

**PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT BAWANG
MERAH MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS ASAM DENGAN
VARIASI KONSENTRASI H₂SO₄**

(Skripsi)

Oleh

SHABRINA YAKOSATI



JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS LAMPUNG

2022

ABSTRAK

PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT BAWANG MERAH MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS ASAM DENGAN VARIASI KONSENTRASI H₂SO₄

Oleh

SHABRINA YAKOSATI

Telah dilakukan pembuatan nanoselulosa dari limbah kulit bawang merah dengan metode hidrolisis asam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi H₂SO₄ terhadap ukuran kristalit nanoselulosa dari kulit bawang merah dan morfologi permukaan nanoselulosa dari kulit bawang merah. Variasi H₂SO₄ yang digunakan adalah 5%; 10%; 15% dan 20%. Pembuatan nanoselulosa ini dilakukan melalui tiga tahap yaitu delignifikasi dengan menggunakan NaOH 10% untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa, bleaching menggunakan H₂O₂ 10% untuk pemutihan dan isolasi nanoselulosa menggunakan H₂SO₄. Variasi H₂SO₄ yang digunakan adalah 5; 10; 15 dan 20%. Karakterisasi yang digunakan ialah XRD (*X-Ray Diffraction*) dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Hasil karakterisasi XRD menunjukkan fasa kristal yang terdapat pada puncak difraksi tertinggi dan konsentrasi optimum H₂SO₄ untuk membuat nanoselulosa dari kulit bawang merah adalah sebesar 20%. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa morfologi nanoselulosa kulit bawang merah masih bersatu membentuk bundel atau menggumpal.

Kata kunci. Nanoselulosa, H₂O₂, H₂SO₄, Kristalit, NaOH, SEM dan XRD.

ABSTRACT

MANUFACTURING NANOCELLULOSE FROM ONION SKIN WASTE USING ACID HYDROLYSIS METHOD WITH VARIATIONS OF H₂SO₄ CONCENTRATION

By

SHABRINA YAKOSATI

The manufacture of nanocellulose from red onion peel waste has been carried out using the acid hydrolysis method using H₂SO₄. This study aims to determine the effect of variations in the concentration of H₂SO₄ on the size of nanocellulose crystallites from onion peels and the surface morphology of nanocellulose from onion peels. The manufacture of nanocellulose was carried out in three stages, namely delignification using 10% NaOH to remove lignin and hemicellulose, bleaching using 10% H₂O₂ for bleaching and isolation of nanocellulose using H₂SO₄. The variation of H₂SO₄ used is 5; 10; 15 and 20%. The characterizations used are XRD (X-Ray Diffraction) and SEM (Scanning Electron Microscopy). The results of XRD characterization showed that the crystalline phase contained at the highest diffraction peak and the optimum concentration of H₂SO₄ to make nanocellulose from onion peel was 20%. The results of SEM characterization showed that the morphology of the onion peel nanocellulose was still united to form bundles or agglomerates.

Keywords. *Crystallite, H₂O₂, H₂SO₄, NaOH, Nanocellulose, SEM dan XRD.*

**PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI LIMBAH KULIT BAWANG
MERAH MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS ASAM DENGAN
VARIASI KONSENTRASI H₂SO₄**

Oleh

SHABRINA YAKOSATI

Sebagai Salah Satu Syarat Untuk Memperoleh Gelar SARJANA SAINS

Pada

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



JURUSAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS LAMPUNG

2022

LEMBAR PENGESAHAN

LEMBAR PENGESAHAN

Judul Skripsi : Pembuatan Nanoselulosa Dari Limbah Kulit Bawang Merah Menggunakan Metode Hidrolisis Asam Dengan Variasi Konsentrasi H_2SO_4

Nama Mahasiswa : Shabrina Yakosati

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817041010

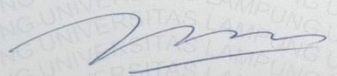
Jurusan : Fisika

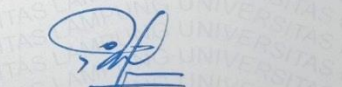
PFakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



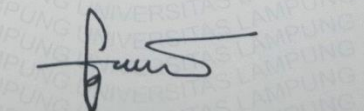
Pembimbing I

Pembimbing II


Prof. Posman Manurung, Ph. D
NIP. 195903081991031001


Sri Wahyu Suciwati, S.Si., M.Si
NIP. 197108291997032001

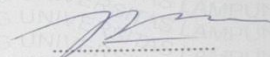
Ketua Jurusan


Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.Si
NIP. 198010102005011002


MENGESAHKAN

MENGESAHKAN

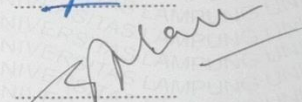
Ketua Penguji : Prof. Posman Manurung, Ph.D



Sekretaris Penguji : Sri Wahyu Suciwati, S.Si., M.Si



Penguji Utama : Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si



Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Suripto Dwi Yuwono, S.Si., M.T.
NIP. 197407052000031001

Tanggal lulus ujian skripsi: 07 November 2022

PERNYATAAN

PERNYATAAN

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

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

Bandar Lampung, 28 Oktober 2022



Shabrina Yakosati
1817041010

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kalianda pada tanggal 08 Juni 2000, yang merupakan anak pertama dari tiga bersaudara. Penulis memulai pendidikan pertama kali di Taman Kanak-kanak (TK) Aisyiyah Bustanul Athfal dan menyelesaikannya pada tahun 2006, lalu menyelesaikan pendidikan dasar di SD Negeri Bumi Agung pada tahun 2012. Kemudian melanjutkan Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMP Negeri 1 Kalianda dan menyelesaikannya pada tahun 2015. Selanjutnya penulis menyelesaikan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMA N 1 Kalianda pada tahun 2018.

Selanjutnya pada tahun 2018 penulis tercatat sebagai mahasiswa Universitas Lampung pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam yang diterima melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Selama menjadi mahasiswa penulis aktif dalam kegiatan Himpunan Mahasiswa Fisika sebagai anggota Sosial Masyarakat pada tahun 2018. Pada tahun 2019, penulis aktif dalam kegiatan sosial di daerah asalnya dan termasuk dalam anggota Himpunan Mahasiswa Unila Lampung Selatan. Pada tahun 2021 penulis melakukan kegiatan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT. Suri Tani Pemuka Unit Lampung dalam satuan kerja Laboratorium dengan judul “Analisis Sifat Fisika dan Kandungan Air Tambak

di PT. Suri Tani Pemuka Unit Lampung”. Kemudian penulis melakukan penelitian yang berjudul “Pembuatan Nanoselulosa dari Limbah Kulit Bawang Merah Menggunakan Metode Hidrolisis Asam dengan Variasi Konsentrasi H_2SO_4 ” dimana dilakukannya penelitian ini untuk menyelesaikan tugas akhir di Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

MOTTO

Tidak seharusnya ada cemas perihal takdir, sebab selembar daun pun Allah sudah atur kapan dan dimana

Ada saatnya menyelam menjelma terumbu, lain waktu muncul ke permukaan dan terapung, menarik nafas, untuk sekali lagi menjadi lautan

*Maka sesungguhnya Bersama kesulitan ada kemudahan.
Sesungguhnya Bersama kesulitan ada kemudahan (Al-Insyirah:
5-6)*

Tidak perlu membuang energi untuk membenarkan sudut pandang orang lain terhadap kita

PERSEMBAHAN

Dengan Penuh Rasa Syukur Kepada Allah Subhanahu wa ta'ala,
karya ini
dipersembahkan kepada :

Kedua Orang Tuaku

Alm Papa dan Mama

Terimakasih untuk segala do'a dan usaha yang selalu diberikan
demi kesuksesan putranya hingga mampu menyelesaikan
pendidikan di tingkat Universitas sebagai Sarjana Fisika

Rizqy Nurully Wijaya

Terimakasih atas segala dukungan yang telah diberikan sehingga
dapat tetap bertahan dalam keadaan suka maupun duka

Mugi Tyas Mandira, Rakha Setu Al-Fajri, Keluarga Besar dan Teman- Teman Komunitas Lapet

Terimakasih atas segala dukungan yang telah diberikan.

Almamater Tercinta
UNIVERSITAS LAMPUNG

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur kupanjatkan atas kehadiran Tuhan Yang Maha Esa karena atas karunia-Nya dan kesehatan yang telah diberikan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Pembuatan Nanoselulosa dari Kulit Bawang Merah Menggunakan Metode Hidrolisis Asam dengan Variasi Konsentrasi H₂SO₄”. Tujuan dari penulisan skripsi ini yaitu sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar S1 dan untuk melatih mahasiswa dalam berfikir cerdas dan kreatif dalam menulis karya ilmiah. Penulis menyadari masih ada banyak kekurangan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis meminta kritik dan saran yang dapat membangun dalam pembuatan skripsi ini.

Penulis

Shabrina Yakosati

SANWACANA

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan kelancaran serta kemudahan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Pembuatan Nanoselulosa dari Kulit Bawang Merah Menggunakan Metode Hidrolisis Asam dengan Variasi Konsentrasi H_2SO_4 ”. Skripsi ini disusun sebagai syarat bagian dari tugas akhir dalam rangka menyelesaikan studi di Program Studi Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan serta dukungan dari berbagai pihak, baik tenaga maupun pikiran. Oleh karena itu, pada kesempatan ini dengan kerendahan hati penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Posman Manurung, Ph.D. selaku dosen pembimbing utama yang telah memberikan ilmu pengetahuan, pengarahan, waktu, serta bimbingannya kepada penulis.
2. Ibu Sri Wahyu Suciwati, S.Si. M.Si. selaku dosen pembimbing pembantu yang telah memberikan bimbingan, pengetahuan, arahan, serta waktunya untuk berdiskusi kepada penulis.
3. Bapak Drs. Pulung Karo-Karo, M.Si selaku dosen pembahas yang telah

memberi masukan dan mengevaluasi skripsi ini.

