitu rapuh, kaku dan kuat tariknya lemah (Iriani *et al*, 2015).

Selulosa merupakan bahan baku yang sangat berlimpah, rendah polusi, dan merupakan sumber karbon untuk kebutuhan bahan bakar dan bahan-bahan kimia. Hal ini menjadikan selulosa sebagai topik penelitian utama dalam perkembangan energi terbarukan yang ramah lingkungan. Selain itu, selulosa dapat dimanfaatkan untuk mendapatkan produk yang bernilai ekonomi tinggi dengan cara konversi (Huo *et al.*, 2015). Biomassa selulosa bisa dikonversi menjadi gula alkohol dan berbagai produk lain dengan beberapa proses termokimia penguapan gas, pirolisis, dan hidrolisis (Navarro *et al.*, 2009). Gula alkohol yang dimanfaatkan ini biasanya

dalam bentuk sorbitol, manitol dan xylitol (Hansen *et al.*, 2006). Dalam peningkatan sifat selulosa yang meliputi optik, modulus elastisitas, luas area dan yang lainnya, diperlukan ukuran kristalit selulosa yang kecil dalam skala nano yang biasanya dikenal dengan nanoselulosa (Peng *et al.*, 2011). Berbagai penelitian telah dilakukan untuk mengisolasi nanoselulosa baik dengan menggunakan cara mekanik atau kimia. Penggunaan hidrolisis asam kuat telah banyak dilakukan, seperti H_2SO_4 dan HBr, dengan proses sebelum perlakuan untuk penghilangan lignin dan menghilangkan hemiselulosa menggunakan senyawa alkali dan peroksida, seperti NaOH dan H_2O_2 untuk mendapatkan nanoselulosa (Rosa, *et al.* 2009; Zhang, *et al.*, 2012; Sadeghifar, *et al.*, 2011). Penelitian tentang nanoselulosa sudah banyak dilakukan dengan metode penelitian yang berbeda-beda. Salah satunya yaitu metode yang telah dilakukan oleh Arup Mandal (2011). Sintesis nanoselulosa dari α -selulosa terdiri dari empat tahap, yaitu hidrolisis asam, *centrifuge*, ultrasonikasi, dan *freezer drying*. Pada tahap hidrolisis asam, α -selulosa ditambah H_2SO_4 dan dibantu oleh proses pemanasan selama 5 jam dengan suhu $50^\circ C$ sambil diaduk.

Pada penelitian sebelumnya yaitu sintesis dan karakterisasi nanoselulosa berbahan serat nanas sebagai komponen penguat material kedokteran gigi. Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental kualitatif. Sampel penelitian berupa gel hasil sintesis nanoselulosa berbahan serat nanas yang diuji dengan menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM) untuk melihat morfologi mikrostrukturnya dan bubuk nanoselulosa yang diuji menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk melihat fasa dan kristalinitasnya. Hasil karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) memperlihatkan terbentuknya selulosa

dari olahan serat nanas, sedangkan hasil *Transmission Electron Microscope* (TEM) menunjukkan ukuran partikel selulosa dalam skala nanometer dan morfologi partikel yang berbentuk nano-whisker (Evelyna *et al.*, 2019).

1.2. Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Bagaimana pengaruh variasi H_2SO_4 terhadap sintesis nanoselulosa pada serat kulit nanas.
2. Bagaimana pengaruh variasi H_2SO_4 terhadap ukuran kristalit dan morfologi permukaan pada karakterisasi serat kulit nanas.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi H_2SO_4 terhadap sintesis nanoselulosa pada serat kulit nanas.
2. Mengetahui ukuran kristalit dan morfologi pada karakterisasi nanoselulosa serat kulit nanas.

1.4. Manfaat Penelitian

1. Sebagai bahan referensi dalam studi pengaruh variasi H_2SO_4 terhadap gugus fungsi, struktur kristal, morfologi permukaan dan unsur penyusun pada nanoselulosa kulit nanas.
2. Meningkatkan pemanfaatan nanoselulosa nanas secara optimal agar bernilai guna di bidang ilmu pengetahuan dan teknologi.

3. Menambah pengetahuan penulis dan pembaca umumnya tentang pengaruh variasi H_2SO_4 terhadap ukuran kristalit dan morfologi permukaan pada nanoselulosa kulit nanas.

1.5. Batasan Masalah

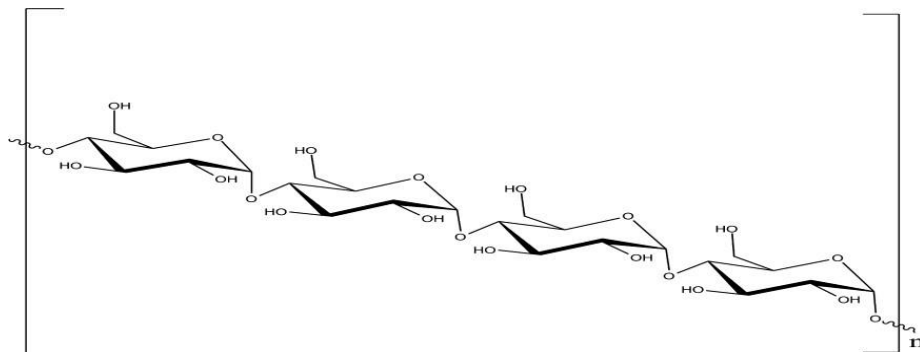
Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Nanoselulosa yang digunakan bersumber dari kulit nanas yang disintesis dengan metode hidrolisis asam.
2. Metode hidrolisis asam yang digunakan ada 4 variasi H_2SO_4 , yaitu 5, 10, 15 dan 20%.
3. Karakterisasi yang digunakan ada dua, yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy-Energi Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Selulosa

Selulosa merupakan senyawa organik dengan rumus $(C_6H_{10}O_5)_n$, sebuah polisakarida yang terdiri dari rantai linier dari beberapa ratus hingga lebih dari sepuluh ribu ikatan $\beta(1\rightarrow4)$ unit D-glukosa. Molekul lurus dengan unit glukosa rata-rata sebanyak 5000 ini beragregasi membentuk fibril yang terikat melalui ikatan hidrogen di antara gugus hidroksil pada rantai di sebelahnya. Selulosa adalah salah satu komponen utama dari ligniselulosa yang terdiri dari unit monomer D-glukosa yang terikat pada ikatan 1,4-glikosidik. Gambar 2.1 menunjukkan struktur selulosa dengan ikatan 1,4- glikosidik.



Gambar 2. 1. Struktur Selulosa (Pushpamalar, 2006)

Keberadaan selulosa dalam tidak dalam bentuk murni tetapi masih dalam bentuk lignoselulosa. Pada jaringan tumbuhan kayu, selulosa dapat ditemukan bersamaan dengan hemiselulosa, pati dan lignin. Gabungan antara selulosa, hemiselulosa, dan

lignin disebut lignoselulosa (Rowell, 2005). Selulosa merupakan polimer alam yang paling melimpah, biokompatibel, dan ramah lingkungan karena mudah terdegradasi, tidak beracun, serta dapat diperbarui. Selulosa belakangan ini digunakan sebagai bahan baku alternatif dalam industri dan menyebabkan permintaan selulosa terus meningkat. Hal ini disebabkan oleh semakin berkurangnya cadangan bahan baku yang berasal dari sumber daya alam tak terbarukan.

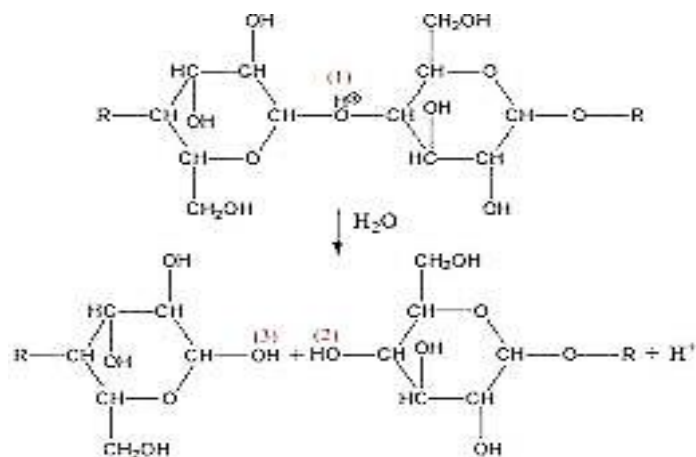
Meskipun demikian, selulosa masih belum dapat dimanfaatkan di berbagai bidang karena kesukaran dalam pemrosesan akibat adanya ikatan hidrogen dan antarmolekul yang kuat pada struktur selulosa (Song *et al.*, 2008). Selulosa termasuk polimer hidrofilik dengan tiga gugus hidroksil reaktif tiap unit hidroglukosa, tersusun atas ribuan gugus anhidroglukosa yang tersambung melalui ikatan 1,4- β -glukosida membentuk molekul berantai yang panjang dan linier. Gugus hidroksil ini telah dimanfaatkan untuk memodifikasi selulosa dengan memasukkan gugus fungsi tertentu pada selulosa melalui teknik pencangkokan (Klemm *et al.*, 1998).

