

**PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI KAYU KERAS MAHONI
(*Swietenia mahagoni*) MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS ASAM**

(Skripsi)

Oleh

RYSA SONYA RENI PAULIN GULTOM



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

ABSTRAK

PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI KAYU KERAS MAHONI (*Swietenia mahagoni*) MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS ASAM

Oleh

RYSA SONYA RENI PAULIN GULTOM

Telah dilakukan pembuatan nanoselulosa berbasis kayu mahoni dengan metode hidrolisis asam. Natrium hidroksida (NaOH) digunakan dalam proses delignifikasi, sedangkan asam sulfat (H_2SO_4) sebagai larutan untuk menghidrolisis bahan utama. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik nanoselulosa berbahan dasar kayu keras mahoni berdasarkan variasi konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan, yaitu sebesar 19, 29, 39, dan 45%. Produk sampel berupa serbuk kristal nanoselulosa yang dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Hasil pengujian XRD menyatakan bahwa variasi konsentrasi H_2SO_4 39% memiliki ukuran partikel sebesar 3,6 nm dengan derajat kristalinitas tertinggi 80,48%.

Kata kunci: nanoselulosa, kayu keras, mahoni, hidrolisis asam

ABSTRACT

MANUFACTURING OF NANOCELLULOSE FROM MAHOGANY HARDWOOD (*Swietenia mahagoni*) USING ACID HYDROLYSIS

By

RYSA SONYA RENI PAULIN GULTOM

Extraction of the mahogany pulp as the main ingredient for the preparation of nanocellulose was carried out by acid hydrolysis method. Sodium hydroxide (NaOH) is used in the delignification process, while sulfuric acid (H₂SO₄) is used as a solution to hydrolyze the main ingredient. The aim of this research is to determine the characteristics of nanocellulose made from mahogany hardwood based on variations of the H₂SO₄ concentration used, namely 19, 29, 39, and 45%. The sample product is cellulose nanocrystal powder which is characterized using X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and Fourier Transform Infra Red (FTIR) Spectrophotometer. The result of the XRD stated that the variation of H₂SO₄ concentration affects the particle size of the cellulose nanocrystals and the crystallinity index. The sample that was hydrolyzed using 39% H₂SO₄ had a particle size of 3.6 nm with the highest of crystallinity index of 80.48%.

Keywords: nanocellulose, hardwood, mahogany, acid hydrolysis

**PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI KAYU KERAS MAHONI
(*Swietenia mahagoni*) MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS ASAM**

Oleh

RYSA SONYA RENI PAULIN GULTOM

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai 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 : PEMBUATAN NANOSELULOSA DARI
KAYU KERAS MAHONI (*Swietenia mahagoni*)
MENGGUNAKAN METODE HIDROLISIS
ASAM

Nama Mahasiswa : Rysa Sonya Reni Paulin Gustom

Nomor Pokok Mahasiswa : 1817041054

Jurusan : Fisika

Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Pembimbing I

Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D.
NIP. 195903081991031001

Pembimbing II

Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.
NIP. 196107231986031003

2. Ketua Jurusan Fisika FMIPA

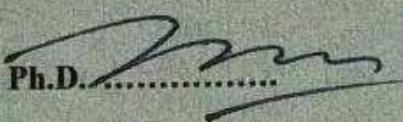
Gurum Ahmad Fauzi, S.Si., M.T.
NIP. 198010102005011002

MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

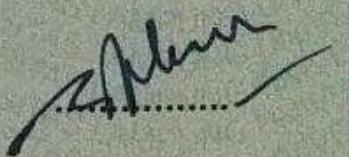
Ketua

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



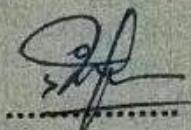
Sekretaris

: Drs. Pulung Karo Karo, M.Si.

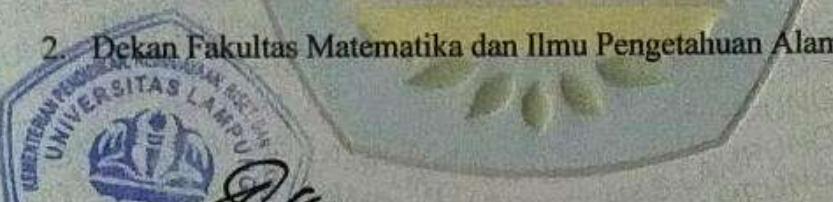


Penguji

Bukan Pembimbing : Sri Wahyu Suciyati, S.Si., M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



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

NIP. 197407052000031001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : 16 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 atau pendapat 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, 16 November 2022



Rysa Sonya Reni Paulin Gultom
NPM. 1817041054

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kota Palembang pada tanggal 23 November 2000, sebagai anak pertama dari tiga bersaudara, dari pasangan Ragnar Samuel J. Gultom dan Sabaria Tarigan. Penulis memulai Pendidikan Dasar di SD Baptis Palembang dan selesai pada tahun 2012. Kemudian melanjutkan Pendidikan Menengah Pertama di SMP Negeri 1 Sawahlunto, Sumatera Barat sampai tahun 2014 dan menyelesaikan tahun terakhir di SMP Negeri 3 Palembang sampai tahun 2015. Selanjutnya, penulis melanjutkan Pendidikan Menengah Atas di SMA Negeri 1 Palembang dan selesai pada tahun 2018.

Penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN) pada tahun 2018. Pada tahun 2021, penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT. PLN (Persero) Keramasan Palembang dengan judul “Analisis Minyak Pelumas pada *Steam Turbine* Menggunakan Alat Uji Minilab 53 di PT. PLN (Persero) Keramasan Palembang”. Penulis pernah menjadi salah satu delegasi Universitas Lampung dalam mengikuti Kuliah Kerja Nyata (KKN) Bersama BKS PTN Wilayah Barat tahun 2021 yang berlokasi di Universitas Jambi, Provinsi Jambi. Pada tahun 2022, penulis berkesempatan menjadi asisten praktikum Fisika Inti untuk periode semester ganjil tahun ajaran 2022/2023 .

PERSEMBAHAN

Dengan rasa syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa, kupersembahkan karya ini
kepada

*Kedua orang tuaku
Papa dan Mama tercinta*

dan

Kedua adik yang aku sayangi

*Sahabat-sahabatku yang setia memberi dukungan dan semangat
Rekan-rekan seperjuangan Fisika FMIPA 2018*

Serta Almamater tercinta
"Universitas Lampung"

MOTTO

*Trust in the **LORD** with all your heart and lean not on your own understanding; in all your ways submit to **HIM**, and **HE** will make your paths straight.*

- Proverbs 3:5-6-

Learn from yesterday, live for today, hope for tomorrow. The important thing is not to stop questioning.