4. Alm papa yang selalu menjadi donatur tetap kepada penulis sehingga mendapat gelar S.Si dan selalu mendukung apapun keputusan yang penulis ambil, walau tidak sempat melihat putri pertamanya wisuda.
5. Mama dan adikku tersayang terimakasih atas segala do'a, dukungan, semangat serta kasih sayang yang telah kalian berikan kepada penulis.
6. Rizqy Nurully Wijaya yang selalu ada dari awal kuliah sampai di titik akhir perkuliahan ini dan menjadi tempat berkeluh kesah selama penyelesaian skripsi ini.
7. Bapak Gurum Ahmad Pauzi, S.Si., M.T. selaku Ketua Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung.
8. Bapak Dr. rer. nat. Roniyus Marjunus, S.Si. M.Si selaku Pembimbing Akademik memberikan bimbingan serta nasihat dari awal perkuliahan sampai menyelesaikan tugas akhir ini.
9. Bapak ibu dosen dan staf Jurusan Fisika FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan pelajaran selama perkuliahan.
10. Bapak Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, M.T. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung.
11. Sahib-sahibku Faradilla Nabila Putri, Rosanti Sitohang, Mega Pertiwi, Eza Ariyani dan Tiara Widiastuti yang selalu ada dan telah memberikan dukungan hingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini
12. Komunitas Lapet Family terimakasih telah memberikan dukungan kepada penulis.
13. Untuk Semua pihak yang telah membantu penulis yang namanya tidak

bisa disebutkan satu persatu.

Dalam penulisan skripsi ini, penulis menyadari banyak kekurangan baik dalam segi isi maupun penulisan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritikan dan saran yang membangun guna dalam penulisan berikutnya yang lebih baik. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi penulis maupun pembaca.

Bandar Lampung, 28 Oktober 2022

Shabrina Yakosati
NPM. 1817041010

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	i
ABSTRACT	ii
HALAMAN JUDUL	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iv
LEMBAR PERSETUJUAN	v
HALAMAN PERNYATAAN	vi
RIWAYAT HIDUP.....	vii
MOTTO	ix
PERSEMBAHAN	x
KATA PENGANTAR.....	xi
SANWACANA.....	xii
DAFTAR ISI.....	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvii
DAFTAR TABEL	xviii
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Penelitian	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
1.5 Batasan Masalah	5

II. TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Selulosa	7
2.2 Nanoselulosa	11
2.2.1 Sintesis Nanoselulosa	13
2.2.2 Aplikasi Nanoselulosa	15
2.3 Analisis XRD	18
2.4 Analisis SEM.....	20
III. METODOLOGI PENELITIAN.....	23
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.3 Prosedur Penelitian	25
3.3.1 Preparasi Sampel	25
3.3.2 Isolasi Selulosa	25
3.3.3 Isolasi Nanoselulosa	25
3.4 Diagram Alir.....	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	30
3.3.1 Analisis Kualitatif	31
3.3.2 Analisis Kuantitatif	33
V. PENUTUP.....	37
5.1 Kesimpulan.....	37
5.2 Saran	37
DAFTAR PUSTAKA.....	38
LAMPIRAN	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Struktur dinding sel tumbuhan	7
2.2 Struktur selulosa	8
2.3 Struktur dari α -Selulosa	10
2.4 Struktur dari β -Selulosa	10
2.5 Mekanisme hidrolisis asam dengan asam kuat	15
2.6 Hasil analisis XRD nanoselulosa kulit bawang merah	19
2.7 Hasil analisis SEM nanoselulosa kulit manggis	22
3.1 Diagram alir preparasi sampel	27
3.2 Diagram alir isolasi selulosa	28
3.3 Diagram alir isolasi nanoselulosa	29
4.1 Hasil XRD nanoselulosa dari kulit bawang merah	31
4.2 Hasil penghalusan data XRD nanoselulosa kulit bawang merah dengan variasi konsentrasi, a) sampel 5%, b) sampel 10%, c) sampel 15% dan d) sampel 20%.	34
4.3 Hasil SEM nanoselulosa dari kulit bawang merah	36

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Besaran energi ikatan antarmolekul.....	9
2.2 Metode, bahan, dan hasil sintesis nanoselulosa.....	13
3.1 Alat penelitian.....	24
3.2 Bahan penelitian	24
3.3 Variasi sampel penelitian yang akan digunakan.....	26
4.1 Ukuran kristalit nanoselulosa kulit bawang merah dengan variasi konsentrasi asam	32
4.2 Ukuran kristalit nanoselulosa kulit bawang merah dengan variasi konsentrasi asam	32
4.3 Parameter sel CNC fasa I_{α}	35
4.4 Parameter sel CNC fasa I_{β}	35
4.5 Nilai indeks-R dan GOF hasil refinement nanoselulosa kulit bawang merah	35

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Nanoselulosa sebagai material jenis baru dan merupakan ekstrak selulosit yang diolah menjadi ukuran nano. Eksplorasi nanoselulosa menjadi sangat diminati dalam satu dekade terakhir. Hal ini disebabkan karena keunggulan-keunggulan yang dimilikinya seperti sifat mekanik yang baik, densitas yang rendah, ramah lingkungan, kelimpahan yang banyak, tidak mahal, tidak beracun, mudah didegradasi, dan termasuk kedalam sumber daya alam yang dapat diperbaharui. Berdasarkan Inc Future Market (2012), pangsa pasar nanoselulosa pada tahun 2017 diperkirakan mencapai US\$ 97 juta dalam bidang biomedis dan ilmu hayati.

Penggunaan tanaman hutan untuk produksi serat selulosa secara terus menerus dapat menurunkan luas dan jumlah sumber daya hutan di Indonesia yang dapat mengakibatkan kerusakan hutan, erosi tanah, bencana banjir, tanah longsor, serta pemanasan global. Untuk mengurangi dampak negatif yang ditimbulkan oleh produksi selulosa tanaman tersebut maka perlu ditemukan alternatif lain penghasil serat selulosa. Serat selulosa dapat dihasilkan dari tanaman, hewan laut dan bakteri. Serat alami dari tumbuhan yang banyak manfaatnya 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%, hemiselulosa 16-26 %, dan lignin 26-39 % (Reddy dan Rhim, 2018). Bawang merah memiliki tinggi sebesar 12 hingga 15 inci dan kulit setebal 50–100 m. Lebih dari setengah juta ton limbah bawang merah dibuang di Uni Eropa setiap tahun (Benitez et al., 2011) dan berton-ton limbah bawang merah dihasilkan setiap tahun di negara-negara Asia, salah satunya di Jepang lebih dari 144.000 ton limbah bawang merah diproduksi setiap tahun (Salak et al., 2013). Limbah kulit bawang merah dapat menjadi salah satu solusi untuk mengurangi limbah kulit bawang merah yang belum dimanfaatkan dengan mengubahnya menjadi material nanoselulosa.

Beberapa teknik telah dikembangkan untuk mengekstrak nanoselulosa dari selulosa diantaranya perlakuan kimiawi (oksidasi dan hidrolisis asam), perlakuan biologi (hidrolisis enzimatis), dan proses mekanis. Adapun penggunaan masing-masing metode ekstraksi dimungkinkan menghasilkan tipe dan properti nanoselulosa yang berbeda. Li et al (2012) menggunakan metode mekanik ultrasonikasi bertekanan tinggi yaitu sebesar 40–140 MPa dengan 50 kali percobaan dan nanoselulosa yang dihasilkan berdiameter 10–20 nm. Filson et al (2008) menggunakan metode hidrolisis enzimatis untuk menghasilkan nanoselulosa dari bahan pulp yang telah didaur ulang. Enzim yang digunakan adalah *endoglucanase celluclast* dan nanoselulosa yang dihasilkan berukuran 30–80 nm. Perlakuan hidrolisis asam merupakan proses yang paling banyak digunakan karena membutuhkan waktu reaksi yang lebih cepat dari pada proses lainnya dan perlakuan hidrolisis asam banyak dipilih karena merupakan metode yang sangat efisien dan memerlukan biaya yang ekonomis (Lee et al., 2014).

Asam sulfat merupakan jenis asam yang banyak digunakan dalam metode hidrolisis selulosa. Asam kuat dapat menghilangkan bagian amorf dari rantai selulosa sehingga dapat dilakukan isolasi pada bagian kristalin selulosa (Klemm et al., 1998). Zhang et al (2007) menggunakan metode hidrolisis asam dengan asam kuat, yaitu campuran (*airdeionized* dengan asam klorida dan asam sulfat) pada bahan serat selulosa, nanoselulosa yang dihasilkan berukuran 60–570 nm. Asam-asam kuat yang digunakan dalam hidrolisis asam memang cocok dalam sintesis nanoselulosa. Namun, asam kuat juga memiliki dampak negatif, yaitu beracun, berbahaya, dan korosif dan limbah yang dihasilkan berbahaya bagi lingkungan (Ningtyas et al., 2020).

Penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Hertiwi et al (2020) telah membuat nanoselulosa dari kulit bawang merah menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi sebesar 50%. Penelitian tersebut menggunakan variasi waktu pengadukan untuk variabel bebas dan dihasilkan ukuran nanoselulosa sebesar 12,6 nm. Ieolovich (2012) membuat nanoselulosa dengan variasi suhu reaksi dan rasio asam terhadap selulosa, dihasilkan nanoselulosa berukuran 10–20 nm. Ningtyas et al (2020) membuat nanoselulosa dengan variasi konsentrasi asam sulfat sebesar 45%, 55%, dan 65% dihasilkan nanoselulosa berkisar antara 356,5 nm – 764,2 nm dari limbah jerami padi sedangkan untuk ukuran nanoselulosa limbah kulit jagung berkisar antara 422,6 nm – 634,0 nm.

Karakterisasi pada nanoselulosa sangat penting dilakukan karena 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. Sifat biodegradasi dari nano selulosa dapat dimanfaatkan sebagai filler pada bahan bioplastik (Hertiwi.et al, 2020). Karakterisasi nanoselulosa terdiri dari empat macam dan memiliki fungsi yang berbeda antara lain analisis *Fourier Transform Infrared Reflektansi* (FTIR), analisis *X-Ray Diffraction* (XRD), analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan analisis *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Jika akan melihat gugus fungsi dari nanoselulosa maka dilakukan analisis FTIR (Skoog, 1998), analisis XRD untuk melihat fasa dan kristanilitas nanoselulosa (Cullity, 1977), analisis SEM atau TEM untuk melihat morfologi topografi dan ukuran nanoselulosa (Smith, 1990).