2.2. Nanoselulosa

Partikel selulosa dapat mengalami perubahan ukuran dari mikrometer menjadi nanometer. Perubahan ini berupa peningkatan kristalinitas, luas permukaan, peningkatan dispersi dan biodegradasi. Dengan adanya perubahan dari selulosa menjadi nanoselulosa menyebabkan terjadinya perubahan sifat dari selulosa. Perubahan sifat dari selulosa juga mempengaruhi bentuk dari struktur nanoselulosa (Isdin, 2010). Senyawa nanoselulosa telah banyak digunakan dalam

bidang industri dan kehidupan sehari-hari. Misalnya dapat digunakan sebagai filler penguat polimer, aditif untuk produksi biodegradable, penguat membran, pengental untuk dispersi, dan media pembawa obat (Ioelovich, 2012).

Nanoselulosa dapat dibagi menjadi tiga jenis yaitu *celluloce nanocrystals* (CNC), dengan sebutan lain selulosa nanokristalin, selulosa (nano) kumis, mikrokristal selulosa seperti batang, *celluloce nanofibril* (CNF), dengan sinonim *nanocelluloce berfibrilasi* (NFC), selulosa *microfibrilasi* (MFC), serat nano selulosa, dan selulosa bakteri (BC), juga disebut sebagai selulosa mikroba. Sumber untuk ekstraksi CNC dan CNF adalah kayu, ton, jerami gandum, bit gula, umbi kentang, kulit berry, rami, ganggang, dan tunicin (Lin dan Dufresne, 2014). Salah satu metode untuk menghasilkan nanoselulosa adalah dengan hidrolisis asam menggunakan asam kuat. Asam sulfat menjadi pilihan pelarut asam kuat untuk metode hidrolisis asam pada pembuatan nanoselulosa. Untuk hasil hidrolisis asam selulosa menjadi nanoselulosa dapat dilihat pada Gambar 2.2 berikut.



Gambar 2.2 Hidrolisis asam selulosa menjadi nanoselulosa (Juliyanto *et al*, 2017)
Hidrolisis secara kimia dengan asam sulfat (terutama HCl atau H₂SO₄). Metode

ini memberikan hasil yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan hidrolisis enzim, namun memerlukan investasi modal yang lebih tinggi, karena bahan yang lebih mahal untuk reaktor, tangki, dan perpipaan (Zain *et al.*, 2015). Beberapa teknik untuk mengembangkan selulosa menjadi nanoselulosa diantaranya dengan hidrolisis asam, hidrolisis enzimatis, dan proses mekanis.

Prinsip dari pembuatan nanoselulosa sendiri terbagi menjadi tiga tahap diantaranya isolasi selulosa dari lignoselulosa dengan memisahkan selulosa dari lignin dan hemiselulosa melalui proses delignifikasi dengan larutan NaOH. Kemudian proses *bleaching* dengan agen oksidator dan terakhir konstruksi selulosa ukuran makro menjadi nano dengan berbagai macam teknik yang telah disebutkan untuk mengembangkan selulosa menjadi nanoselulosa tersebut (Cherian *et al.*, 2010). Metode hidrolisis asam merupakan metode yang paling efisien karena murah dan cepat. Asam yang digunakan yaitu H₂SO₄, HCl, asam asetat anhidrat. Hidrolisis menggunakan H₂SO₄ akan menghasilkan nanoselulosa dengan derajat kristalinitas yang tinggi sedangkan apabila menggunakan HCl akan menghasilkan derajat kristalinitas yang rendah. Nanoselulosa dengan derajat kristalinitas yang rendah sangat cocok digunakan dalam bidang biomedika khususnya *drug delivery* (Ohwoavworhua & Adedokun, 2007).

2.3. Nanas

Indonesia dikenal sebagai negara penghasil nanas terbesar kelima di dunia setelah Thailand, Costa Rica, Brazil, Filipina (UNCTAD, 2016) dan provinsi Lampung sendiri memberikan kontribusi terbesar terhadap produksi nanas di Indonesia. Faktor pendukung hal tersebut juga karena negara Indonesia memiliki tanah yang

subur dan luas. Varietas utama yang terdapat di Indonesia yaitu Smooth Cayenne atau yang lebih dikenal sebagai nanas Madu dan Queen (Hadiati dan Indriani, 2009). Berikut untuk nanas dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2. 3. Buah Nanas

Nanas atau dengan bahasa latinnya *ananas comosus* merupakan salah satu jenis buah yang cukup diminati oleh masyarakat, baik lokal maupun dunia. Nanas memiliki varian rasa asam manis dan bagian-bagian yang bersifat buangan antara lain adalah kulit yang memiliki tekstur yang cukup keras, tidak rata dan berduri kecil pada permukaan luarnya. Kulit nanas hanya dibuang begitu saja sebagai limbah, padahal kulit nanas mengandung vitamin C, karotenoid dan flavonoid (Erukainure *et al.*, 2010). Pada penelitian yang dilakukan oleh Cesar dan Fitri (2016) kulit nanas memiliki beberapa komposisi lignin yang dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2. 1. Komposisi lignin dalam kulit nanas

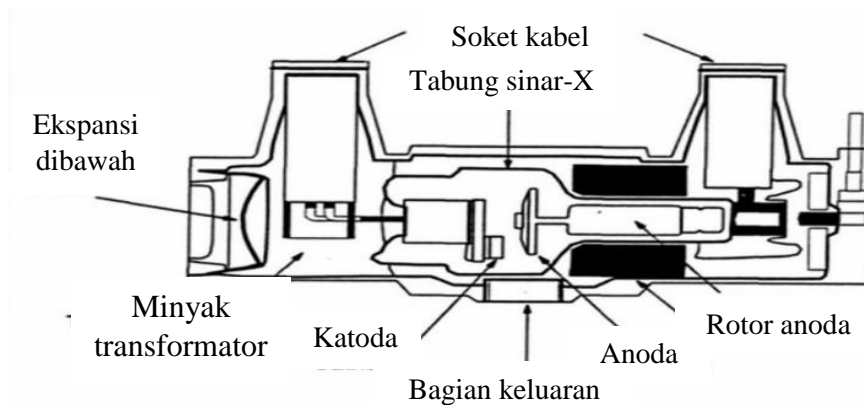
No	Kandungan Gizi	Jumlah (%)
1	Karbohidrat	17,53
2	Protein	4,41
3	Gula Reduksi	13,65
4	Kadar Air	81,72
5	Serat Kasar	20,87

Beberapa kandungan ini diteliti dengan tujuan untuk membuat bioetanol. Larutan kulit nanas yang telah dihidrolisa merupakan gula reduksi. Salah satu yang berpengaruh terhadap kadar etanol yang dihasilkan dalam fermentasi adalah gula reduksi. Semakin besar konsentrasi glukosa yang dihasilkan, maka semakin banyak pula glukosa yang dapat diubah menjadi etanol. Sejumlah kandungan lainnya seperti fitokimia fenolik seperti asam fenolik, flavonoid, tanin, lignin dan non fenolik seperti karotenoid dan vitamin C yang memiliki kemampuan sebagai antioksidan dan antikarsinogenik (Shahidi dan Naczk, 1995). Selain terdapat kandungan lignin dalam kulit nanas terdapat juga kandunga selulosa dalam daun nanas. Menurut Norman (1937) terdapat 62%- 79% selulosa dalam serat daun nanas, sedangkan dalam Hidayat (2008), menyebutkan bahwa serat daun nanas mengandung 69,5%-71,5% selulosa. Menurut Kirby (1963), secara kimiawi, semua serat yang berasal dari tumbuhan, unsur utama yang ada dalam serat adalah selulosa, walaupun terdapat juga unsur lain seperti hemiselulosa, pektin, lignin dan zat- zat lainnya. Kandungan selulosa yang tinggi dalam daun mahkota nanas ini diharapkan dapat dijadikan alternatif baru sebagai bioadsorben logam berat tembaga (Cu) dalam pengelolaan limbah cair yang lebih ekonomis dan ramah lingkungan (Keon *et al.*, 2018).