-Albert Einstein-

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis haturkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pembuatan Nanoselulosa dari Kayu Keras Mahoni (*Swietenia mahagoni*) Menggunakan Metode Hidrolisis Asam”**. Tujuan penulisan skripsi ini adalah sebagai salah satu usaha untuk melatih mahasiswa agar berpikir cerdas dan kreatif dalam menulis karya ilmiah serta syarat menempuh mata kuliah skripsi untuk menyelesaikan program Sarjana.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam isi maupun penyajian skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang dapat membangun penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun pembaca.

Bandar Lampung, 16 November 2022

Penulis

SANWACANA

Puji syukur penulis haturkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Pembuatan Nanoselulosa dari Kayu Keras Mahoni (*Swietenia mahagoni*) Menggunakan Metode Hidrolisis Asam”**. Terwujudnya skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Dengan segala kerendahan hati dan rasa hormat, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak Prof. Drs. Posman Manurung, M.Si., Ph.D selaku pembimbing akademik sekaligus pembimbing utama skripsi yang telah memberi bimbingan, motivasi, nasihat beserta ilmu pengetahuan.
2. Ibu Sri Wahyu Suciayati, S.Si., M.Si. selaku penguji yang telah memberikan masukan dan koreksi dalam penulisan skripsi serta membantu mendanai penelitian ini.
3. Bapak Drs. Pulung Karo Karo, M.Si. selaku pembimbing kedua yang telah memberikan saran dan motivasi dalam penulisan skripsi.
4. Orang tuaku, Papa dan Mama serta adik-adik, Solenne dan Sophia yang selalu memberi dukungan doa dan semangat.
5. Para sahabatku, Anisyah Anggraini, Cahlia Kurnia, dan Rethanita Zaharani yang setia menemani dan mendukung dalam menjalani perkuliahan sampai menyelesaikan penelitian serta skripsi.

6. Adi Sucipto, abang panutan yang selalu sabar dalam mengajari dan menyemangati serta Herlambang Sihombing, sahabat seperjuangan KKN di Jambi yang selalu dapat diandalkan.
7. Rekan-rekan di Laboratorium Material dan Inti, Farra Fazzria, Wiwin Sulistiani, Yessi Efridahniar, Firmanda Fardony, Wulan Warohmah, Eza Ariyani, Mirdha Khamidah, Hauzan Khairullah, serta Putu Bagus Raditya.
8. Rekan-rekan seperjuangan Fisika FMIPA 2018 Universitas Lampung.
9. Semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Kiranya Tuhan selalu memberkati Anda semua dalam segala pekerjaan.

Bandar Lampung, 16 November 2022

Rysa Sonya Reni Paulin Gultom

DAFTAR ISI

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

II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Nanoselulosa.....	6
2.2 Kayu Keras Mahoni (<i>Swietenia mahagoni</i>).....	10
2.3 Hidrolisis Asam.....	12
2.4 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	14
2.5 <i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	17
2.6 Spektrofotometer <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	19
III. METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	22
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	22
3.3 Prosedur Penelitian.....	24
3.3.1 Pembuatan Nanoselulosa.....	24
3.3.2 Karakterisasi.....	25
3.4 Diagram Alir Penelitian.....	26
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Hasil Sintesis Sampel.....	27
4.2 Hasil Analisis XRD.....	29
4.2.1 Hasil Analisis Kualitatif XRD.....	29
4.2.2 Hasil Analisis Kuantitatif XRD.....	32
4.3 Hasil Analisis SEM.....	38
4.4 Hasil Analisis Spektrofotometer FTIR.....	39
V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran.....	43
DAFTAR PUSTAKA	44
LAMPIRAN	49

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Rantai selulosa.....	6
2.2 Struktur dinding sel batang tumbuhan berkayu.....	7
2.3 Ilustrasi fasa kristalin dan amorf dalam serat mikro.....	8
2.4 Difraktogram nanoselulosa berbahan dasar campuran <i>Eucalyptus spp.</i> dan <i>Bixa spp.</i>	9
2.5 Bagian <i>Swietenia mahagoni</i> (a) daun, (b) batang, dan (c) akar.....	12
2.6 Difraksi sinar-X oleh suatu kristal.....	14
2.7 Aplikasi rumus Scherrer.....	17
2.8 Bagian-bagian alat SEM.....	18
2.9 Karakterisasi SEM <i>Acacia caesia</i>	18
2.10 Skema kerja alat spektrofotometer FTIR.....	19
2.11 Spektrum FTIR nanoselulosa berbahan dasar campuran <i>Eucalyptus spp.</i> dan <i>Bixa spp.</i>	21
3.1 Diagram alir penelitian.....	25
4.1 Hasil proses sintesis sampel (a) pemutihan ampas kayu mahoni, (b) praperlakuan, (c) hidrolisis asam, (d) pencucian dengan aquabides, (e) netralisasi, (f) penyaringan, (g) p-CNC, dan (h) pengeringan.....	27
4.2 CNC hasil hidrolisis H ₂ SO ₄ (a) 19%, (b) 29%, (c) 39%, dan (d) 45%..	28
4.3 Difraktogram hasil XRD.....	30
4.4 Hasil penghalusan data XRD (a) CNC-19%, (b) CNC-29%, (c) CNC-39%, dan (d) CNC-45%.....	34
4.5 Hasil SEM sampel CNC-39%.....	38
4.6 Spektrum FTIR CNC.....	39

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Perbedaan anatomi kayu lunak dan keras.....	10
2.2 Klasifikasi tumbuhan mahoni daun kecil.....	11
2.3 Perbedaan hidrolisis asam dan basa.....	12
3.1 Alat-alat penelitian.....	23
3.2 Bahan-bahan penelitian.....	23
3.3 Variasi sampel penelitian.....	24
3.4 Spesifikasi alat dan karakterisasi.....	25
4.1 Hasil perhitungan derajat kristalinitas CNC.....	31
4.2 Hasil perhitungan ukuran partikel CNC.....	32
4.3 Parameter kesesuaian penghalusan data XRD CNC.....	35
4.4 Parameter fasa CNC dalam persen molar (%M).....	36
4.5 Parameter sel CNC fasa I _α	37
4.6 Parameter sel CNC fasa I _β	37
4.7 Hasil analisis FTIR CNC.....	40

I. PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Ide mengenai kemungkinan merekayasa suatu bahan pada skala yang sangat kecil untuk membentuk materi berukuran sebuah atom pada waktu yang sama pertama kali dicetuskan oleh Professor Richard Feynman pada tahun 1959 (Feynman, 1960). Konsep ini mengalami perkembangan seiring waktu hingga dikemukakannya istilah “nano” yang bermakna “kurcaci”. Nano umumnya digunakan untuk menyatakan awalan dalam sistem metrik senilai sepermilyar atau pada skala 10^{-9} . Jika dikaitkan dengan pengembangan sains, maka nano berhubungan erat dengan nanoteknologi. Definisi dari nanoteknologi itu sendiri ialah desain karakterisasi suatu bahan pada skala nanometer.