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini akan membuat nanoselulosa dari kulit bawang merah menggunakan metode kimia yaitu hidrolisis asam dengan uji karakterisasi menggunakan analisis XRD dan SEM. Asam yang digunakan yaitu asam sulfat (H_2SO_4) dengan variasi konsentrasi yang rendah yaitu sebesar 5 %, 10 %, 15 % dan 20%. Variasi konsentrasi yang rendah tersebut akan digunakan sebagai variabel dalam menentukan konsentrasi optimum dalam pembuatan nanoselulosa dari limbah kulit bawang merah.

1.2 Rumusan Penelitian

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah;

1. Bagaimana pembuatan nanoselulosa dari kulit bawang merah?
2. Berapa konsentrasi optimum H_2SO_4 untuk membuat nanoselulosa?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi H_2SO_4 terhadap ukuran kristalit nanoselulosa dari kulit bawang merah.
2. Mengetahui morfologi permukaan nanoselulosa dari kulit bawang merah.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Mengurangi pencemaran lingkungan yang disebabkan oleh limbah kulit bawang merah.
2. Sebagai referensi mengenai cara pembuatan nanoselulosa dari kulit bawang merah dan memberikan informasi kepada khalayak umum bahwa limbah kulit bawang merah dapat dijadikan nanoselulosa yang memiliki nilai jual yang tinggi.
3. Penelitian tentang pembuatan nanoselulosa dari limbah kulit bawang merah diharapkan dapat memberikan informasi mengenai perkembangan pembuatan nanoselulosa.

1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian adalah:

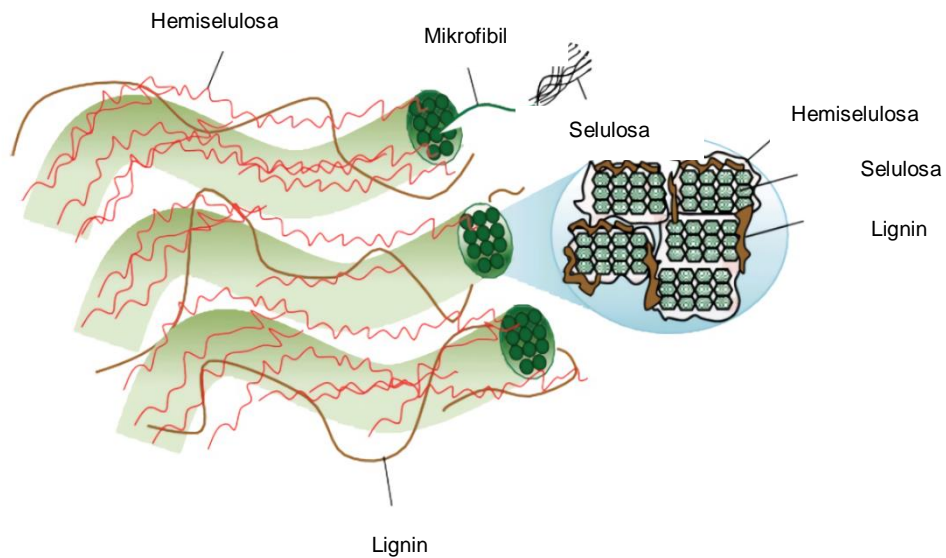
1. Membuat nanoselulosa dari limbah kulit bawang merah.

2. Metode yang digunakan dalam pembuatan nanoselulosa yaitu metode hidrolisis asam.
3. Variasi konsentrasi H_2SO_4 sebesar 5 %, 10 %, 15 % dan 20%.
4. Uji karakterisasi yang digunakan adalah analisis XRD dan SEM.

II. TINJAUAN PUSTAKA

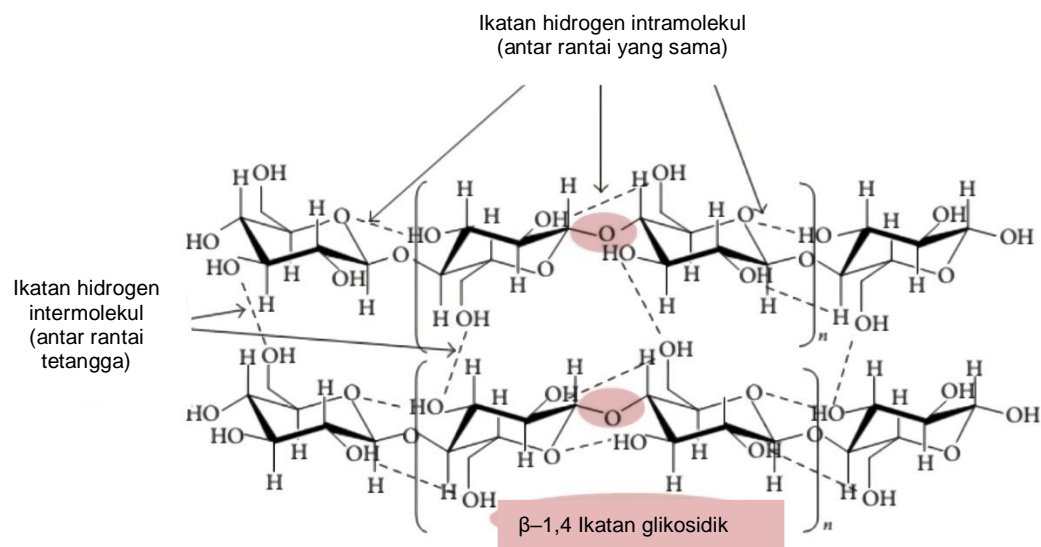
2.1 Selulosa

Struktur dinding sel tumbuhan terdiri dari tiga macam, yaitu lignin, hemiselulosa, dan selulosa. Komposisi dan kandungan ketiga komponen ini bervariasi karena perbedaan spesies, jenis, dan sumber biomassa lignoselulosa. Di dinding sel tumbuhan, lignin berfungsi sebagai pengikat yang menahan antara bagian selulosa dan kulit hemiselulosa. Hemiselulosa adalah heteropolimer yang tersusun oleh rantai pendek, linier, dan bercabang dari berbagai jenis monomer seperti pentosa dan heksosa. Struktur dinding sel tumbuhan ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur dinding sel tumbuhan (Lee et al, 2014)

Selulosa terlokalisasi di dinding sel tanaman sekitar 35-50%. Selulosa merupakan homopolimer yang bersifat tidak beracun dan dapat didegradasi. Selulosa mengandung karbon (44,44%), hidrogen (6,17%), dan oksigen (49,39%). Pada umumnya, kandungan selulosa berkisar 40–50% dari berat kering bahan berlignoselulosa. Variasi kandungan selulosa dipengaruhi oleh tempat tumbuh, jenis biomassa, umur tumbuhan, letak dalam batang tumbuhan, dan faktor lingkungan (Chen, 2014). Struktur selulosa ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur selulosa (Lee et al., 2014)

Selulosa memiliki ikatan rantai linear yang kuat dengan interaksi melalui ikatan hidrogen intermolekuler dan intramolekuler (Liu et al., 2015). Ikatan intramolekul adalah ikatan hidrogen antara gugus OH dari unit glukosa yang berdekatan pada molekul selulosa yang sama. Ikatan intermolekul adalah ikatan hidrogen antara gugus-gugus OH dari unit glukosa yang berdekatan dalam molekul selulosa yang berdampingan. Ikatan intermolekul ini menyebabkan pembentukan struktur

supramolekul selulosa (Kondo et al., 2014). Besaran energi ikatan antarmolekul ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Besaran energi ikatan antarmolekul

Bentuk ikatan	Energi ikatan (KJ mol⁻¹)
H–OH (ikatan kovalen)	499
H–H (ikatan kovalen)	436
Ion-ion	250
Ikatan hidrogen (medium)	21–62
Ikatan hidrogen (lemah)	$4,2 \times 10^{-1}$ –4,2
<i>London dispersion force</i>	2
<i>Dipole-dipole</i>	0,6–2

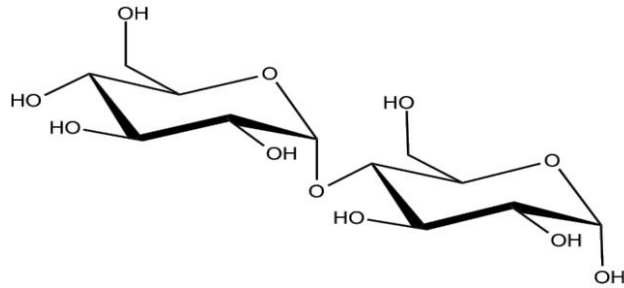
Chang dan Zhang (2011) menyebutkan bahwa ikatan hidrogen dalam struktur selulosa dinding sel berkisar 10-100 kJ.mol⁻¹. Dengan mengetahui energi ikatan ini maka dapat ditentukan energi minimal yang dibutuhkan untuk dapat mengubah selulosa dari struktur makro ke struktur nano (Kondo et al., 2014).