2.4. X-Ray Diffraction (XRD)

Pada dasarnya, XRD merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan paling banyak digunakan saat ini. Teknik ini digunakan untuk mengetahui fasa kristalin dalam suatu material dengan cara menentukan parameter kisi serta untuk mendapatkan ukurannya, juga untuk mengidentifikasi struktur, ukuran butir, unsur dan parameter kisi suatu kristal (Cullity, 2010). Difraktometer

sinar-X merupakan instrumen yang digunakan untuk mengidentifikasi cuplikan berupa kristal dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Hamburan sinar-X berasal dari atom-atom yang membentuk bidang kisi kristal dari material yang diamati (Cullity, 1977). Ketika sinar-X dipancarkan pada material, akan terjadi interaksi antara elektron dalam atom. Seperti yang terlihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2. 4. Skema tabung pesawat sinar- X (<https://images.app.goo.gl/jASxi kbr4yGeQeq8>)

Sinar-X memiliki tabung pesawat yang dibuat hampa udara agar elektron yang berasal dari filamen tidak terhalang oleh molekul udara sewaktu menuju ke anoda. Filamen yang dipanasi oleh arus listrik sebagai sumber elektron. Semakin besar arus filamen, maka semakin tinggi suhu filamen dan berakibat makin banyak elektron dibebaskan persatuan waktu (Kane, 2005).

Sinar-X menghasilkan pola difraksi tertentu untuk analisis kualitatif dan kuantitatif suatu material. Saat material dikenai sinar-X, maka intensitas sinar yang ditransmisikan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Hal ini dikarenakan adanya penyerapan oleh material dan penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihamburkan tersebut ada yang saling

menghilangkan karena berbeda fasa juga ada yang saling menggunakan karena fasanya sama yang kemudian disebut dengan berkas difraksi (Cullity, 1978).

Hasil karakterisasi XRD berupa grafik difraktogram yang merupakan output dalam bentuk grafik antara 2θ (*diffraction angle*) pada sumbu-x dan intensitas pada sumbu-y. Intensitas sinar-X yang didifraksikan secara terus menerus direkam sebagai contoh dan detektor berputar melalui sudut masing-masing. Sebuah puncak dalam intensitas terjadi apabila mineral yang berisi kisi-kisi dengan *d-spacings* sama halnya dengan difraksi sinar-X pada nilai sudut θ . Selain itu, masing-masing puncak terdiri atas dua pemantulan yang terpisah ($K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$). Pada nilai yang kecil dari 2θ adalah suatu sudut antara sinar datang dan sinar pantul. Intensitas adalah jumlah banyaknya sinar-X yang didifraksikan oleh kisi-kisi kristal. Kisi tersebut dibentuk oleh atom-atom penyusun kristal, apabila tidak terdapat atom-atom yang menyusun suatu bidang kisi pada kristal, sinar-X yang datang tidak dapat didifraksikan (Cullity, 1978).

Jika sinar-X dengan panjang gelombang (λ) diarahkan pada permukaan kristal dengan sudut θ , maka sinar tersebut dihamburkan oleh bidang kristal. Sinar tersebut ada yang berada dalam satu fasa dan saling menguatkan serta tidak sefasa dan saling meniadakan. Adapun persamaan dari Hukum Bragg sendiri dapat dilihat pada persamaan 1 (Cullity, 1978).

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

dengan

d = jarak antar bidang dalam kristal

θ = Sudut difraksi

n = orde difraksi (0,1,2,3,...)

λ = panjang gelombang

Dimana d adalah jarak antar bidang dalam kristal, Θ adalah sudut difraksi, n adalah orde difraksi (0,1,2,3,...) dan λ adalah panjang gelombang (Cullity, 1978). Hasil analisis dengan XRD adalah berupa difraktogram yang berupa susunan garis atau puncak dengan intensitas dan posisi berbeda-beda yang spesifik pada material yang dianalisis. Tiap fase kristalin mempunyai susunan difraktogram yang karakteristik, maka dapat digunakan sebagai sidik jari untuk uji identifikasi. Penentuan kesesuaian struktur kristal yang terbentuk dilakukan dengan mencocokkan setiap puncak yang muncul pada difraktogram pada nilai sudut 2θ dan d tertentu hasil analisis dengan data dari JCPDS (*Joint Committee Powder Diffraction Standar*) sehingga diperoleh informasi orientasi bidang kristal yang terbentuk.

Jika semua orientasi bidang kristal teridentifikasi dipastikan struktur kristal terdapat kesesuaian. Difraksi sinar X dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal (*crystallite size*) dengan fase tertentu (Cullity, 1977). Hukum Bragg dapat digunakan untuk menentukan parameter sel Kristal. Sedangkan untuk menentukan struktur Kristal menggunakan metode komputasi kristalografik.

Keunggulan metode difraksi sinar-X adalah difraktogram yang spesifik terhadap komposisi kimia dan struktur Kristal material, artinya material yang mengandung komposisi kimia sama namun fasa strukturnya berbeda atau komposisi berbeda namun fasa struktur sama menghasilkan pola difraktogram yang berbeda sehingga

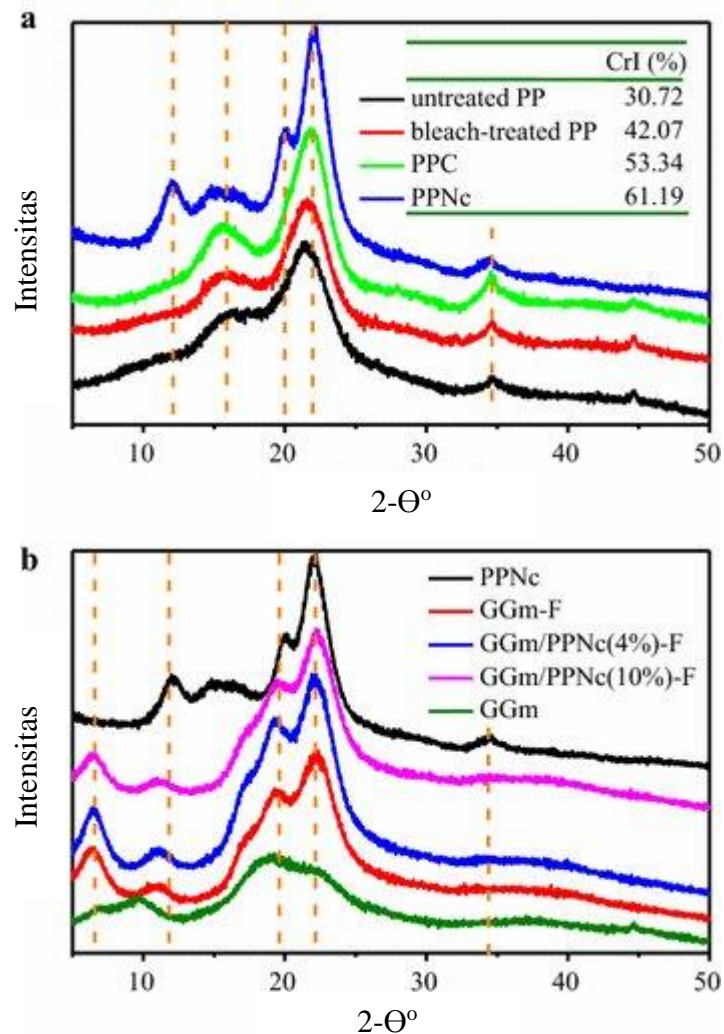
dapat diidentifikasi. Oleh karena itu difraksi sinar-X dapat digunakan untuk mengidentifikasi material polimorf. Hasil XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dengan menggunakan persamaan Scherrer.

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

Dengan D adalah ukuran partikel (nm), k adalah konstanta (0.94), β adalah lebar penuh pada setengah intensitas maksimum atau *full width at half maximum* (FWHM), λ adalah panjang gelombang sinar-X (nm) dan θ adalah sudut hamburan pada puncak difraksi terjadi ($^{\circ}$). Sementara itu, perhitungan puncak kristalinitas dilakukan dengan metode Segal *et al* guna menghitung indeks kristalinitas (*CrI*) dari selulosa. Segal mendapatkan bahwa area kristalin berada di kisi (002), dengan $2\theta \approx 21,5^{\circ}$. Sementara area amorfus berada di antara kisi (002) dengan (101), di mana kisi (101) berada di nilai $2\theta \approx 15^{\circ}$. Nilai indeks kristalinitas didapat dari rasio antara puncak kristalin ($I_{002} - I_{am}$) dengan total intensitas (I_{002}) dari spektra XRD setelah dilakukan dekonvolusi.

$$CrI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \cdot 100\% \quad (3)$$

Dimana I_{am} adalah intensitas hamburan amorfus. Intensitas hamburan kristalin terletak pada kisi (002) dan memiliki sudut difraksi 2θ sekitar 22° (Segal, 1959). Berikut merupakan contoh hasil XRD nanoselulosa nanas dapat dilihat pada Gambar 2.5.