Titik temu nanosains dan nanoteknologi menghasilkan nanomaterial yang merupakan suatu perangkat, di mana paling sedikit satu dimensinya berkisar antara 1 sampai 100 nanometer. Nanomaterial digolongkan berdasarkan dimensinya mulai dari dimensi nol sampai tiga. Dimensi nol dikenal sebagai nanopartikel (Won *et al.*, 2010), sedangkan satu dimensi menghasilkan berbagai produk yang berbentuk tabung nano seperti nanokawat (Wang, 2000). Nanomaterial dua dimensi banyak memproduksi teknologi lapisan tipis (*thin films*) (Hennek *et al.*, 2012), sedangkan golongan tiga dimensi menghasilkan material

nanokomposit (Zhao *et al.*, 2017). Nanomaterial yang disintesis dari bahan alami selulosa dengan metode hidrolisis kimia menghasilkan nanoselulosa.

Selulosa merupakan komponen utama penyusun dinding sel tumbuhan pohon tingkat tinggi hingga organisme primitif, seperti alga, flagelata, dan bakteri (Fengel dan Wegener, 1983). Komponen penyusun selulosa berupa karbohidrat rantai lurus dengan glukosa sebagai monomer penyusunnya yang dihubungkan oleh ikatan hidrogen. Selulosa tidak larut dalam berbagai macam pelarut dan tahan terhadap berbagai perlakuan reaksi kimia, kecuali asam kuat, yang disebabkan adanya ikatan hidrogen antargugus hidroksil dalam rantai selulosa (Karlsson, 2006).

Prospek nanoselulosa pada teknologi material modern diaplikasikan dalam berbagai bidang, diantaranya nanokomposit dan biomedis. Pemanfaatan nanoselulosa yang telah dimodifikasi sebagai pelapis material komposit menghasilkan nanokomposit yang matriksnya berikatan kuat dan bersifat hidrofobik atau anti air (Hooshmand *et al.*, 2014). Nanoselulosa juga memiliki sifat tidak beracun, hidrofilik, memiliki kekuatan yang tinggi, dan kompatibel dengan organ tubuh manusia, sehingga dimanfaatkan dalam bidang biomedis. Salah satu aplikasinya berbentuk implan pada kerangka untuk rehabilitasi ligamen dan tendon yang terluka (Mathew *et al.*, 2012). Berdasarkan penemuan-penemuan produk nanoselulosa yang telah ada, penting bagi peneliti untuk mengetahui bahan dasar beserta metode pembuatannya untuk menghasilkan nanoselulosa yang memiliki sifat dan kinerja terbaik.

Penelitian yang dilakukan oleh Lin *et al.* (2019) memanfaatkan campuran kayu keras jenis *Eucalyptus spp.* dan *Bixa spp.* sebagai bahan dasar pembuatan nanoselulosa bertujuan untuk mengetahui tingkat kristalinitas produk *Cellulose Nano Crystal* (CNC) yang diperoleh. Pembuatan CNC dilakukan menggunakan metode hidrolisis asam yang memiliki keunggulan dalam (i) menguraikan struktur lignin; (ii) menghasilkan zat hemiselulosa yang bebas asetil; dan (iii) pelaksanaan prosesnya yang menggunakan kondisi ringan yaitu pada suhu 20-100°C. Faktor pembanding sampel penelitian ini berupa perbedaan konsentrasi asam antara 46 dengan 63%; suhu sintesis antara 45 dengan 65°C; serta waktu hidrolisis selama 30, 60, dan 120 menit. Perolehan hasil akhir menyatakan bahwa konsentrasi asam yang tinggi (63%) pada suhu rendah (45°C) dengan waktu hidrolisis selama 120 menit menghasilkan produk CNC dengan kristalinitas terbaik yaitu 76%.

Penelitian lainnya dilakukan oleh Thomas *et al.* (2020) dengan memanfaatkan kulit kayu akasia (*Acacia caesia*) yang disintesis menggunakan metode hidrolisis asam dalam membuat serat nano. Hasil penelitiannya menyimpulkan bahwa terjadi pemutusan bagian non selulosa seperti lignin dan hemiselulosa dari serabut akasia melalui proses kimia yang dilakukan. Selain itu, terjadi peningkatan kristalinitas pada serat selulosa yang berukuran nano (79,65%) dibandingkan dengan irisan kulit berukuran makro (56,67%).

Pada penelitian ini, dilakukan ekstraksi nanoselulosa yang memanfaatkan ampas kayu mahoni (*Swietenia mahagoni*) dengan maksud memperoleh derajat kristalinitas terbaik dan mengembangkan jenis bahan dasar dari kayu keras yang

ada di lingkungan lokal. Tahap ekstraksi meliputi delignifikasi dengan memanfaatkan NaOH sebagai pelepas lignin dan hemiselulosa, sedangkan H₂SO₄ digunakan pada tahap hidrolisis. Reaksi kedua senyawa tersebut terhadap selulosa mampu menghasilkan CNC yang mengandung gugus sulfat bermuatan negatif, sehingga meningkatkan dispersinya dalam pelarut air (Liimatainen *et al.*, 2013). Variabel penelitian yang digunakan berupa konsentrasi H₂SO₄ yang berperan sebagai pembanding karakteristik nanoselulosa yang dianalisis melalui uji *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), dan Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dikemukakan dalam penelitian ini yaitu bagaimanakah karakteristik nanoselulosa yang diekstraksi dari ampas mahoni (*Swietenia mahagoni*) menggunakan metode hidrolisis asam?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini untuk mengetahui karakteristik nanoselulosa yang diekstraksi dari ampas mahoni (*Swietenia mahagoni*) menggunakan metode hidrolisis asam.

1.4. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini sebagai berikut.