Berdasarkan sumbernya, selulosa dikelompokkan menjadi empat, yaitu kayu, nonkayu, fauna laut, dan selulosa bakteri (Fernandes et al., 2013). Sumber selulosa berdasarkan jenisnya terbagi dalam empat kelompok, yaitu selulosa kayu dan nonkayu serta selulosa yang bersumber dari fauna laut dan aktivitas bakteri (Nechyporchuk et al., 2016). Menurut Chen (2014) larutan NaOH pada berbagai konsentrasi dan suhu yang berbeda dapat melarutkan selulosa dengan Derajat Polimerisasi (DP) yang berbeda. Berdasarkan perbedaan kelarutan pada kondisi spesifik, misalnya kelarutan dalam NaOH 16,5%, terdapat tiga tipe selulosa yaitu:

2.1.1 α -Selulosa

α -Selulosa merupakan selulosa berantai panjang yang tidak dapat larut dalam larutan NaOH dengan kadar 16,5% pada suhu 20°C. Dalam bidang industri, α -

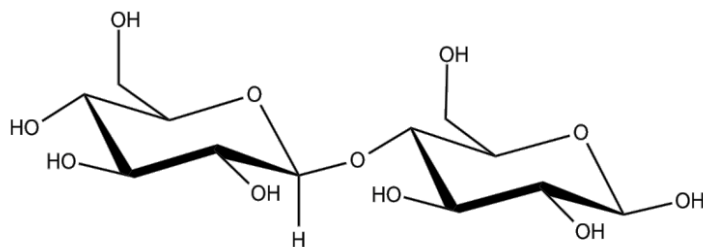
selulosa digunakan sebagai penentu tingkat kemurnian selulosa (Chen, 2014). Struktur dari α -Selulosa dapat ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Struktur dari α -Selulosa (Chen, 2014).

2.1.2 β -Selulosa

β -Selulosa merupakan selulosa berantai yang mudah larut dalam larutan NaOH dengan kadar 16,5% pada suhu 20°C dan mengendap pada larutan asam. Dalam bidang industri, β selulosa biasa disebut hemiselulosa (Chen, 2014). Struktur dari β -Selulosa ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur dari β -Selulosa (Chen, 2014).

2.1.3 γ -Selulosa

γ -Selulosa merupakan jenis selulosa yang mudah larut dalam larutan NaOH kadar 16,5% pada suhu 20°C dan tidak akan terbentuk endapan setelah larutan dinetralkan. Dalam bidang industri, γ selulosa biasa disebut hemiselulosa (Chen, 2014).

2.2 Nanoselulosa

Nanoselulosa adalah material yang terbuat dari selulosa yang memiliki salah satu ukuran nano antara 1-100 nm. Nanoselulosa memiliki densitas $1,58 \text{ g/cm}^3$ (Sehaqui et al., 2011). Nilai kekakuan yang tinggi 143 GPa (Sturcova et al., 2005) dan kuat tarik mencapai 7,5 GPa (Kim et al., 2015). Sifat kekakuan dan kuat tarik spesifik dari material nanoselulosa ini dapat disejajarkan dengan material kevlar, baja, dan serat aramid. Nilai modulus dan kuat tarik yang tinggi dari nanoselulosa disebabkan sifat tanpa cacat (*zero defect*) dan keseragaman struktur material berukuran nano (Gordon, 1968). Nanoselulosa secara umum dibagi menjadi 3 jenis yaitu selulosa nanokristal, selulosa nanofibril, dan nanoselulosa bakterial. Ketiga tipe nanoselulosa tersebut memiliki komposisi kimia yang sama namun berbeda dalam hal morfologi, ukuran partikel, kristalinitas, dan properti bergantung pada sumber biomassa dan metode ekstraksi yang digunakan (Bondenson dkk., 2006).

1. Nanokristalin

Cellulose Nanocrystals (CNC) atau dikenal juga sebagai selulosa *nanowhisker*. CNC digambarkan sebagai butiran beras atau nasi yang memiliki dimensi lebar dalam nano dan panjang dalam kisaran ratusan nanometer. CNC hanya terdiri atas satu fase, yaitu fase kristal sehingga berukuran lebih pendek (Bondenson dkk., 2006). Menurut Klemm (1998) selulosa nanokristalin mengandung kristalinitas tinggi sekitar 54-88% dengan bentuk batang pendek. Selulosa nanokristalin dapat diekstraksi dari selulosa dengan hidrolisis asam, bagian amorf dihidrolisis dan dihilangkan oleh asam sedangkan bagian kristal dipertahankan (Bondenson dkk.,

2006).

2. Nanofibril

Turbak, Snyder, dan Sandberg (1983) pertama kali memperkenalkan istilah *cellulose microfibril* yang saat ini lebih umum disepakati sebagai *Cellulose Nanofibril* (CNF). CNF digambarkan sebagai untaian spageti atau mie yang memiliki dimensi lebar dalam nano dan panjang sampai dengan ukuran mikron. CNF merupakan untaian *elementary fibril* yang terdiri atas fase kristal dan fase amorf (Bondenson dkk., 2006). Selulosa nanofibril biasa diekstrak dari selulosa fibril menggunakan proses mekanis dimana bagian kristalin dan amorf masih tetap ada. Nanokristalin memiliki panjang yang lebih panjang, luas permukaan tinggi, dan gugus hidroksil ekstensif yang mudah diakses untuk modifikasi permukaan bila dibandingkan dengan nanofibril (Nechyporchuk et al., 2015).

3. Nanobakterial

Nanoselulosa bakteri memiliki komposisi kimia yang sama dengan dua jenis nanoselulosa lainnya. Ini dalam bentuk pita puntir dengan diameter rata-rata 20–100 nm dan panjang mikrometer dengan luas permukaan besar per unit. Nanoselulosa bakteri dihasilkan dari penumpukan gula dengan berat molekul rendah oleh bakteri *Gluconacetobacter Xylinus* selama beberapa hari hingga dua minggu sehingga nanoselulosa bakteri selalu dalam bentuk murni tanpa adanya komponen lain dari lignin, hemiselulosa, pektin dan sebagainya (Bondenson dkk., 2006).

2.2.1 Sintesis Nanoselulosa

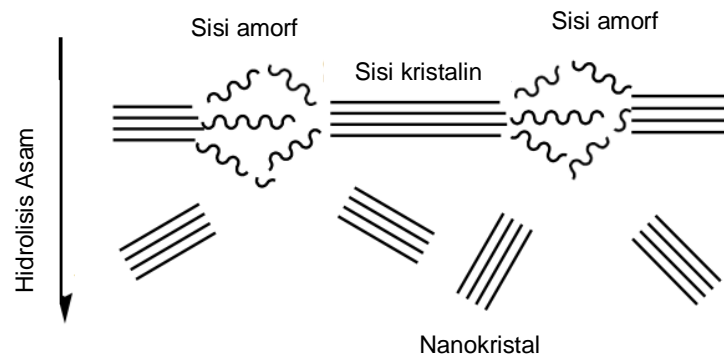
Terdapat tiga metode yang digunakan dalam menyintesis nanoselulosa, diantaranya metode mekanik, metode biologis, dan metode kimia. Metode mekanik terdiri dari ultrasonikasi dan tekanan tinggi. Metode mekanik memiliki kekurangan yaitu membutuhkan biaya produksi yang besar (alat dan bahan). Selain itu, metode mekanik juga kurang efisien dan membutuhkan energi yang lebih besar dibandingkan dengan metode kimia. Metode biologis yaitu hidrolisis enzimatis yang dapat diperoleh melalui pemotongan yang spesifik pada bagian amorf suatu rantai selulosa. Metode kimia terdiri dari hidrolisis asam, pelarut organik, hidrolisis pelarut alkali, oksidasi dan hidrolisis cairan ionik. Perbedaan perlakuan dapat berpengaruh terhadap kemurnian serat, ukuran, maupun karakter dari nanoselulosa yang dihasilkan (Nechyporchuk et al., 2016). Berbagai metode pembuatan nanoselulosa dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Metode, bahan, dan hasil sintesis nanoselulosa

No	Metode	Bahan	Ukuran Nanoselulosa (panjang x diameter) nm	Referensi
1	Ultrasonikasi	Mikrokristalin selulosa	50-250 x 10-20	Li et al., 2012
2	Tekanan tinggi	Mikrokristalin selulosa	4-10 x 50-90	Liu et al., 2011
3	Hidrolisis asam	Mikrokristalin selulosa, asam sulfat	150-200 x 10-20	Ieolovich., 2012
		Mikrokristalin selulosa, asam sulfat, asam klorida, dan air destilasi	20-90	
4	Pelarut organik	SiO ₂ , campuran air dengan pelarut organik	-	Wang et al., 2011
5	Hidrolisis pelarut alkali	Natrium hidroksida, zink oksida, urea, <i>pulp</i> selulosa	-	Wawro et al., 2009
6	Oksidasi	Kapas linter, TEMPO	3-4 x 50-200	Montanari et al., 2005
7	Hidrolisis cairan ionik	Mikrokristalin selulosa, 1-butyl 1-3-methylimidazolium hydrogen sulfat	50-300 x 14-22	Man, 2011
8	Hidrolisis enzimatis	Mikrokristalin nanoselulosa	313.0 ± 49,6	Nadathangnam dan Satyamurthy, 2011

Metode hidrolisis asam paling banyak digunakan dalam menyintesis selulosa nanokristal, hal ini karena membutuhkan waktu reaksi yang lebih cepat dari pada proses lainnya dan merupakan metode yang sangat efisien dan memerlukan biaya yang ekonomis (Lee et al., 2014). Sebelum menyintesis nanoselulosa dengan metode hidrolisis asam, dilakukan isolasi terhadap selulosa. Isolasi selulosa terdiri dari dua tahapan, tahap pertama adalah proses delignifikasi untuk menghilangkan komponen-komponen pengotor dengan menggunakan larutan NaOH dan dilakukan perendaman selama 24 jam. Menurut Robinson (1995) penghilangan lignin menggunakan NaOH akan ditandai berupa warna merah kehitaman pada larutan. Tahap kedua adalah proses *bleaching* untuk menghilangkan senyawa lignin dan hemiselulosa yang masih tersisa dengan melakukan perendaman dengan larutan H₂O₂ untuk mendapatkan selulosa yang berwarna putih serta untuk menghilangkan senyawa lignin dan hemiselulosa yang masih tersisa. Menurut Riama (2012), larutan H₂O₂ dapat melepaskan oksigen dengan cukup kuat. Penggunaan larutan H₂O₂ sebagai pemutih tidak menghasilkan residu atau endapan. Larutan H₂O₂ tidak mengakibatkan kerusakan berarti pada bahan organik dan dapat menghasilkan produk yang lebih putih dan bersih.