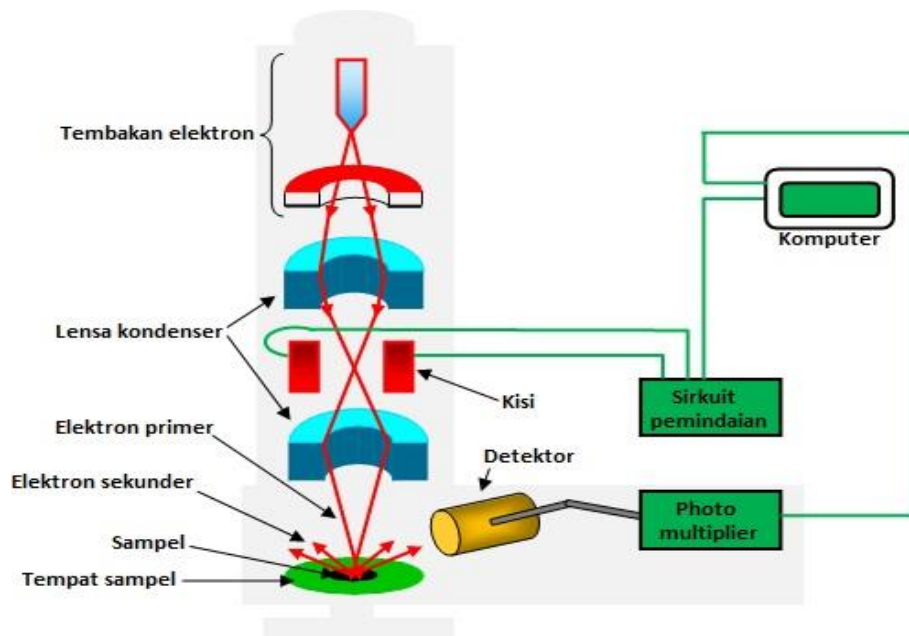
Gambar 2. 5. Contoh hasil XRD nanoselulosa nanas (Dai *et al.*, 2018)

2.5. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM merupakan mikroskop yang menggunakan elektron sebagai pemindai untuk menggantikan cahaya dalam membentuk sebuah gambar. SEM memiliki banyak keuntungan melebihi mikroskop biasa, yaitu mempunyai bidang pengukuran lebar sehingga dapat membuat sampel fokus pada suatu waktu. Aplikasi utama dari SEM adalah untuk melihat material menggunakan perbesaran yang maksimum dan memberikan informasi tentang ukuran, bentuk dan komposisi dari permukaan padatan. Metode pengoperasian SEM dilengkapi dengan instrumen *Energy Dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra X-R. Instrumen SEM yang

dilengkapi dengan detektor EDX, sangat berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (Syed, 2017).

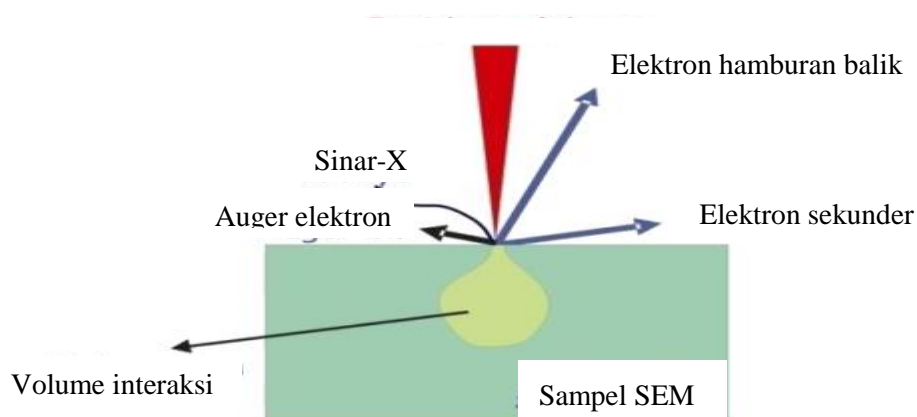
SEM merupakan perkembangan dari mikroskop optik (maksimum perbesaran 1000x) sehingga dapat mencapai perbesaran maksimum sampai 150.000x (tergantung pada kondisi sampel sampel uji dan SEM pada saat itu). Komponen dasar peralatan SEM terdiri dari empat sistem utama, yaitu sistem penembak elektron yang menghasilkan elektron dengan jumlah tertentu, sistem lensa berupa medan elektromagnetik yang memfokuskan berkas elektron pada permukaan sampel, sistem pelarikan yang membentuk bayangan dengan prinsip pelarikan (*scanning*) dan sistem deteksi yang memanfaatkan elektron sekunder dan elektron terhambur balik. Sampel yang akan dikarakterisasi dengan SEM harus mempunyai permukaan yang relatif rata dan halus (Johan, 2009). Untuk skema alat kerja SEM dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2. 6. Skema kerja alat SEM (Reed, 1993)

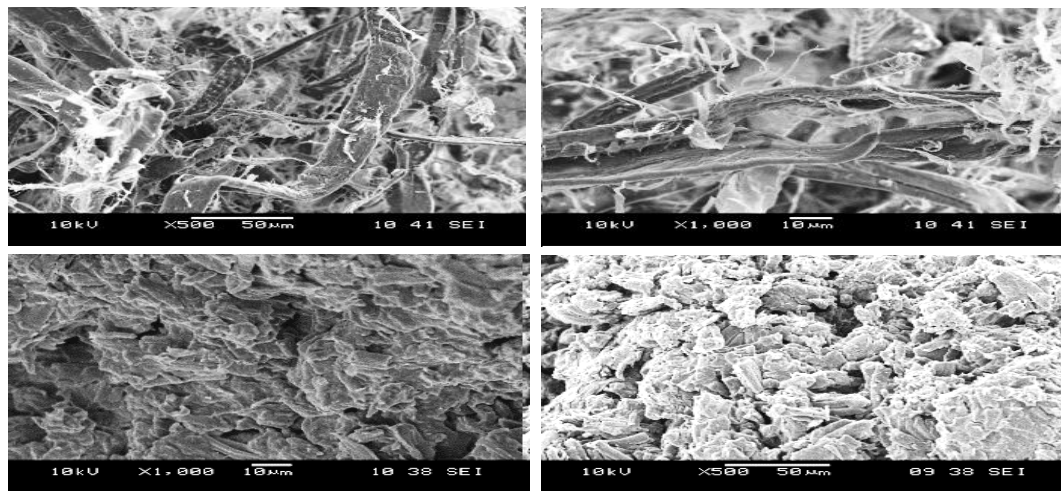
Sumber elektron dalam SEM bersumber dari elektron yang dipercepat dengan medan listrik yang tinggi, kemudian akan membentuk lintasan ke arah spesimen yang akan diuji. Lokasi pada spesimen yang akan dianalisis kemudian diradiasi dengan berkas elektron yang telah difokuskan. Berkas elektron yang menumbuk spesimen uji akan menghasilkan sinyal-sinyal yang ditangkap detektor. Kemudian, sinyal diperkuat dengan *amplifier* yang dihubungkan dengan monitor untuk diproses sehingga menghasilkan gambaran mikroskopik dari spesimen yang diuji (Smith, 1990).

Ketika berkas elektron di *scan* pada permukaan sampel, terjadi interaksi antara elektron dengan atom-atom di permukaan maupun di bawah permukaan sampel. Akibat adanya interaksi tersebut, sebagian elektron keluar, elektron-elektron tersebut disebut dengan *Backscattered Electrons* (BSE) dan sebagian kecil elektron masuk ke dalam bahan kemudian memindahkan sebagian besar energi pada elektron atom sehingga terpelanting keluar permukaan bahan, yaitu *Secondary Electrons* (SE). Skema interaksi antara bahan elektron dalam SEM dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2. 7. Skema interaksi antara bahan elektron dalam SEM (Reed, 1993).

Elektron-elektron BSE ini membawa informasi tentang atom-atom yang ditumbuknya beserta ikatannya dalam fasa. Sehingga kontras pada *image* yang terbentuk dari elektron-elektron BSE dalam batas-batas tertentu dapat dipandang sebagai kontras fasa (Ross, Jacqui 2009). Adapun contoh hasil karakterisasi SEM dari penelitian tentang pembuatan nanoselulosa dari limbah koran terlihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2. 8. Pola hasil SEM nanoselulosa limbah koran (Zaki et al, 2018)

Karakterisasi nanoselulosa menggunakan scanning electron microscopy (SEM). Pemindaian mikroskop digunakan untuk mempelajari morfologi permukaan nanoselulosa. Kekasaran permukaan yang ditunjukkan pada gambar menunjukkan penghapusan bahan penyemenan. Selanjutnya penggilingan mekanis meningkatkan luas permukaan dan memfasilitasi kemudahan akses ke asam ke bagian interior serat. Dari gambar SEM nanoselulosa terlihat jelas adanya penyempurnaan struktur fibrilar yang terkait dengan pengurangan lebih lanjut dalam diameternya (Zaki *et al.*, 2018).