1. Tahap *pre-treatment* menggunakan NaOH 3% pada suhu 50°C selama 2 jam.
2. Tahap hidrolisis menggunakan H₂SO₄ pada suhu 45°C selama 1 jam.

3. Variasi konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan adalah 19, 29, 39, dan 45%.
4. Analisis data dilakukan dengan menggunakan karakterisasi XRD, SEM, dan Spektrofotometer FTIR.

1.5. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini sebagai berikut.

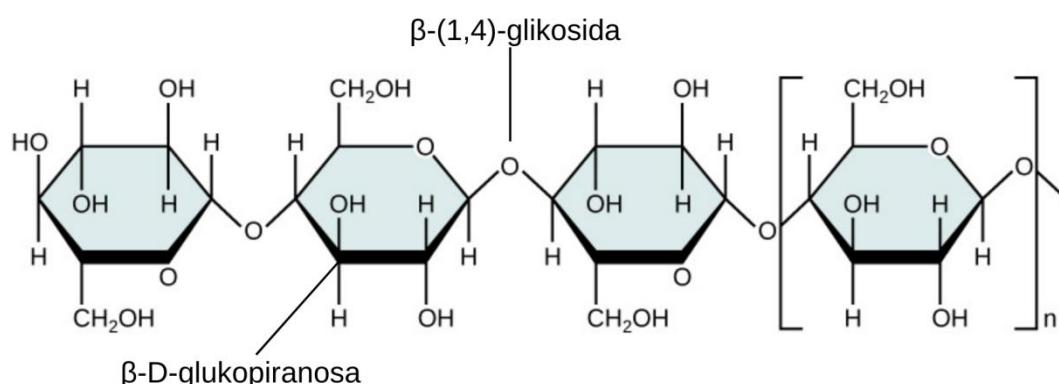
1. Sebagai informasi ilmiah terkait pembuatan nanoselulosa dari ampas mahoni (*Swietenia mahagoni*) menggunakan metode hidrolisis asam.
2. Dapat menjadi acuan untuk penelitian selanjutnya yang berkaitan dengan pembuatan nanoselulosa berbahan dasar kayu keras.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Nanoselulosa

Bagian batang tumbuhan berkayu umumnya terdiri atas selulosa, lignin, dan hemiselulosa. Kandungan selulosa yang mendominasi struktur pembentukan batang terdiri atas fasa kristalin dan amorf, sedangkan lignin dan hemiselulosa hanya berupa amorf. Lignin adalah jaringan polimer tiga dimensi yang berfungsi merekatkan sel-sel selulosa dan memperkuat struktur kayu. Hemiselulosa merupakan polisakarida yang tidak berserat dan mudah mengembang serta fungsinya sebagai perekat sel tunggal. Keberadaan kedua senyawa ini menyebabkan fasa kristalin dalam selulosa terperangkap, sehingga perlu dihilangkan melalui proses hidrolisis untuk meningkatkan kristalinitas sampel (Fratzl dan Weinkamer, 2007). Adapun rantai selulosa diilustrasikan pada

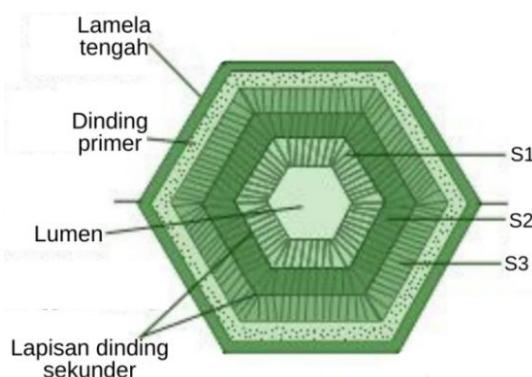
Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rantai selulosa (Sumber: <https://alevelbiology.co.uk/notes/cellulose/>)

Berdasarkan **Gambar 2.1**, selulosa ($C_6H_{10}O_5)_n$ merupakan homopolimer yang terdiri atas unit β -D-glukopiranosa yang terikat bersama dengan ikatan β -(1,4)-glikosida, dimana n merupakan derajat polimerisasi selulosa (Klemm *et al.*, 2005). Menurut Chen (2014), selulosa mengandung karbon (44,44%), hidrogen (6,17%), dan oksigen (49,39%). Pada umumnya, kandungan selulosa berkisar antara 40-50% dari berat kering bahan berlignoselulosa yang banyak terkandung dalam tumbuhan berkayu.

Struktur hierarki sel tumbuhan berkayu adalah sebuah konstruksi unik dinding sel yang terdiri atas berbagai lapisan pendukung dengan orientasi berbeda-beda pada tiap lapisannya seperti yang diilustrasikan melalui **Gambar 2.2**.

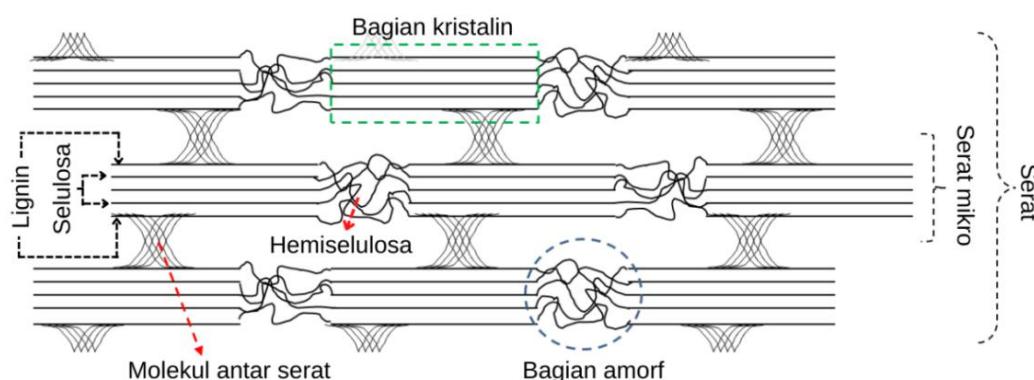


Gambar 2.2 Struktur dinding sel batang tumbuhan berkayu (Sumber: <http://images.app.goo.gl/9qrpnHxkvsq1XhTBA>)

Berdasarkan **Gambar 2.2**, terdapat empat lapisan dinding sel yang terdiri atas lapisan (i) lamela tengah sebagai pembatas antar sel; (ii) primer sebagai pusat pertumbuhan sel; (iii) sekunder yang memiliki tiga lapisan dinding sel yaitu S1 (dalam), S2 (tengah), dan S3 (luar); serta (iv) lumen yang terletak paling tengah dan berfungsi sebagai penyimpan makanan bagi sel. Dinding sekunder merupakan

bagian terbesar pada sel kayu dewasa yang didominasi oleh selulosa pada daerah S2 dan sedikit lignin serta hemiselulosa (Stamm, 1964).