Asam yang umum digunakan dalam metode hidrolisis asam adalah asam kuat. Contoh asam kuat adalah HCl, HNO₃, H₂SO₄, dan HClO₄. Asam yang paling banyak digunakan dalam metode hidrosisi asam adalah H₂SO₄ dan HCl. Asam kuat dapat menghilangkan bagian amorf dari suatu rantai selulosa sehingga isolasi pada bagian kristalin selulosa dapat dilakukan (Klemm et al., 1998). Mekanisme hidrolisis nanoselulosa dengan asam kuat ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Mekanisme hidrolisis asam dengan asam kuat (Klemm et al., 1998).

Sintesis nanoselulosa menggunakan hidrolisis asam terjadi pada temperatur yang cukup tinggi dan berada pada media asam dalam waktu yang cukup lama. Hal ini dapat menyebabkan selulosa terhidrolisis menjadi selulosa dengan berat molekul yang rendah. Keaktifan asam pekat untuk menghidrolisis selulosa berbeda-beda. Untuk keaktifan yang sangat tinggi dimiliki oleh asam oksalat, asam nitrat, asam sulfat dan asam klorin adalah asam yang aktif, sedangkan asam-asam organik merupakan asam asam yang tidak aktif. Setelah dilakukan hidrolisis dengan asam sulfat, kristalinitas selulosa nanokristal meningkat menjadi 60,3% yang menunjukkan bahwa sebagian besar daerah amorf telah dihapus dari selulosa yang dimurnikan (Oke, 2010).

2.2.2 Aplikasi Nanoselulosa

Pemanfaatan selulosa murni dalam bidang material maju hampir tanpa batasan. Penggunaan nanoselulosa untuk material maju yang prospektif pada dekade terakhir adalah kertas nano, nanokomposit, energi terbarukan, penyimpanan energi, dan biomedis.

1. Kertas Nano

Kertas nano yang diproduksi dengan 100% nanoselulosa mampu meningkatkan kekuatan dan modulus kertas masing-masing sebesar 228% dan 317% lebih tinggi daripada kertas dengan bahan dasar pulp ukuran mikro (Gonzalez et al, 2014). Selain itu, nanoselulosa dapat meningkatkan sifat ketahanan lapisan film berbasis kertas terhadap oksigen melalui metode pelapisan permukaan sehingga porositas film dapat diturunkan (Shimizu et al, 2016).

2. Nanokomposit

Komposit ramah lingkungan dapat dibuat dengan menggunakan matriks dari selulosa dengan penguat nanoselulosa yang disebut dengan istilah *all-cellulose* nanokomposit. Nanokomposit tersebut dibuat dalam bentuk film atau dengan proses pemintalan (*spinning*) (Hooshmand et al, 2014). Aplikasi komposit untuk aplikasi otomotif adalah produsen mobil *Ford* (*Ford Motor Company, Michigan*) mengklaim bahwa mengefisiensikan penggunaan mobil produksi mereka karena dapat menurunkan bobot kendaraan sebanyak 349 kg dengan cara mensubstitusi komponen badan mobilnya dengan komposit (Shatkin et al, 2014).

3. Energi Terbaharukan dan Penyimpanan Energi

Nanoselulosa dalam energy terbaharukan dapat berperan sebagai material untuk produksi hidrogen. Sampai saat ini, teknologi untuk memproduksi gas H₂ adalah dengan proses fotokatalitik pemecahan molekul air (Li et al, 2009). Selain itu, nanoselulosa dapat berperan sebagai material pendukung sel bahan bakar yaitu pada *Proton Exchange Membrane Fuel Cell* (PEMFC). Pembuatan PEMFC saat ini masih menggunakan nanoselulosa dari selulosa bakteri karena selulosa bakteri

diproduksi dalam bentuk membran. Membran nanoselulosa dapat diproduksi dengan metode pemintalan (*spinning*) melalui teknik *forming* (Jiang et al, 2015). Nanoselulosa dapat dijadikan material pendukung dalam sel surya. Jika dibandingkan dengan bahan anorganik, *Dye Sensitized Solar Cells* (DSSC) berbasis bahan organik memiliki keunggulan karena lebih murah, tidak beracun, dan tersedia melimpah. (Salvador et al, 2014). Penelitian nanoselulosa sebagai penyimpan energi difokuskan pada baterai berbasis litium (LiB) dan komposit selulosa. Dalam sistem LiB, nanoselulosa digunakan dalam material pemisah, elektrolit, dan elektroda (Nystrom et al, 2009).

4. Penyerap Logam Berat

Nanoselulosa dengan luas permukaan yang sangat besar serta keberadaan gugus karboksilnya dapat meningkatkan jerapan terhadap logam berat. Albernaz, Joanitti, Lopes, dan Silva (2015) mengisolasi CNC dari sekam padi untuk mengadsorpsi Cd (II), Al (III), dan Na (I). Setelah proses adsorpsi, material dapat diregenerasi kembali dengan menggunakan HCl atau NaCl.

5. Biomedis

Pemanfaatan nanoselulosa sebagai penghantar obat didasari oleh keunggulan luas permukaan nanoselulosa yang besar untuk memaksimalkan kapasitas input zat aktif obat (Plackett, 2014). Nanoselulosa yang diisolasi menggunakan metode oksidasi tempo dapat digunakan sebagai material biosensor dan diagnosa (Orelma, 2012).

2.3 Analisis XRD

XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal. Metode penentuan kristalinitas menggunakan XRD memiliki kelebihan dibandingkan dengan metode lainnya karena data kristalinitas selulosa yang dihasilkan lebih rinci. Difraksi sinar X menunjukkan sinyal kuat pada fraksi kristalin selulosa. Sinyal tersebut digunakan untuk menentukan parameter kristalografis, misalnya jarak antarunit sel kristal (Cullity, 1997).

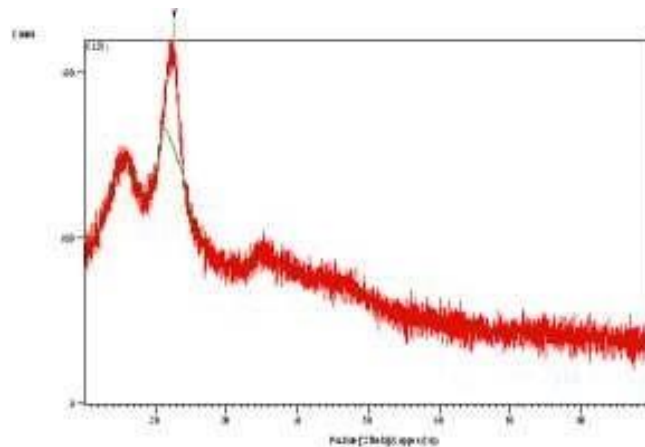
Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom. Radiasi yang digunakan berupa radiasi sinar-X, elektron, dan neutron. Sinar-X merupakan foton dengan energi tinggi yang memiliki panjang gelombang berkisar antara 0.5 sampai 2.5 Å. Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material, maka sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisikan, dan sebagian lagi dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi inilah yang dideteksi oleh XRD. Berkas sinar X yang dihamburkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasanya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasanya sama. Berkas sinar X yang saling menguatkan itulah yang disebut sebagai berkas difraksi (Ahtee et al., 1983). Hukum Bragg merumuskan tentang persyaratan yang harus dipenuhi agar berkas

sinar X yang dihamburkan tersebut merupakan berkas difraksi yang ditunjukkan dengan persamaan:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots 2.1$$

Dimana n merupakan orde (0, 1, 2, 3, ...), λ merupakan panjang gelombang sinar X, d merupakan jarak antarbidang dalam kristal, dan θ merupakan sudut deviasi (Cullity, 1997).

Hertiwi et al (2020) telah membuat nanoselulosa dari kulit bawang merah menggunakan metode hidrolisis asam dengan variasi waktu pengadukan. Hasil XRD kulit bawang merah dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Hasil analisis XRD nanoselulosa kulit bawang merah (Hertiwi et al., 2020)

Berdasarkan hasil analisis XRD kulit bawang merah puncak yang dihasilkan nano selulosa pada 2θ yaitu sebesar 16,57 dan 22,62. Berdasarkan perhitungan menggunakan metode Segal, indeks kristalinitas yang diperoleh dari hidrolisis asam selulosa kulit bawang merah yaitu sebesar 78,66%. Berdasarkan persamaan Scherrer diperoleh sebesar 12,61 nm.

Metode empiris Segal ditunjukkan dengan persamaan:

$$Crl = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \% \dots\dots\dots 2.2$$

Dengan Crl adalah intensitas hamburan area kristalin dan Iam adalah intensitas hamburan amorf. Intensitas hamburan kristalin terletak pada kisi (002) dan memiliki sudut difraksi 2θ sekitar 22° (Segal et al., 1959).

Persamaan Scherrer ditunjukkan dengan persamaan:

$$D = \frac{K \lambda}{B \cos \theta} \dots\dots\dots 2.3$$

Dengan K merupakan konstanta Scherrer (0,9), λ merupakan panjang gelombang sinar X (1,542 Å) dan B merupakan *Full Width at Half Maximum* (FWHM). Dimana $FWHM_{\text{sample}}$ adalah lebar puncak difraksi puncak pada intensitas setengah maksimum dari sampel benda uji dan $FWHM_{\text{standard}}$ adalah lebar puncak difraksi material standard yang sangat besar puncaknya berada di sekitar lokasi puncak sampel yang akan dihitung (Scherrer, 1918).