2.6. Nanopartikel

Pemanfaatan material nanopartikel kini tidak hanya di bidang farmasi maupun bioteknologi (Jahanshahi dan Babaei, 2008). Namun juga memiliki peran penting dalam bidang material konduktor, elektronik, sensor, serta berbagai teknologi lain dalam penanganan pencemaran lingkungan. Suatu material dapat dinyatakan sebagai nanopartikel apabila mempunyai rentang ukuran dari 1 hingga 100 nm (Sietsma *et al.*, 2007). Material nanopartikel secara luas telah banyak menarik perhatian para peneliti. Hal ini dikarenakan material nanopartikel memiliki ukuran partikel yang sangat kecil dan sifat permukaannya dapat dengan mudah diatur dan diubah sesuai pemanfaatannya.

Nanomaterial merupakan suatu pondasi nanosains dan nanoteknologi yang memiliki potensi untuk merevolusi cara di mana bahan dan produk yang berdampak komersial yang signifikan dimasa mendatang dalam dunia teknologi seperti elektronik, kedokteran dan bidang lainnya (Alagarasi, 2011). Nanopartikel didefinisikan sebagai partikulat yang terdispersi atau partikel-partikel padatan dengan ukuran partikel berkisar 10 –100 nm (Mohanraj and Chen, 2006, Sietsma *et al.*, 2007). Preparasi material nanopartikel juga menunjukkan potensi dalam bidang katalis. Hal ini dikarenakan suatu material nanopartikel memiliki luas area permukaan yang cukup tinggi dan rasio atom-atomnya dapat menyebar merata pada permukaan serta dapat meningkatkan stabilitas termal. Hal ini menguntungkan terjadinya transfer massa di dalam pori-pori akan memberikan kemudahan reaktan untuk dapat berdifusi sampai masuk ke dalam situs aktif dan juga menyumbangkan antar muka yang besar untuk reaksi-reaksi adsorpsi dan katalitik (Widegren *et al.*, 2003).

Dalam bidang katalis telah banyak peneliti yang mampu menghasilkan nanokatalis dengan metode nanopartikel yang umum digunakan, seperti metode *combustion*, metode sintesis koloid (Soderlind, 2008), metode kopresipitasi (Kanade *et al.*, 2006) dan metode sol-gel (Ismunandar, 2006).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juni sampai dengan Agustus 2022. Tempat pelaksanaan penelitian sebagai berikut:

- a. Laboratorium Fisika Material, FMIPA Universitas Lampung untuk sintesis nanoselulosa.
- b. BATAN untuk karakterisasi SEM dan untuk karakterisasi XRD.

3.2. Alat dan bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ditunjukkan pada **Tabel 3.1.**

Tabel 3. 1. Bahan

No	Nama Bahan	Fungsi
1	Kulit Nanas	Untuk bahan dasar pembuatan nanoselulosa
2	NaOH	Larutan pengisolasi nanoselulosa dan memisahkan lignin dari selulosa.
3	<i>Aquadest</i>	Untuk membersihkan alat-alat yang dipakai dan juga sebagai campuran larutan yang digunakan
4	H ₂ O ₂	Larutan proses <i>bleaching</i>
5	H ₂ SO ₄	Larutan penyangga
6	Etanol	Larutan pembantu proses sterilisasi alat.

Sedangkan alat yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada **Tabel 3.2.**

Tabel 3. 2. Alat

No	Nama Alat	Fungsi
1	Gelas beker	Menampung larutan
2	Spatula	Mengaduk campuran larutan
3	Gelas Ukur	Mengukur volume larutan
4	Kompor Listrik	Memanaskan larutan aquades
6	Kertas pH	Megukur pH larutan
7	<i>Plastic Wrap</i>	Menutup sampel
8	<i>Ayakan/Mesh</i>	Menyaring serbuk nanoselulosa
9	<i>Oven</i>	Mengeringkan sampel nanoselulosa
10	<i>Aluminium Foil</i>	Menutup dan sebagai tempat nanoselolosa yang akan dikeringkan.
11	Mortar	Menghaluskan serbuk kering
12	Timbangan Digital	Mengukur berat sampel
13	Cawan Petri	Wadah sampel
14	<i>Waterbath</i>	Untuk memanaskan larutan yang telah diberi asam
15	Sendok Makan	Sabagai pengaduk larutan
16.	Baskom	Wadah air
17.	<i>Centrifuge</i>	Mencuci dan menetralkan larutan
18.	<i>Magnetic Bar</i>	Mengaduk larutan dalam <i>magnetic stirrer</i>
19.	Corong	Membantu memindahkan larutan ke wadah
20.	<i>Hot Plate</i>	Memanaskan campuran larutan dengan sampel.
21.	<i>Water Bath</i>	Memanaskan larutan yang telah diberi asam
22.	<i>Tissue</i>	Mengeringkan alat-alat yang digunakan
23.	Penyaring	Menyaring partikel sampel yang berukuran besar

3.3. Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan pada penelitian terbagi menjadi beberapa tahap, yaitu preparasi sampel kulit buah nanas, isolasi selulosa kulit buah nanas, *bleaching*, isolasi nanoselulosa dan analisis atau karakterisasi nanoselulosa.

3.3.1. Preparasi Sampel Kulit Buah Nanas.

Pencucian kulit buah nanas dilakukan untuk menghilangkan bau nanas yang menyengat dan membersihkan kotoran-kotoran yang melekat pada sela-sela kulit luar buah nanas. Kemudian kulit buah nanas yang sudah dicuci dipotong kecil-kecil lalu dikeringkan. Proses pengeringan dilakukan agar kulit buah nanas lebih tahan lama dan tidak cepat rusak akibat aktivasi mikroba. Setelah dikeringkan, tahap selanjutnya adalah pengecilan ukuran partikel dengan cara dimasukkan kedalam alat penyerbuk. Ukuran partikel pada bahan yang digunakan akan sangat berpengaruh dalam proses ekstraksi, yang pada akhirnya akan meningkatkan jumlah lignin dan hemiselulosa yang terbebaskan. Semakin kecil ukuran sampel, maka semakin banyak yang dapat terekstrak dan semakin tinggi selulosa yang diperoleh. Pada penelitian ini digunakan ayakan/*mesh*.

3.3.2. Isolasi Selulosa

Isolasi selulosa dilakukan dengan cara serbuk limbah kulit nanas sebanyak 5 gram diberikan larutan NaOH sebanyak 10 gram dan aquades sebanyak 50 ml kemudian dibiarkan selama 24 jam. Tujuan perlakuan ini adalah untuk memisahkan lignin dan hemiselulosa. Untuk proses menuju *bleaching*, NaOH dibuang dan serbuk kulit nanas disaring menggunakan mesh agar tidak terlalu banyak serbuk yang terbang.

3.3.3. Bleaching

Untuk proses *bleaching*, serbuk kulit nanas yang telah disaring tersebut dicampur dengan larutan H₂O₂ 10 % kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah itu larutan H₂O₂ dibuang dan dipisahkan dari serbuk kulit nanas. Kemudian, serbuk

kulit nanas yang telah disaring tersebut dicuci dengan *aquadest* hangat hingga filtratnya berubah dan pH nya netral.

3.3.4. Isolasi Nanoselulosa

Untuk proses isolasi nanoselulosa ini digunakan metode hidrolisis asam dengan menggunakan cara mengeringkan serbuk terlebih dahulu di dalam *oven* dengan suhu 50°C. Setelah serbuk kulit nanas kering, proses selanjutnya adalah mengukur berat sampel dengan menggunakan timbangan atau neraca analitik. Langkah selanjutnya, serbuk kulit nanas diberikan larutan H₂SO₄ dan *aquadest* dengan variasi konsentrasi 5, 10, 15 dan 20%. Lalu dimasak dalam *waterbath* selama 3,5 jam pada suhu 50°C. Kemudian dinetralkan dengan menggunakan *centrifuge*. Jika pH nya sudah netral, maka larutan kulit nanas disaring kembali dan hasil saringan dikeringkan menggunakan oven untuk mendapatkan berat konstan. Jika sudah tercapai, maka sampel kulit nanas dapat digerus menggunakan mortar untuk mendapatkan serbuk nanoselulosa yang diinginkan.