Pada dinding sel sekunder, selulosa akan saling berhubungan membentuk *mikrofibril* atau serat mikro. Serat mikro tunggal yang disebut juga serat nano tersusun atas 30-100 agregat rantai selulosa (Vincent, 1999). Ukuran serat nanoselulosa berdiameter 2-20 nm dengan panjang beberapa mikrometer (Klemm *et al.*, 2005). Bagian dalamnya terdapat daerah yang strukturnya teratur (kristalin) dan yang tidak teratur (amorf) seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.3**.



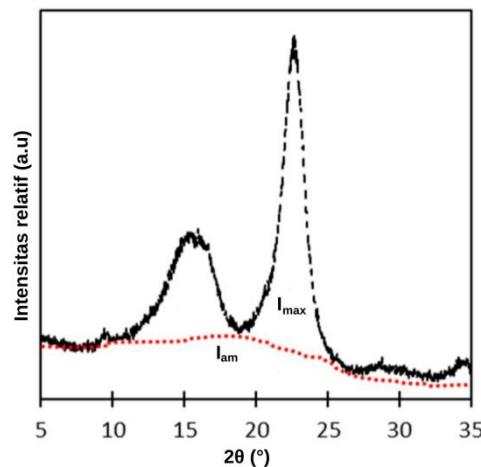
Gambar 2.3 Ilustrasi fasa kristalin dan amorf dalam serat mikro (Borjesson dan Westman, 2015)

Berdasarkan **Gambar 2.3**, daerah fasa kristalin terletak berselingan dengan amorf. Menurut Chum *et al.* (1985), rasio kristalin mencakup 2/3 bagian dari total selulosa. Kecenderungan fasa kristalin dengan struktur yang rapat dan kuat menjadikan ikatannya relatif sulit diputuskan. Molekul-molekul pada rantai selulosa membentuk ikatan hidrogen yang menyebabkan banyaknya kandungan air dalam selulosa. Derajat kristalinitas selulosa umumnya berkisar antara 40-60% yang dipengaruhi oleh sumber bahan dan metode perlakuan.

Metode penentuan derajat kristalinitas dapat dilakukan menggunakan data XRD. Hasil difraksi menunjukkan sinyal kuat pada fraksi kristalin selulosa yang digunakan untuk menentukan parameter kristalografis, seperti jarak antar unit sel kristal (Zugenmaier, 2001). Derajat kristalinitas selulosa (I_C) ditentukan dengan metode empiris Segal yang dituliskan melalui **Persamaan 2.1**.

$$I_C = \frac{I_{\max} - I_{\text{am}}}{I_{\max}} \times 100\% \quad (2.1)$$

Menurut penelitian yang dilakukan oleh Segal *et al.* (1959), I_{\max} merupakan intensitas maksimum difraksi kisi (002) yang terjadi pada sudut 2θ sebesar $22,5^\circ$. Sementara, I_{am} adalah intensitas yang terbentuk pada sudut 2θ sebesar 18° . Hal ini dijelaskan lebih lanjut melalui **Gambar 2.4**.



Gambar 2.4 Difraktogram nanoselulosa berbahan dasar campuran *Eucalyptus spp.* dan *Bixa spp.* (Lin *et al.*, 2019)

Berdasarkan **Gambar 2.4**, secara visual dapat diketahui bahwa pola difraktogram nanoselulosa dari penelitian yang dilakukan oleh Lin *et al.*, (2019) memiliki dua puncak difraksi yang terjadi pada sudut 2θ sebesar 16 dan $22,5^\circ$. Puncak difraksi yang terjadi pada sudut $22,5^\circ$ inilah yang menandai keberadaan fasa kristalin

nanoselulosa, sedangkan pembentukan fasa amorf terjadi pada sudut 18° . Nilai-nilai intensitas inilah yang dihitung berdasarkan **Persamaan 2.1** untuk memperoleh derajat kristalinitas nanoselulosa.

2.2. Kayu Keras Mahoni (*Swietenia mahagoni*)

Sumber selulosa umumnya banyak ditemukan dari bahan kayu tumbuhan. Kayu terbagi dalam dua jenis, yaitu kayu lunak (*softwood*) dan keras (*hardwood*) yang dibedakan berdasarkan anatominya seperti sel, biji, daun, hingga batang. Perbedaan anatomi kedua jenis kayu tersebut diuraikan pada **Tabel 2.1**.

Tabel 2.1 Perbedaan anatomi kayu lunak dan keras (Schmulsky dan Jones, 2011)

No.	Bagian Anatomi	Kayu	
		Lunak	Keras
1.	Sel	Sel jari-jari (ukurannya lebar), tidak berpori-pori, tingkat kerapatan rendah	Sel hidroskopis (mampu menyerap dan mengeluarkan air), banyak pori-pori
2.	Biji	<i>Gymnospermae</i> (biji terbuka, berada diluar daging buah)	<i>Angiospermae</i> (biji tertutup, terbungkus ovarium)
3.	Daun	Berbentuk jarum, struktur seragam	Berdaun lebar, struktur lebih kompleks
4.	Batang	Teksturnya lebih lembut	Konstruksinya sangat kuat

Berdasarkan **Tabel 2.1**, perbedaan struktur anatomi sangat mempengaruhi sifat fisik kayu dan biomassa lainnya termasuk kadar selulosa. Kayu keras memiliki daun lebar dengan banyak pori-pori menghasilkan tingkat kerapatan yang tinggi pada selnya. Tingkat penyerapan yang tinggi dapat mempengaruhi intensitas kandungan selulosa karena memperbanyak jumlah ikatan hidrogen (hidroksil) sebagai akibat interaksi molekul air dan selulosa. Kadar selulosa yang tinggi mengindikasikan jumlah sel kayu dewasa yang menyebabkan struktur batang

menjadi lebih kompleks dan kuat dibandingkan kayu lunak. Hal ini juga yang menyebabkan pertumbuhan kayu keras membutuhkan waktu lebih lama hingga memasuki usia siap panen untuk dimanfaatkan batang kayunya (Schmulsky dan Jones, 2011). Salah satu jenis kayu keras yaitu mahoni yang berasal dari Amerika Tengah dan Selatan, kemudian dikembangkan di India pada 1872 serta di pulau Jawa pada tahun 1892-1902 (Ariyantoro, 2006).