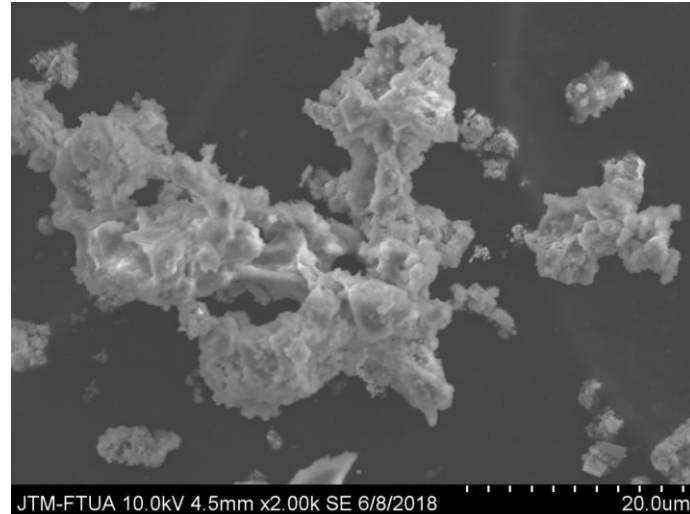
2.4 Analisis SEM

Analisis morfologi permukaan sampel diperiksa secara luas menggunakan SEM. SEM merupakan teknik karakterisasi material yang digunakan untuk melihat struktur mikro dan morfologi permukaan partikel sampai pada ukuran 1 nm. SEM dapat membentuk bayangan permukaan cuplikan secara mikroskopik dan mempunyai daya pisah sekitar 0,5 nm dengan perbesaran maksimum sekitar 500.000 kali. SEM dapat membentuk bayangan permukaan. Struktur permukaan suatu benda dipelajari dengan mikroskop elektron pancaran karena jauh lebih

mudah untuk mempelajari struktur permukaannya secara langsung (Stokes, 2008).

Prinsip dasarnya, SEM menggunakan sinyal yang dihasilkan elektron untuk dipantulkan atau berkas sinar elektron sekunder yaitu sinyal elektron *Backscattered Electrons* dan *Secondary Electrons*. SEM menggunakan prinsip scanning dengan prinsip utamanya adalah berkas elektron diarahkan pada titik-titik permukaan spesimen. Gerakan elektron diarahkan dari satu titik ke titik lain pada permukaan spesimen. Apabila seberkas sinar elektron ditembakkan pada permukaan spesimen maka sebagian elektron itu akan dipantulkan kembali dan sebagian lagi akan diteruskan. Apabila permukaan spesimen tidak rata, banyak lekukan, lipatan atau lubang-lubang maka tiap bagian permukaan itu akan memantulkan elektron dengan jumlah dan arah yang berbeda dan jika ditangkap detector akan diteruskan ke sistem layer dan akan diperoleh gambaran yang jelas dari permukaan spesimen dalam bentuk tiga dimensi. Gambar dibentuk sebagai hasil SEM dan variasi-variasi intensitas sinyal elektron dikumpulkan berupa elektron beam dengan daerah scan. Gambar yang terbentuk berguna untuk menganalisis sampel karena berupa struktur tiga dimensi dan pembesaran dengan resolusi tinggi (Smith, 1990).

Yanti dan Astuti (2018) telah membuat nanoselulosa dari kulit manggis. Hasil analisis SEM ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Hasil SEM nanoselulosa kulit manggis (Yanti dan Astuti, 2018)

Gambar 2.7 menunjukkan hasil SEM nanoselulosa dengan perbesaran 2000 kali, bisa dilihat bahwa morfologi permukaan partikel masih terdapat gumpalan dan membentuk kelompok-kelompok (*cluster*). Bersatunya selulosa tersebut diduga masih terdapat lignin dan hemiselulosa yang menyerupai perekat.

III. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Fisika Material, Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung pada bulan Maret - Mei 2022. Karakterisasi XRD di *Green Labs* Bandung dan karakterisasi SEM di dilakukan di BATAN Tangerang.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 3.1 sedangkan bahan-bahan yang digunakan ditunjukkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Alat penelitian

No	Nama alat	Fungsi
1	Gelas beker merk Boro 3.3	Sebagai wadah sampel
2	Gelas ukur merk Boro 3.3	Sebagai pengukur larutan yang akan digunakan
3	Labu <i>Erlenmeyer</i> merk Boro 3.3	Sebagai wadah larutan dan menghomogenkan larutan dengan aquadest
4	Cawan petri	Sebagai wadah sampel ketika akan dioven
5	<i>Hot plate</i> LKTC-B1-T 85.2	Sebagai pemanas sampel yang telah diberi larutan NaOH
6	<i>Magnetic stirrer</i>	Sebagai penghomogen sampel dengan larutan NaOH
7	Faithful <i>waterbath</i>	Sebagai pemanas sampel yang telah diberi larutan H ₂ SO ₄
8	Neraca analitik	Sebagai penimbang sampel yang akan diteliti
9	Sendok	Sebagai pengaduk dan pengambil sampel
10	Penyaring	Sebagai penyaring sampel dari larutan
11	Oven merk cosmo	Sebagai pengering sampel
12	Blender merk philips	Sebagai penghalus kulit bawang merah
13	Mortar	Sebagai penghalus serbuk sampel akhir
14	Tisu	Sebagai pengering alat-alat penelitian
15	Plastik <i>wrap</i>	Sebagai penutup sampel agar tidak terkontaminasi kotoran
16	<i>Aluminium foil</i>	Sebagai pelapis alat-alat penelitian yang akan dimasukkan ke dalam oven
17	Kertas lakmus merk Jinlida	Sebagai pengukur pH sampel

Tabel 3.2 Bahan penelitian

No	Nama Bahan	Fungsi
1	Kulit bawang merah	Sebagai sampel penelitian
2	NaOH merk MERO	Sebagai proses isolasi selulosa
3	H ₂ SO ₄ 94%	Sebagai sintesis nanoselulosa
4	H ₂ O ₂ 33%	Sebagai proses bleaching
5	Etanol 98%	Sebagai pensterilisasi alat-alat penelitian
6	Aquades	Sebagai pencair larutan kimia dan pencuci sampel

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini meliputi preparasi sampel, isolasi selulosa, sintesis nanoselulosa, dan karakterisasi nanoselulosa.

3.3.1 Preparasi Sampel

Langkah pertama adalah kulit bawang merah di keringkan di bawah sinar matahari, kemudian di haluskan menggunakan blender sampai menjadi serbuk. Setelah itu kulit bawang merah yang telah halus di cuci dengan larutan aquades dan etanol dengan perbandingan 1 : 1.

3.3.2 Isolasi Selulosa

Kulit bawang merah sebanyak 5 gram dibuat menjadi empat sampel. Kemudian direndam dengan 50 ml larutan NaOH 10%, kemudian di aduk menggunakan *magnetic stirrer* dan direndam selama 24 jam. Setelah itu, disaring menggunakan penyaring. Sampel yang diperoleh kemudian direndam kembali dengan 50 ml larutan H₂O₂ 10 % selama 24 jam. Kemudian campuran tersebut disaring dan sampel yang dihasilkan dicuci dengan aquadest hingga pH netral (7x pencucian). Setelah itu sampel sampel di oven dengan suhu 60°C hingga kering.

3.3.3 Isolasi Nanoselulosa

Penelitian ini menggunakan metode kimia yaitu hidrolisis asam untuk menyintesis nanoselulosa. Sampel kulit bawang merah akan dibagi menjadi empat sampel dengan konsentrasi H₂SO₄ yang berbeda-beda seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Variasi sampel penelitian yang akan digunakan

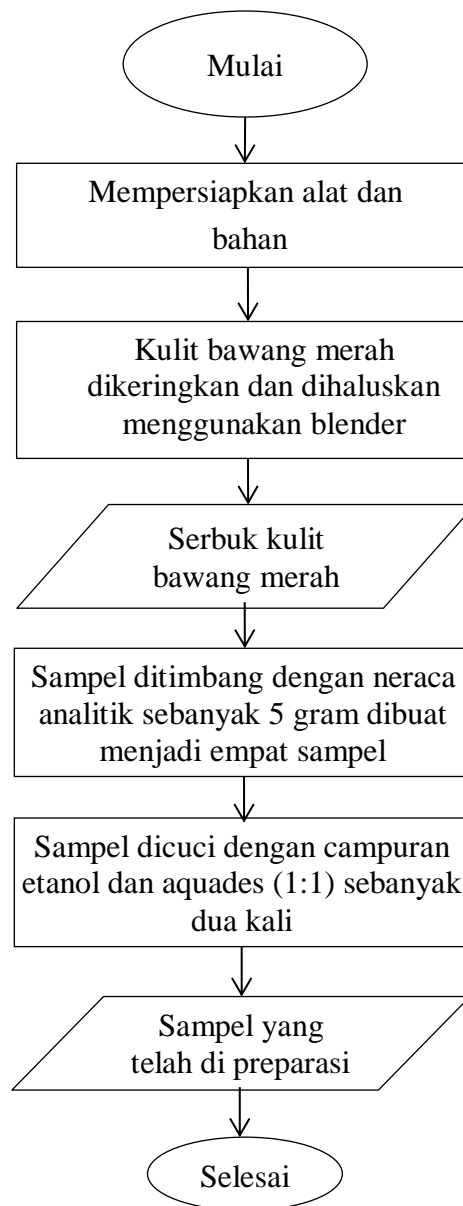
Nama Sampel	Konsentrasi H ₂ SO ₄
A	5 %
B	10 %
C	15%
D	20%

Kulit bawang merah diberi 50 ml larutan H₂SO₄ dengan variasi konsentrasi yang ditunjukkan pada Tabel 3.3. Kemudian dipanaskan dengan *waterbath* selama 3,5 jam pada suhu 50 °C. Setelah itu, campuran tersebut disaring dan sampel yang dihasilkan dicuci dan dinetralkan menggunakan aquadest. Kemudian sampel di oven dengan suhu 60°C hingga kering. Sebelum dikarakterisasi, sampel dihaluskan dengan menggunakan mortar.