3.3.5. Karakterisasi

Karakterisasi merupakan proses yang dilakukan untuk mengetahui sifat fisik dan kimia dari sampel uji. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi pada sampel serbuk kulit nanas dan sesudah ekstraksi. Karakterisasi yang digunakan pada penelitian ini adalah XRD dan SEM.

A. Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD adalah proses yang dilakukan untuk mengetahui fasa kristal dari suatu sampel. Pada karakterisasi ini dimulai dengan meletakkan sampel serbuk yang telah dibuat pada tempat cuplikan dan diratakan. Kemudian sampel

dimasukkan ke dalam difraktometer yang akan menembakkan sinar-X melalui berbagai sudut hingga didapatkan data kuantitatif pada setiap sudutnya. Dan data yang dihasilkan diolah menggunakan aplikasi pengolah data.

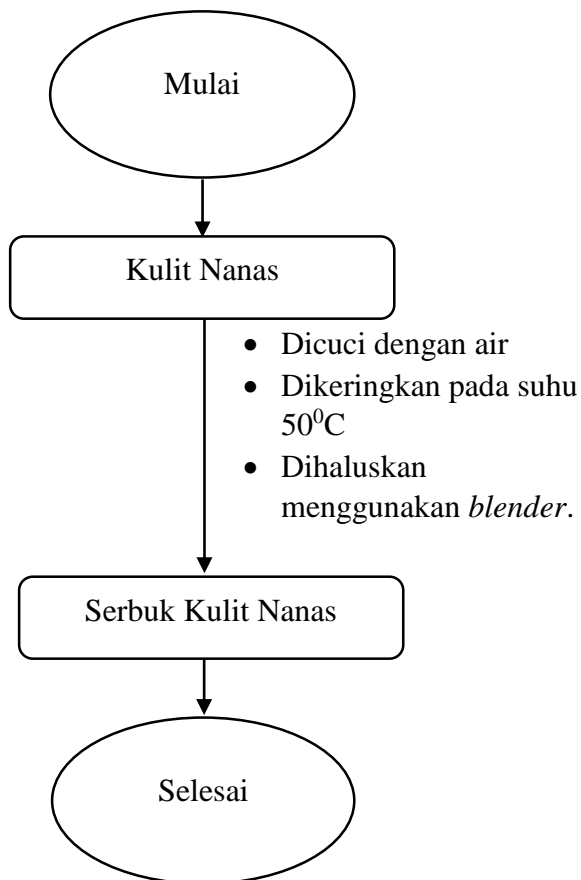
B. Karakterisasi SEM

Karakterisasi SEM adalah proses yang dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan, unsur penyusun dan ukuran partikel pada sampel kulit nanas. Analisis morfologi permukaan dan unsur penyusun dilakukan dengan teknik perbandingan data.

3.4. Diagram Alir Penelitian

a. Diagram alir preparasi nanoselulosa kulit nanas.

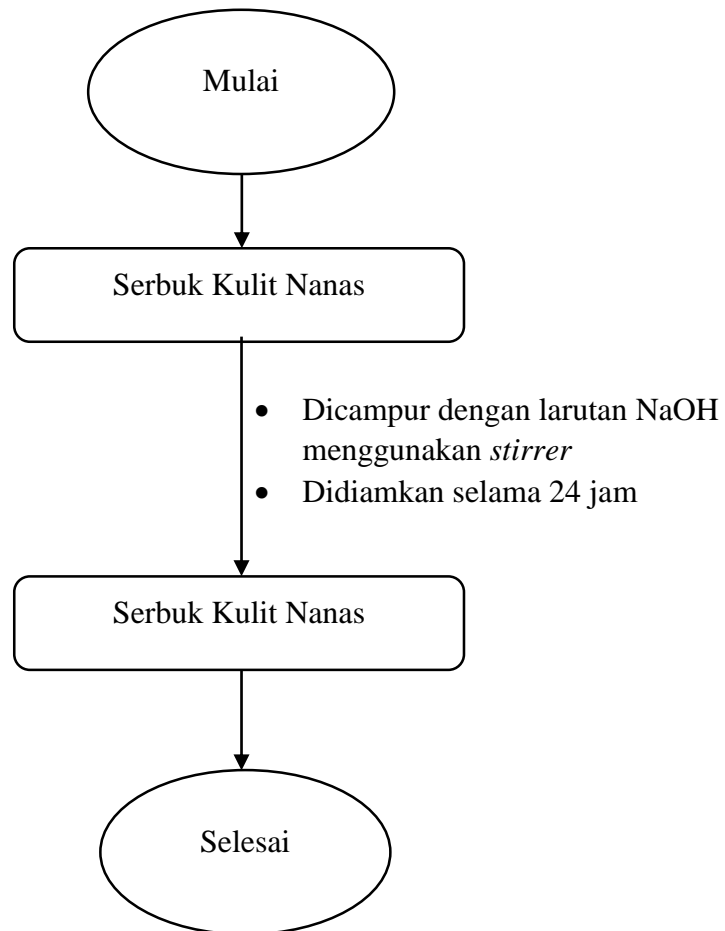
Diagram alir pada proses preparasi nanoselulosa kulit nanas dapat dilihat dari Gambar 3.1.



Gambar 3. 1. Diagram alir preparasi nanoselulosa kulit nanas

b. Isolasi Selulosa

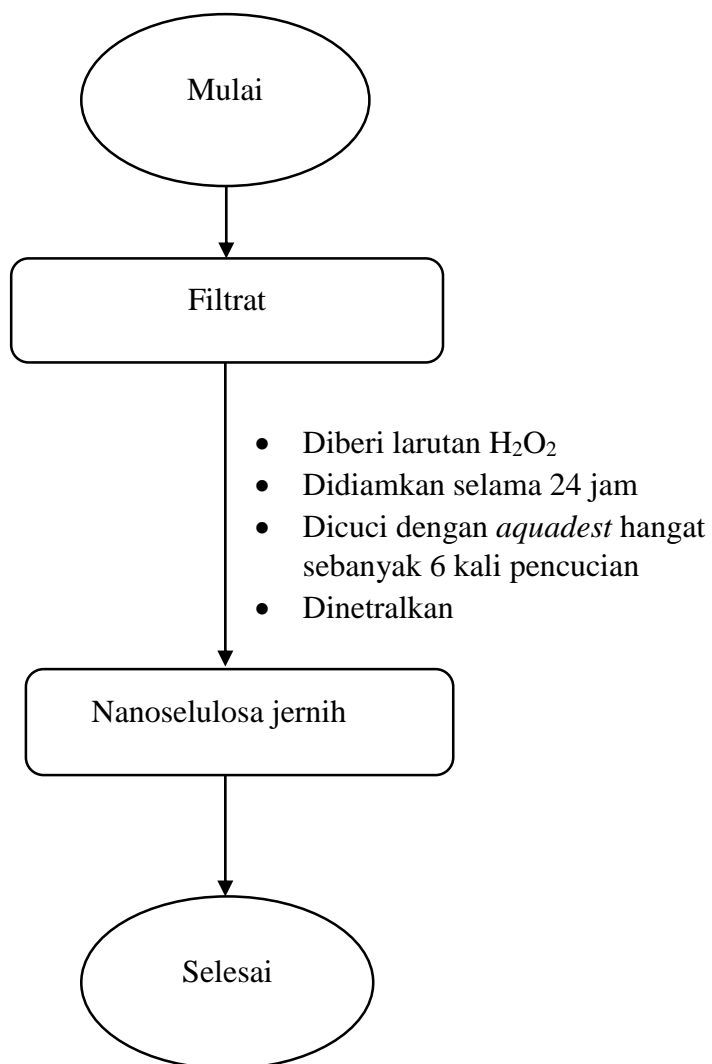
Diagram alir pada proses isolasi selulosa dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3. 2. Diagram alir isolasi selulosa