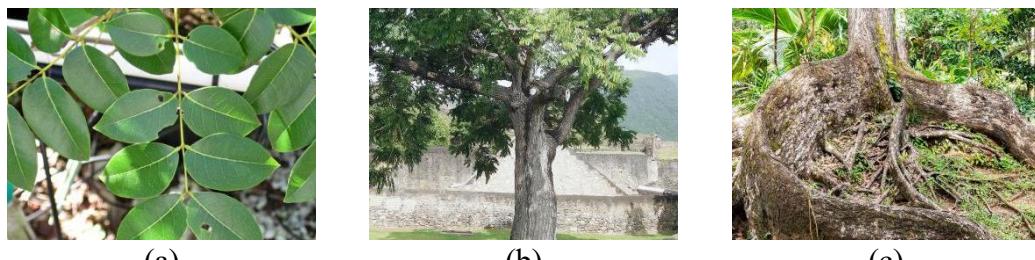
Berdasarkan bentuk daunnya, tumbuhan mahoni dibedakan menjadi berdaun besar (*S. macrophylla*) dan kecil (*S. mahagoni*). Klasifikasi mahoni daun kecil yang digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanoselulosa pada penelitian ini dinyatakan dalam **Tabel 2.2**.

Tabel 2.2 Klasifikasi tumbuhan mahoni daun kecil (Cronquist, 1981)

Klasifikasi	Nama Ilmiah
Kingdom	Plantae
Divisi	Magnoliophyta
Kelas	Magnoliopsida
Ordo	Sapindales
Famili	Meliaceae
Genus	<i>Swietenia</i>
Spesies	<i>Swietenia mahagoni</i>

Berdasarkan **Tabel 2.2**, *Swietenia mahagoni* termasuk tumbuhan dikotil dengan ciri berdaun majemuk menyirip genap, dimana tiap helainya berbentuk bulat telur dengan ujung dan pangkalnya meruncing, serta memiliki panjang 3-15 cm dengan tulang daun menyirip. Tumbuhan ini berakar tunggang, berbatang bulat dengan tinggi 5-25 m, bercabang banyak dan bergetah. Pada umumnya, mahoni ditanam dalam lubang berukuran (40×40×50) cm dengan jarak antar lubang sekitar 5-7 m. Tumbuhan ini dapat dipanen saat berusia 15 tahun agar dapat dimanfaatkan

sebagai penghasil kayu keras untuk perabot rumah tangga dan ukiran yang memiliki ketahanan terhadap rendaman air (Prasetyono, 2012). Anatomi mahoni ditunjukkan oleh **Gambar 2.5**.



Gambar 2.5 Bagian *Swietenia mahagoni* (a) daun (Sumber: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Swietenia_mahagoni_\(West_Indian_mahogany_tree\)_1_\(28150945199\).jpg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Swietenia_mahagoni_(West_Indian_mahogany_tree)_1_(28150945199).jpg)), (b) batang (Sumber: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Swietenia_mahagoni_\(Meliaceae\).jpg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Swietenia_mahagoni_(Meliaceae).jpg)), dan (c) akar (Sumber: <https://www.dreamstime.com/large-branched-roots-old-mahogany-tree-swietenia-coverd-moss-tropical-rainforest-mahe-island-seychelles-image226425855>)

2.3. Hidrolisis Asam

Pada proses ekstraksi nanoselulosa, hidrolisis merupakan reaksi kimia yang bertujuan memecah dan menghilangkan kandungan lignin dan hemiselulosa serta mengurai struktur selulosa untuk menghilangkan fasa amorfnya, sehingga hanya menyisakan fasa kristalin. Hidrolisis dapat dilakukan dalam dua kondisi yaitu asam atau basa. Perbedaan kedua metode hidrolisis ini diuraikan pada **Tabel 2.3**.

Tabel 2.3 Perbedaan hidrolisis asam dan basa (Trache *et al.*, 2020)

No.	Kategori	Hidrolisis	
		Asam	Basa
1.	Proses praperlakuan	Basa (NaOH)	Asam (HCl atau H ₂ SO ₄)
2.	Proses hidrolisis	Asam pekat (HCl atau H ₂ SO ₄)	Basa pekat (NaOH)
3.	Keuntungan	Mengurai struktur lignin, menghilangkan asetil dari hemiselulosa, kondisi reaksi tidak pada suhu ekstrem	Degradasi hemiselulosa secara maksimal
4.	Kelemahan	Membutuhkan waktu yang lama	Korosi peralatan, beracun terhadap lingkungan, proses neutralisasi lebih sulit, degradasi selulosa, peningkatan zat inhibitor

Berdasarkan **Tabel 2.3**, hidrolisis basa cenderung lebih banyak memiliki kelemahan terutama pada tahap akhir proses ekstraksi. Hasil akhir ekstraksi berupa sampel dengan kandungan zat inhibitor (impuritas) dan degradasi fasa kristalin selulosa. Penurunan kualitas nanoselulosa ini disebabkan oleh proses praperlakuan (delignifikasi) menggunakan asam pekat terlebih dahulu, sedangkan lignin hanya dapat dilarutkan oleh NaOH. Selain itu, asam pekat mengakibatkan suhu sampel relatif tinggi, sehingga menyebabkan panas berlebih dan merusak struktur kristal selulosa (Trache *et al.*, 2020). Oleh karena itu, proses hidrolisis asam yang dicetuskan pertama kali oleh Nickerson dan Habrle (1947) lebih umum digunakan dalam mengekstraksi nanoselulosa.