3.4 Diagram Alir

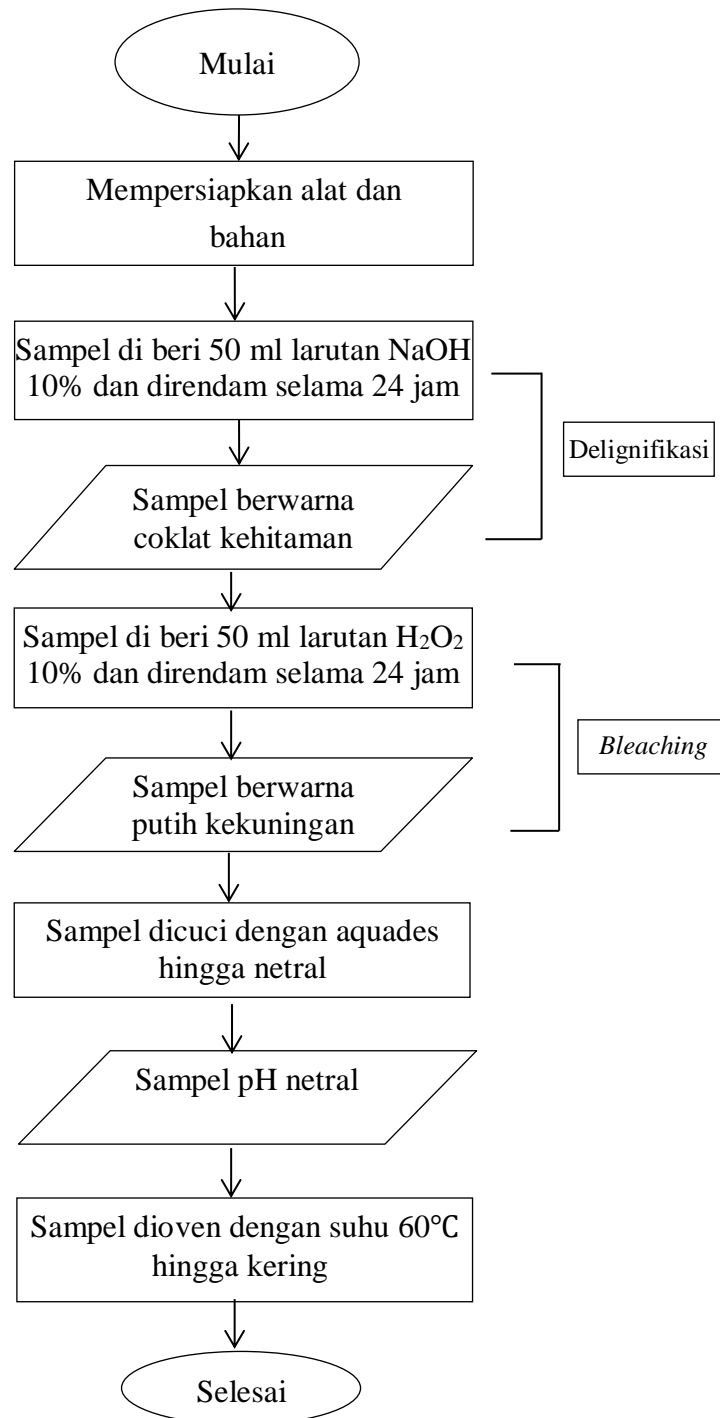
Terdapat tiga diagram alir pada penelitian ini yaitu diagram alir preparasi sampel yang ditunjukkan pada Gambar 3.1, diagram alir isolasi selulosa yang ditunjukkan pada Gambar 3.2 dan diagram alir isolasi nanoselulosa yang ditunjukkan pada Gambar 3.3.

Diagram alir preparasi sampel ditunjukkan pada Gambar 3.1.



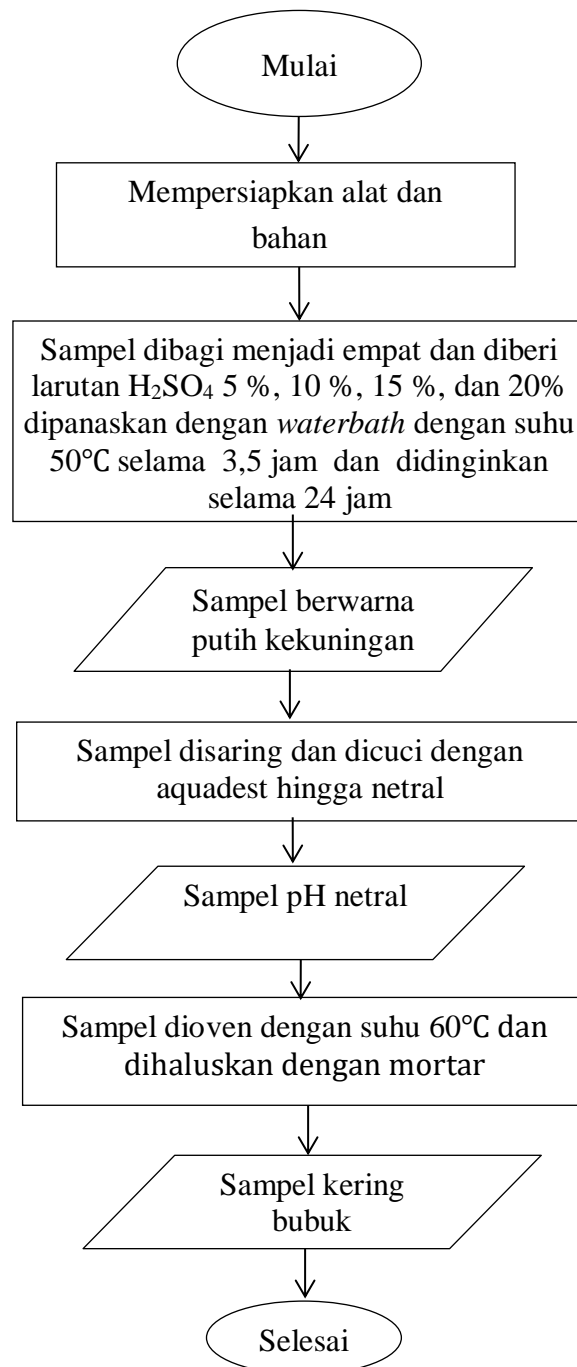
Gambar 3.1 Diagram alir preparasi sampel

Diagram alir isolasi selulosa ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Diagram alir isolasi selulosa

Diagram alir isolasi nanoselulosa ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Diagram alir isolasi nanoselulosa

V. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat diambil kesimpulan bahwa variasi konsentrasi H_2SO_4 berpengaruh terhadap ukuran kristalit nanoselulosa, semakin tinggi konsentrasi H_2SO_4 maka semakin besar ukuran kristalit nanoselulosa yang dihasilkan dan konsentrasi optimum H_2SO_4 untuk membuat nanoselulosa dari kulit bawang merah adalah sebesar 20% sedangkan morfologi nanoselulosa kulit bawang merah masih bersatu membentuk lempeng-lempeng batuan.

5.2 Saran

Penelitian lebih lanjut dalam penyempurnaan penelitian ini dapat berupa penambahan variabel misalnya pengaruh variasi waktu saat menghidrolisis karena variabel tersebut dapat mempengaruhi sifat fisik nanoselulosa yang dihasilkan dan sebaiknya perbesaran SEM ditambah menjadi 20.000 hingga 25.000 kali. Selain itu juga diperlukan pengujian TEM untuk mengamati struktur dengan resolusi yang lebih tinggi yang tidak sekedar dipermukaan, namun struktur pada lapisan yang lebih dalam. Serta diharapkan supaya lebih steril dalam melakukan penelitian agar sampel tidak terkontaminasi dan membentuk senyawa lain.

DAFTAR PUSTAKA

- Albernaz, V. L., Joanitti, G. A., Lopes, C. A. P., Silva, L. P. 2015. Cellulose Nanocrystals Obtained from Rice By-Products and Their Binding Potential to Metallic Ions. *Journal Nanomaterials*, pp 1–8.
- Ahtee, M., Hattula, T., Mangs, J., Paakkari T. 1983. An X-Ray Diffraction Method for Determination of Crystallinity of Wood Pulp. *Paperi ja Puu*, 65, pp 475–480.
- Arjuna, A., Natsir, S., Khumaerah, A. A dan Yulianty, R. 2018. Modifikasi Serat Limbah Kubis Menjadi Nanokristalin Selulosa Melalui Metode Hidrolisis Asam. *Galenika Journal of Pharmacy*, 4(2), pp 119-125.
- Benitez, V. E., Molla, M. A., Martín, C. Y., Aguilera, F. J., Lopez-Andreu, K., Cools, L. A., Terry, R. M., Esteban. 2011. Characterization of Industrial Onion Wastes (*Allium cepa* L.) Dietary Fibre and Bioactive Compounds. *Plant Foods for Human Nutritio*, 66, pp 48–57.
- Bondenson, D., Mathew, A., Oksman, K. 2006. Optimization of The Isolation of Nanocrystals from Microcrystalline Cellulose by Acid Hydrolysis. *Cellulose*, 13, pp 171–180.
- Chang, C dan Zhang, L. 2011. Cellulose-Based Hydrogels Present Status and Application Prospects. *Carbohydrate Polymers*, 84 (1), pp 40–53.
- Chen, H. 2014. Chemical Composition and Structure of Natural Lignocellulose. *Biotechnology of Lignocellulose Theory and Practice*, pp 25–71.
- Cullity, B. D. 1977. *Element of X-Ray Diffraction Second Edition*. Addison Wesley Publishing Company, Inc, California, pp. 3, 4, 82.
- Filson, P dan Dawsonandoh, B. 2009. Sono-chemical preparation of cellulose nanocrystals from lignocellulose derived materials. *Bioresource Technology*, 100(7), 2259–2264.
- Ford, E. N. J., Mendon, S. K., Thames, S. F dan Rawlins, J. W. 2010. X-ray Diffraction of Cotton Treated with Neutralized Vegetable Oil-based