c. Bleaching

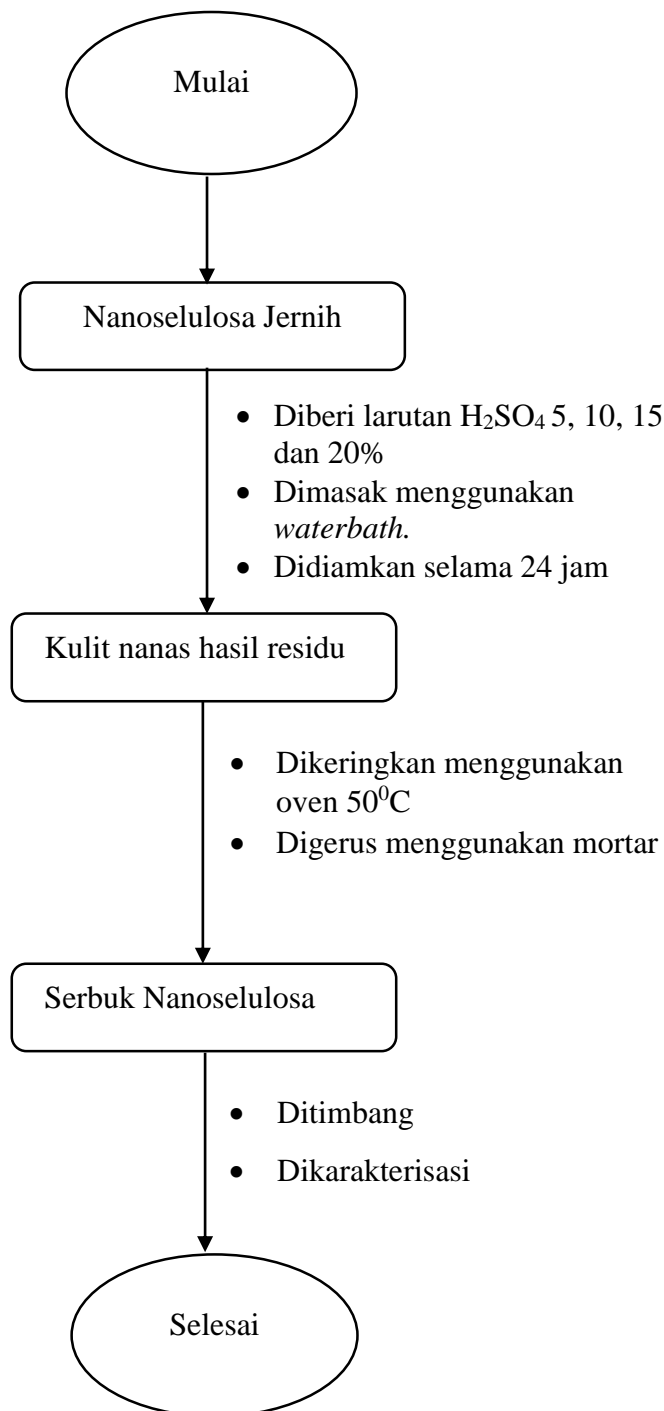
Diagram alir pada proses *bleaching* dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3. 3. Diagram alir *bleaching*.

d. Isolasi Nanoselulosa

Diagram alir pada proses isolasi selulosa dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3. 4. Diagram alir isolasi nanoselulosa

V. KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Variasi konsentrasi H_2SO_4 mempengaruhi pada indeks kristalinitas dan ukuran partikel, dimana makin tinggi konsentrasi H_2SO_4 makin tinggi indeks kristalinitas..
2. Semakin besar konsentrasi H_2SO_4 maka semakin cepat waktu hidrolisis.
3. Hasil ukuran kristalit nanoselulosa yang paling tinggi terdapat pada sampel pada konsentrasi H_2SO_4 20% dengan hasil uji XRD diperoleh nilai sebesar 2,2104 nm. Sedangkan untuk perolehan nilai paling kecil terdapat pada sampel variasi konsentrasi H_2SO_4 sebesar 10%. Nilai yang diperoleh sebesar 2,0384 nm.
4. Hasil morfologi SEM yang diterima kurang pengukuran maksimal, hal ini mengakibatkan bentuk ukuran SEM nanoselulosa berbentuk gumpalan, tidak berpori dan tidak menunjukkan serat.

5.2.Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan ini, diharapkan untuk penelitian selanjutnya dilakukan dengan menggunakan larutan asam yang lain misalnya HCl, atau dengan mengganti larutan untuk proses *bleaching*. Selanjutnya, untuk perbesaran ukuran SEM yang digunakan sebaiknya menggunakan perbesaran yang lebih maksimum, misal 15000, 20000 dan 25000 agar mendapatkan hasil yang lebih bagus. Kemudian bisa juga mengganti bahan dasar utama seperti dari bahan kayu dengan variasi yang berbeda misal variasi waktu, suhu pengeringan, dan pencucian.

DAFTAR PUSTAKA

- Alagarasi, A. 2011. Introduction to nanomaterials. *National Centre for Catalysis 166 Research (NCCR) internal bulletin (Unpublished)*. Chennai, India. Available online at: <http://www.nccr.iitm.ac.in/2011.pdf>
- Bacha, G. B., 2022. Response Surface Methodology Modeling, Eksperimental Validation Optimazitation of Acid Hidrolysis Process Parameters for Nanocelluloce Extraction. *South African Journal of Chemical Engineering*. 176-185.
- Cherian, B. M., Leão, A. L., de Souza, S. F., Thomas, S., Pothan, L. A., dan Kottaisamy, M. (2010). Isolation of nanocellulose from pineapple leaf fibres by steam explosion. *Carbohydrate Polymers*, 81(3), 720–725.
- Cullity, B. D. 1978. *Elements of X-Ray Diffraction, 2nd edition*. Department of Metallurgical Engineering and Materials Science. Addison-Wesley Publishing Company Inc. USA.
- Cullity B.D. (1977). *Element of X-Ray Diffraction second edition*. Addison Wesley Publishing Company, Inc, California. Pp. 3, 4, 82.
- Dai, H., Ou, S., Huang, Y., Huang, H. 2018. Utilization of Pineapple Pell for Production of Nanocelluloce and Film Application. *Celluloce*. 4-7
- Embisa, Y. A., Tendean, L., Zuliari, K. 2016 Pengaruh konsumsi nanas (*Ananas comosus* L. Merr) terhadap penurunan indeks plak pada anak usia 10-12 tahun di SD Inpres 4/82 Pandu. *Jurnal e-GiGi (eG)*, Vol: 4 No. 2.
- Erukairune, O.L., J.A. Ajiboye, R.O. Adejobi, O.Y. Okafor, S.O. Adenekan. 2011. Protective effect of pineapple (*anas comosus*) peel extract on alcohol- induced oxidative stress in brain tissues of male albino rats. *Asian Pac. J. Trop. Disease*. 5- 9.
- Evelyna, A., Prakusya, N., Ariswari, A, N., Suprana, D, J, D., Purwasasmita, B. S. 2019. Sintesis dan Karakterisasi Nanoselulosa Berbahan Serat Nanas sebagai Komponen Penguat Material Kedokteran Gigi. *Jurnal Material Kedokteran Gigi*. ISSN 2302-5271.
- Hadiati S., Indriani NLH. 2009. *Petunjuk Teknis Budidaya Nenas*. Solok: Badan Penelitian Tanaman Buah Tropika.
- Hansen, T. S., A. Boisen, J. M. Woodley, S. Pedersen and A. Riisager. 2006. Production of HMF from Aqueous Fructose. *Microwave Study*. 8:1-2.

- Hertiwi, R .L., Afni, A. N., Lailiyah. N., Sanjaya, I., G., M., 2020. Ekstraksi dan Karakterisasi Nanoselulosa Dari Limbah Kulit Bawang Merah., *Journal Education and Chemistry*. Vol. 2 No. 1. 80.
- Hindrayawati, N. dan Alimuddin. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman*. 7(2), 75-77
- Hossain, Md. F., Akhtar, S., Anwar, M. 2015. Nutritional Value and Medicinal Benefits of Pineapple. *International Journal of Nutrition and Food Sciences*. 4(1):84-88
- (<https://images.app.goo.gl/UhdgZqF3XQUrv2YL9>). Diakses pada 09 Mei 2022 pukul 13.42 WIB
- (<https://images.app.goo.gl/WiBBFmrHdx1VRDQy8>). Diakses pada 09 Mei 2022 pukul 14.38 WIB
- (<https://images.app.goo.gl/5gUVvyEF4d84LKex7>). Diakses pada 10 Mei 2022 pukul 15.00
- Huo, Zhi-Bao, Jian-Ke Liu, Guo-Dong Yao, dkk. 2015. Efficient Hydrothermal Conversion of Cellulose into Methane Over Porous Ni catalyst. *Applied Catalys A*. 490 : 36-41.
- Iriani, S. E., Wahyuningsih, K., Sunarti, T. C., W. Permana, A. 2015. *Sintesis Nanoselulosa Dari Serat Nanas Dan Aplikasinya Sebagai Nanofiller Pada Film Berbasis Polivinil Alkohol*. *Jurnal Penelitian Pascapanen Pertanian*. Volume 12 11 – 19.
- Ioelovich, M., Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanocrystals and Nanotechnology*, 2012, 2(2), 9-13.
- Isdin, O. 2010. Nanoscience in nature: Cellulose Nanocrystals. *Study Undergraduate Research at Guelph*. 3.
- Jahanshahi dan Babaei. 2008. Protein Nanoparticle: A Unique System as Drug Delivery Vehicles. *Journal of Biotechnology*. 7: 4926-4934.
- Johan, A. 2009. Karakterisasi Sifat Fisik dan Mekanik Bahan Refraktori α -Al₂O₃ Pengaruh Penambahan TiO₂. *Jurnal Penelitian Sains*. 1(2). 1-8.
- Juliyanto, H., Farid, M., Rasyida, A., 2017. Ekstraksi Nanoselulosa dengan Metode Hidrolisis Asam sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Jurnal Teknik Its* Vol. 6, No. 2. Issn: 2337-3539.