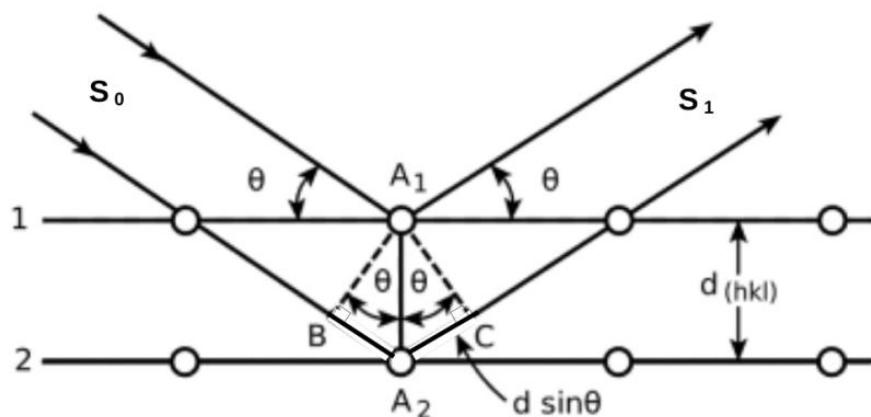
Pada umumnya, ekstraksi nanoselulosa didahului dengan tahap pemutihan (*bleaching*) yang berfungsi untuk membersihkan material mentah seperti ampas kayu dari kotoran sekaligus mengupas fasa lignin yang menyelimuti selulosa (**Gambar 2.3**). Selanjutnya, delignifikasi dengan NaOH untuk meluruhkan lignin dan hemiselulosa sebelum memasuki tahap hidrolisis asam untuk memperoleh kristal nanoselulosa (Lin *et al.*, 2019). Hidrolisis asam dapat menggunakan asam klorida (HCl) maupun sulfat (H_2SO_4). Reaksi selulosa dengan HCl menghasilkan CNC dengan stabilitas termal yang baik, tetapi tidak bermuatan. Akibatnya, gaya elektrostatik antar kristal cukup rendah, sehingga menyebabkan aglomerasi dan penurunan stabilitas produk (Gopi *et al.*, 2019). Sementara, reaksi dengan H_2SO_4 pekat menghasilkan fasa kristal dengan gugus sulfat bermuatan negatif yang mampu meningkatkan dispersi CNC dalam pelarut air, meskipun ketahanan terhadap panasnya mengalami penurunan (Liu *et al.*, 2014). Oleh karena itu,

larutan H_2SO_4 lebih sering digunakan pada tahap hidrolisis dalam berbagai penelitian nanoselulosa.

Metode hidrolisis asam yang digunakan untuk mengekstraksi CNC menghasilkan produk dengan diameter 3-5 nm dan panjangnya 100-300 nm (Liimatainen *et al.*, 2013). Penelitian lainnya yang dilakukan oleh Gopi *et al.* (2019) menghasilkan CNC dengan diameter 3-35 nm dan panjang 200-500 nm, sedangkan Liu *et al.* (2014) menghasilkan CNC berdiameter 6-10 nm dengan panjang 200 nm. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya, ukuran CNC yang diperoleh menggunakan metode hidrolisis asam berkisar antara 3-35 nm dengan panjang 100-500 nm.

2.4. X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi atau pelenturan adalah fenomena penyebaran gelombang elektromagnetik ketika melewati sebuah celah sempit. Fenomena ini dapat terjadi sebagai akibat dari distorsi gelombang yang panjangnya sebanding dengan celah sempit tersebut. Peristiwa difraksi pada bagian kristal ditunjukkan pada **Gambar 2.6**.



Gambar 2.6 Difraksi sinar-X oleh suatu kristal (Sumber: <https://images.app.goo.gl/EWeK3Raya8tchaRb8>)

Berdasarkan **Gambar 2.6**, d adalah jarak antar atom-atom kristal. Sinar datang (S_0) mengenai suatu bagian kristal dan membentuk sudut sebesar θ , sehingga mengalami difraksi yang disimbolkan dengan S_1 . Selain itu, terdapat muka gelombang yang datang dengan bidang tegak lurus (90°) terhadap arah rambat S_0 , sehingga setiap titik yang dilaluinya memiliki fasa yang sama. Akibatnya, terbentuk segitiga $\angle A_1BA_2$ yang identitas sudutnya diuraikan sebagai berikut.

$$\begin{aligned}\angle A_1BA_2 &= 90^\circ \\ \angle BA_2A_1 &= 90^\circ - \theta\end{aligned}$$

Oleh karena jumlah ketiga sudut segitiga adalah 180° , maka

$$\begin{aligned}\angle A_2A_1B &= 180^\circ - (\angle A_1BA_2 + \angle BA_2A_1) \\ &= 180^\circ - (90^\circ + 90^\circ - \theta) \\ &= \theta\end{aligned}$$

Jika

$$\begin{aligned}BA_2 &= A_2C \\ BA_2 + A_2C &= \lambda \\ 2BA_2 &= \lambda \\ BA_2 &= \frac{1}{2}\lambda\end{aligned}$$

maka dengan aturan sinus pada $\angle A_2A_1B$,

$$\begin{aligned}\sin \theta &= \frac{BA_2}{A_1A_2} \\ &= \frac{\frac{1}{2}\lambda}{d} \\ \lambda &= 2d \sin \theta\end{aligned}\tag{2.3}$$

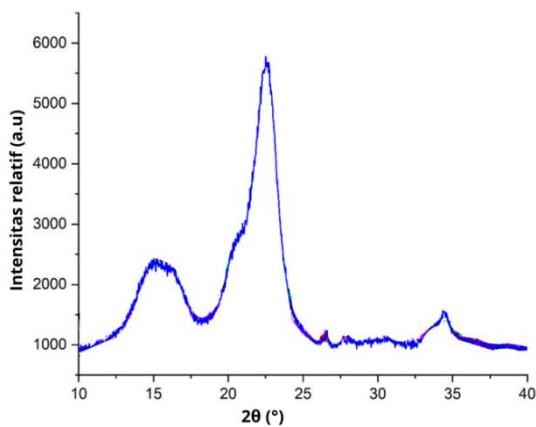
Persamaan 2.3 dikenal sebagai Hukum Bragg, dimana panjang gelombang λ merupakan sinar datang pada kristal dengan sudut θ (sudut Bragg) yang terukur antara berkas datang pada bidang kristal tertentu. Persamaan ini berlaku jika

memenuhi syarat bahwa berkas monokromatik dianggap paralel secara sempurna dan terjadi interferensi gelombang (Cullity, 1978).