- Macromolecular Crosslinkers. *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 5(1), 948–956.
- Future Market, Inc. 2012. *The Global Market for Nanocellulose 2017–2027*. Edinburgh: Future Market, Inc. pp 20.
- Gonzalez, I., Alcalá, M., Chinga, C. G., Vilaseca, F., Boufi, S., Mutje, P. 2014. From Paper to Nanopaper : Evolution of Mechanical and Physical Properties. *Cellulose*, 21(4), pp 2599–2609.
- Gordon, J. E. 1968. *The New Science of Strong Materials: Or Why You Don't Fall Through The Floor*. New Jersey. Princeton University Press, pp 169-175.
- Hertiwi, L.R., Afni, N.L., Sanjaya I.G. M. 2020. Ekstraksi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Limbah Kulit Bawang Merah. *Journal Education and Chemistry*, 2 (1), pp 77-81.
- Hooshmand, S., Aitomaki, Y., Skrifvars, M., Mathew, A. P., Oksman, K. 2014. All Cellulose Nanocomposite Fibers Produced by Melt Spinning Cellulose Acetate Butyrate and Cellulose Nanocrystals. *Cellulose*, 21(4), pp 2665–2678.
- Ioelovich, M. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanoscience and Nanotechnology*. 2(2), pp 9–13.
- Jiang, G.-P., Zhang, J., Qiao, J.-L., Jiang, Y.-M., Zarrin, H., Chen, Z., Hong, F. 2015. Bacterial Nanocellulose Nafion Composite Membranes for Low Temperature Polymer Electrolyte Fuel Cells. *Journal of Power Sources*, 273, pp 697–706.
- Klemm, D. Philipp, B. Heinze, T. Heinze, U., Wagenknecht, W. 1998. *Comprehensive Cellulose Chemistry: Fundamentals and Analytical Methods*. Wiley-VCH Verlag GmbH. Weinheim, Jerman. (1), pp 19-37.
- Kim, J. H. Shim, B. S. Kim, H. S. Lee, Y. J. Min, S. K. Jang, D. Abas, Z., Kim, J. 2015. Review of Nanocellulose for Sustainable Future Materials. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing Green Technology*, 2(2), pp 197–213.
- Kondo, T. Kose, R. Naito, H., Kasai, W. 2014. Aqueous Counter Collision Using Paired Water Jets As A Novel Means of Preparing Bio-Nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, 112, pp 284–290.
- Lee, H. V., S. B. A., Hamid, S. K., Zain. 2014. Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose : Structure and Chemical Process. Review Article. *Sciencetific World Journal*. Vol 27, 631013.
- Li, X., Chen, S., Hu, W., Shi, S., Shen, W., Zhang, X., Wang, H. 2009. In Situ

Synthesis of CdS Nanoparticles on Bacterial Cellulose Nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, 76 (4), pp 509–512.

Li, J., Wei, X., Wang, Q., Chen, J., Chang, G., Kong, L., Liu, Y. 2012. Homogeneous Isolation of Nanocellulose from Sugarcane Bagasse by High Pressure Homogenization. *Carbohydrate Polymers*, 90(4), pp 1609–1613.

Li, W., Yue, J., Liu, S. 2012. Preparation of Nanocrystalline Cellulose Via Ultrasound and Its Reinforcement Capability for Poly (Vinyl Alcohol) Composites. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19, pp 479-485.

Liu, D., Xiaoyu, C., Yiying, Y., Mindong, C., Qinglin, W. 2011. Structure and Rheology of Nanocrystalline Cellulose. *Carbohydrate Polymers*, 84, pp 316–322.

Liu, H., Lynne, S. T., Edgar, K. J. 2015. The Role of Polymers in Oral Bioavailability Enhancement: A review. *Polymer*, 77, pp 399–415.

Man, Z., Nawshad, M., Ariyanti, S., Mohamad, A. B., Vignesh, K. M., Sikander, R. 2011. Preparation of Cellulose Nanocrystals Using an Ionic Liquid. *Journal of Polymer and the Environment*, 19, pp726-731.

Montanari, S., Mohamad, R., Laurent, H., Michel, R. V. 2005. Topochemistry of Carboxylated Cellulose Nanocrystals Resulting from TEMPO-Mediated Oxidation. *Macromolecules*, 38, pp 1665-1671.

Nadanathangam, V dan Satyamurthy, P. 2011. Preparation of Spherical Nanocellulose by Anaerobic Microbial Consortium. *Biotechnology and Food Science IPCBEE*, 7, pp181-183.

Nechyporchuk, O., Pignon, F., Belgacem, M. N. 2015. Morphological Properties of Nanofibrillated Cellulose Produced Using Wet Grinding As An Ultimate Fibrillation Process. *Journal of Materials Science*, 50(2), pp 531–541.

Nechyporchuk, O., Belgacem, M. N., Bras, J. 2016. Production of Cellulose Nanofibrils: A Review of Recent Advances. *Industrial Crops and Products*, 93, p p2–25.

Nishiyama, Y., Langan, P., Chanzy, H.,. 2002. Crystal Structure and Hydrogen Bonding System in Cellulose I β from Synchrotron X-Ray and Neutron Fiber Diffraction. *Journal of the American Chemical Society*. Vol. 124 No. 31, pp. 9075–19081.

Nishiyama, Y., Sugiyama, J., Chanzy, H., Langan, P. 2003. Crystal Structure and Hydrogen Bonding System in Cellulose I α from Synchrotron X-Ray and Neutron Fiber Diffraction. *Journal of the American Chemical Society*. Vol. 125

No. 47, pp. 14300–14306.

Nystrom, G., Razaq, A., Stromme, M., Nyholm, L., Mihranyan, A. 2009. Ultrafast All-Polymer Paper Based Batteries. *Nano Letters*, 9(10), pp 3635– 3639.

Ningtyas, K.R., Muslihudin, R., Sari, I.N. 2020. Synthesis Of Nanocellulose From Agricultural Waste Using Variation Acid Contraction. *Jurnal Penelitian Terapan*, 20 (2), pp142-147.

Oke, I. 2010. Nanoscience In Nature Cellulose Nanocrystals. *Surg*, 3(2). pp 77-80.
Orelma, H., Filpponen, I., Johansson, L. S., Osterberg, M., Rojas, O. J., Laine, J. 2012. Surface Functionalized Nanofibrillar Cellulose (NFC) Film As A Platform for Immunoassays and Diagnostics. *Biointerphases*, 7(1–4), 61.

Plackett, D. V., Letchford, K., Jackson, J. K., Burt, H. M. 2014. A Review of Nanocelluloses As a Novel Vehicle for Drug Delivery. *Nordic Pulp and Paper Research*, 29(1), pp105–118.

Reddy, J. P dan Rhim, J.W. 2018. Extraction and Characterization of Cellulose Microfibers from Agricultural Wastes of Onion and Garlic. *Journal of Natural Fibers*, 15(4), pp 465–473.

Riama, G., Veranika, A., Prasetyowati, P. 2012. Pengaruh H₂O₂ Konsentrasi Naoh Dan Waktu Terhadap Derajat Putih Pulp Dari Mahkota Nanas. *Jurnal Teknik Kimia*, 18 (3), pp 25-34.

Robinson, T. 1995. Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi, Edisi VI, pp191-216,

Salak, F., Daneshvar, S., Abedi, J. 2013. Adding Value to Onion (*Allium Cepa* L.) Waste by Subcritical Water Treatment. *Fuel Processing Technology*, 112: pp 86–92.

Salvador, G. P., Pugliese, D., Bella, F., Chiappone, A., Sacco, A., Bianco, A., Quaglio, M. 2014. New Insights In Long-Term Photovoltaic Performance Characterization of Cellulose-Based Gel Electrolytes for Stable Dye-Sensitized Solar Cells. *Electrochimica Acta*, 146, pp 44–51.

Scherrer, P. 1918. Bestimmung der Grosse und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Rntgenstrahlen, *Nachr. Ges. Wiss. Gottingen* 26, pp 98-100.

Segal, L. C., Creely, J. J., Martin, A. E. J., 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(10), pp 786–794.

- Sehaqui, H., Zhou, Q., Berglund, L. A. 2011. High-Porosity Aerogels of High Specific Surface Area Prepared From Nanofibrillated Cellulose (NFC). *Composite Science and Technology*, 71(13), pp1593–1599.
- Shatkin, J. A., Wegner, T. H., Bilek, E. M., Cowie, J. 2014. Market Projections of Cellulose Nanomaterial-Enabled Products- Part 1: Applications. *TAPPI Journal*, 13(5), pp 9–16.
- Shimizu, M., Saito, T., Isogai, A. 2016. Water Resistant and High Oxygen-Barrier Nanocellulose Films With Interfibrillar cross-Linkages Formed Through Multivalent Metal Ions. *Journal of Membrane Science*, 500, pp1–7.
- Skoog, D. 1998. *Principles Instrumental Analysis. 5th edition*. New York: John Wiley and Sons, pp 837-847.
- Smith, W. F. 1990. Material Science Engineering. University of Central Florida. Florida, pp 102,616, 634.
- Stokes, D. J. 2008. Principles and Practice of Variable Pressure/ Environmental. New York: John Willey and Sons, Inc, pp 52-54.
- Sturcova, A., Davies, G. R., Eichhorn, S. J. 2005. Elastic Modulus And Stress-Transfer Properties Of Tunicate Cellulose Whiskers. *Biomacromolecules*, 6(2), pp1055–1061.
- Turbak, A. F., Snyder, F. W., Sandberg, K. R. 1983. Microfibrillated Cellulose, A New Cellulose Product: Properties, Uses And Commercial Potential. *Journal of Applied Polymer Science: Applied Polymer Symposium*, 37, pp 815–827.
- Wang, N., Enyong, D., Rongshi, C. 2008. Preparation and Liquid Crystalline Properties of Spherical Cellulose Nanocrystals. *Langmuir*, 24, pp 5-8.
- Wawro, D. Włodzimierz, S dan Andrzej, B. 2009. Manufacture of Cellulose Fibres from Alkaline Solutions of Hydrothermally Treated Cellulose Pulp. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 17(74), pp 18-22.
- Woehrle, G.H., Hutchison, J., Ozkar, S., Finke, R. 2006. Analysis of Nanoparticle Transmission Electron Microscopy Data Using a Public Domain Image Processing Program, Image. *Turk J. Chem.*, (30) pp 1 – 13.
- Yanti, W. R.O dan Astuti. 2018. Sintesis Nanokristal perak menggunakan ekstrak kulit buah manggis (*Garcinia Mangostana L*). *Jurnal Fisika Unand*. 7 (3) ; 286-291.
- Yu, H., Qin, Z., Liang, B., Liu, N., Zhou, Z., Chen, L., (2013), “Facile Extraction

of Thermally Stable Cellulose Nanocrystals with a High Yield of 93% Through Hydrochloric Acid Hydrolysis under Hydrothermal Conditions”, *Journal of Materials Chemistry A*, 1, 3938–3944.