- Kanade K.G et al. 2006. Effect Of Solvents On The Synthesis Of Nano-Size Seng Oxide And Its Properties. *Materials Research Bulletin*. 41: 590-600.
- Kane, S. A. 2005. *Introduction to Physics in Modern Medicine*. Taylor and Francis. New York, USA
- Keon, D. Y., Yulianti, I. M., Jati, W. N. 2018. Kemampuan Selulosa Daun Mahkota Nanas (Ananas Comosus) Sebagai Bioadsorben Logam Tembaga (Cu). *Jurnal Biota*. Vol. 3 (2) 70-78.
- Klemm, D. (1998). Regiocontrol in Cellulose Chemistry: Principles and Examples of Etherification and Esterification. *ACS Symposium Series*, Vol. 688, pp 19-37.
- Li, Z., Li, X., Jiang, Y., Ding, Q., Han, W. 2021. Nanocellulose Composite Gel with High Ionic Conductivity and Long Service Life for Flexible Zinc-Air Battery. *Polymer Testing*. 107380
- Lin, N., Dufresne., A. 2014. Nanocellulose in Biomedicine: Current Status and Future Prospect. *European Polymer Journal*. 59:302-325
- Liu, G. Q., Pan, X. J., Li, J., Li. C., Ji, C., 2021. Facile preparation and characterization of anatase TiO₂ / Nanocellulose Composite for Photocatalytic degradation of methyl orange. *Journal of Saudi*. 101383.
- Mittal, A., Katahira. R., Himmel, M. E., Johnson, D . K., 2011. Effects of alkaline or liquid-ammonia treatment on crystalline cellulose: changes in crystalline structure and effects on enzymatic digestibilit. *Biotechnology for Biofuels*. Page 3.
- Nassr, M. S., Naser, S. S. A. 2018. Knowledge Based System for Diagnosing Pineapple Diseases. *International Journal of Academic Pedagogical Research (IJAPR)*. Vol 2. Pages:12-19
- Navarro. 2009. Effect Of Surfactants and Zeolites on Simultaneous Saccharification and Fermentation of Steamexploded Poplar Biomass to Ethanol. *Biochemistry Biotechnology*.70: 369-381.
- Nishiyama, Y., Langan, P., Chanzy, H., 2002 Struktur Krital dan Sistem Ikatan Hidrogen dalam Selulosa dari Sinar x Synchrotron dan Difraksi Serat Newton. *Jacs Articles*. 38041
- Nishiyama, Y., Langan, P., Chanzy, H., 2003 Struktur Krital dan Sistem Ikatan Hidrogen dalam Selulosa dari Sinar x Synchrotron dan Difraksi Serat Newton. *Jacs Articles*. 38041

- Ohwoavworhwa, F. O., & Adedokun, T. A. (2007). Phosphoric Acid-Mediated Depolymerization and Decrystallization of α -Cellulose Obtained from Corn Cob: Preparation of Low Crystallinity Cellulose and Some Physicochemical Properties. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 4(2). <https://doi.org/10.4314/tjpr.v4i2>. 14627
- Peng, L., L. Lin, J. Zhang, J. Zhuang, Z. Beixiao and Y. Gong. 2011. Catalytic Conversion of Cellulose to Levulinic Acid by Metal Chlorides. *Molecules*. 15 (8): 5258–5272.
- Pinto, C. J., Katerina, F. J. 2016. *Pembuatan Biotenol dari Kulit Nanas*. Jurnal Inovasi Proses, Vol. 1 No. 2.
- Pushpamalar, V., Langford, S.J., Ahmad, M. and Lim, Y.Y. 2006. Optimization of Reaction Conditions for Preparing Carboxymethyl Cellulose From Sago Waste. *Carbohydrate Polymers*. 64: 312-318.
- Reed, S. J. B. (1993). *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology*. Florida: Cambridge University Press. Pp. 23-24.
- Rosa, M. F., Medeiros, E. S., Malmonge, J. A., Wood, D. F., Orts, W. J., Imam, S.H. 2009. Cellulose Nanocrystals from Coconut Fiber: Preparation and Characterization. *International Conference on Advanced Materials* (p. 1). Rio de Janeiro: ICAM.
- Rowell, Roger M. 2005. Chemical modification of wood. *Handbook of wood chemistry and wood composites*. Boca Raton, Fla.: CRC Press, 2005: pages 381-420.
- Sadeghifar, H., Filpponen, I., Clarke, S. P., Brougham, D. F., Argyropoulos, D. S. (2011). Production of Cellulose Nanocrystals using Hydrobromic Acid and Click Reactions on Their Surface. *Journal of Materials Science*. 46(22): 7344–7355.
- Sahidi, F. dan M. Naczki. 1995. Food Phenolics. Tecnicomicpub. Co. Inc. Lancaster-Basel. 3: 768-780.
- Sampson, A. R. 1996. *Scanning Electron Microscopy*. Advanced Research System. www.sem.com diakses pada tanggal 2 Desember 2022 pukul 13.08 WIB.
- Segal, L., Creely, J.J., Martin Jr., A.E. and Conrad, C.M. (1959) An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal*, 29,786-794. <http://dx.doi.org/10.1177/004051755902901003>
- Sietsma, J. R. A., J. D. Meeldijk, J. P. den Breejen, M. Versluijs-Helder, A. J. van Dillen, P. E. de Jongh, and K. P. de Jong. 2007. The Preparation of Supported NiO and Co₃O₄ Nanoparticles by the Nitric Oxide Controlled Thermal

- Decomposition of Nitrates. *Angewandte Chemie International Edition*. 46: 4547-4549.
- Smith, W. F. (1990). *Material Science and Engineering*. University of Central Florida. Florida. Pp. 102, 616, 634.
- Song Y, Zhou J, Zhang L, Wu X. 2008. Homogenous modification of cellulose with acrylamide in NaOH/urea aqueous solutions. *Carbohydrate Polymers* 73:18-25.
- Sujatno, A., Salam, R., Bandriyana dan Dimvati. A. 2015. Studi Scanning Electron Microscopy (SEM) Untuk Karakterisasi Proses Oksidasi Paduan Zirkonium. *Jurnal Forum Nuklir (JFN)*. 9 (2), 44-50.
- Sutanto, H., dan Wibowo, S. 2015. *Semikonduktor Fotokatalis Seng Oksida dan Titania (Sintesis, Deposisi dan Aplikasi)*. Telescope. UNDIP. Semarang.
- Syauqi, A., Inasari, S. S. 2020. *Pemanfaatan Limbah Kulit Nanas (Ananas comosus L.) Menjadi Bioetanol dengan Penambahan Ragi (Saccharomyces cerevisiae) yang Berbeda*. Buletin LOUPE Vol 16 No. 02.
- Taokaew, S.; Sutasinee, S.; Pongpun Si.; Muenduen Phisalaphong., 2013. Biosynthesis and Characterization of Nanocellulose-Gelatin Films. *Materials*, 6, 782-794
- Teixeira, L. T., Braz, W. F., Siqueira, R. N. C. D., Pandoli, O. G., Geraldes, M. C. 2021. Sulfated and Carboxylated Nanocellulose for Co^{+2} Adsorption. *Journal of Material Research and Technology*. 434-437.
- UNCTAD. 2016. *PINEAPPLE*. Geneva: An INFOCOMM Commodity Profile.
- Widegren, J., R. Finke and J. Mol. 2003. Preparation of A Multifunctional Core-Shell Nanocatalyst and Its Characterization. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*. 191: 187.
- Zaki, A., S. C., Yussofi, N. A., Rohaizad., M. N., Sohaimi, K. S. A., Mohamed, A. R., Salleh, N. H. M., Termizi, S. N. A. A. 2018. Isolasi dan Karakterisasi Struktur Nanoselulosa dari Limbah Koran. *Jurnal Penelitian Lanjutan dalam Pengetahuan Teknik*. 27-34
- Zang, Y., Xue, G., Zhang, X., Zhao, Y. (2012). Enzymatic Preparation of: 754-758 Nanocrystalline Cellulose from Bamboo Fibers. *Advanced Materials Research*. 441.