Pemanfaatan difraksi sinar-X atau XRD pada awalnya untuk pemeriksaan medis oleh penemu sinar-X itu sendiri, yaitu Wilhelm Conrad Rontgen pada tahun 1859. Keunggulan dari penggunaan sinar ini yang tidak merusak material terutama organ tubuh manusia membuat pengembangan manfaatnya untuk mengkarakterisasi berbagai macam sampel. Prinsip kerja XRD yaitu mentransmisikan sinar datang yang mengenai permukaan material dengan intensitas yang lebih rendah. Hal ini dikarenakan penyerapan sebagian sinar datang dan penghamburan atom-atom penyusun material tersebut. Berkas hamburan sinar-X dengan fasa yang berbeda akan saling menghilangkan (destruktif), sedangkan fasa yang sama akan saling menguatkan (konstruktif). Berkas-berkas yang bersifat konstruktif tanpa melibatkan interaksi baru antara sinar-X dengan atom inilah yang disebut sebagai berkas difraksi. Aplikasi lainnya dari hasil karakterisasi XRD digunakan untuk mengidentifikasi ukuran partikel melalui rumus Scherrer (Cullity, 1978) yang dinyatakan dalam **Persamaan 2.4**.

$$L = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.4)$$

Ukuran partikel dinyatakan dalam simbol L (nm) dan konstanta Scherrer (K) memiliki nilai sebesar 0,94. Panjang gelombang disimbolkan dengan λ (\AA) dan B disebut juga dengan lebar penuh puncak pada setengah tinggi maksimum atau *Full Width at Half Maximum* (FWHM) yang dinyatakan dalam radian serta θ merupakan sudut difraksi ($^\circ$). Penggunaan persamaan Scherrer diilustrasikan melalui **Gambar 2.7**.

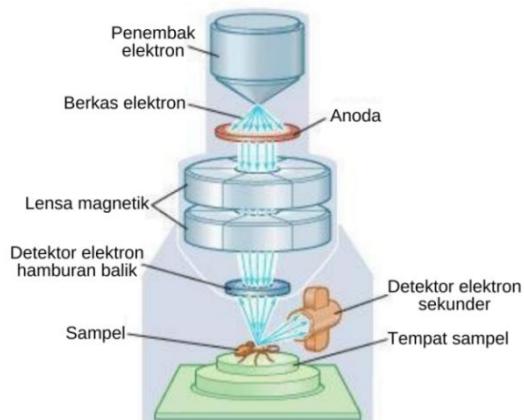


Gambar 2.7 Aplikasi rumus Scherrer (Khan *et al.*, 2020)

Gambar 2.7 merupakan difraktogram XRD nanoselulosa yang disintesis dari tumbuhan *Dunchi* (Khan *et al.*, 2020). Puncak difraksi 2θ berada pada sudut $22,51^\circ$ dengan nilai FWHM sebesar $2,11^\circ$. Nilai-nilai tersebut dimasukkan dalam **Persamaan 2.4**, sehingga menghasilkan perhitungan ukuran partikel nanoselulosa sebesar 4,007 nm.

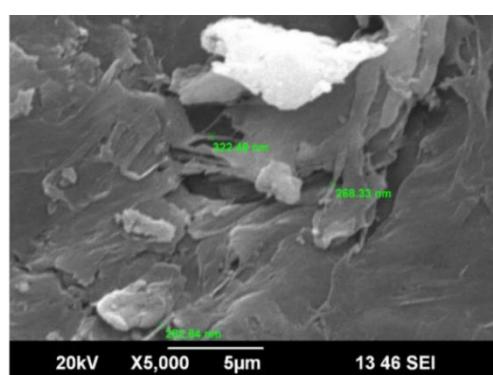
2.5. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Metode analisis umumnya menampilkan hasil berupa grafik seperti difraktogram pada XRD. Akan tetapi, pengembangan metode karakterisasi telah menghasilkan instrumen yang mampu menampilkan morfologi dan ukuran sampel dengan perbesaran yang dapat disesuaikan. Instrumen tersebut berupa mikroskop elektron yang mulai dikembangkan sejak diketahui bahwa elektron dapat dibelokkan oleh medan magnet pada tahun 1890. Salah satu jenis mikroskop elektron tersebut berupa *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang skematiknya ditampilkan melalui **Gambar 2.8**.



Gambar 2.8 Bagian-bagian alat SEM

Prinsip kerja SEM adalah penggunaan cahaya dengan resolusi 2000 Å untuk memperbesar sudut visual melalui lensa optik. Berdasarkan **Gambar 2.8**, penembak elektron diadaptasi dari tabung sinar katoda, sehingga berkas elektron yang dihasilkan ditarik oleh anoda dan diteruskan melalui lensa magnetik menuju detektor elektron hamburan balik (pantul). Pada bagian ini, citra sampel sudah mulai terbentuk meskipun hasil yang diperoleh belum cukup jelas. Oleh karenanya, penggunaan detektor elektron sekunder akan meningkatkan kualitas citra sampel, sehingga pengamat dapat mengetahui struktur morfologi secara spesifik. SEM berfungsi untuk menganalisis morfologi mikrostruktur dan karakterisasi komposisi kimia (Zhou *et al.*, 2006). Hasil karakterisasi SEM pada nanoselulosa ditunjukkan pada **Gambar 2.9**.

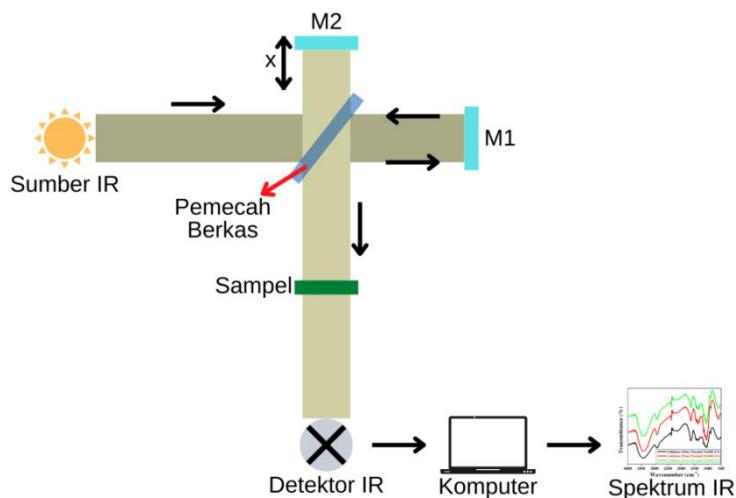


Gambar 2.9 Karakterisasi SEM *Acacia caesia* (Thomas, 2020)

Contoh hasil karakterisasi SEM ditampilkan pada **Gambar 2.9** berupa morfologi nanoselulosa *Acacia caesia* yang dihasilkan tampak bersusun seperti bebatuan rapat dan saling bertumpang-tindih (*overlapping*). Akibatnya, pengukuran terhadap diameter CNC tidak dapat dilakukan. Adapun beberapa hasil pengukuran panjang seratnya yaitu 322,49; 268,33; dan 282,84 nm. Berdasarkan ketiga hasil pengukuran tersebut, maka diperoleh rata-rata ukuran panjang CNC yang diekstraksi dari *Acacia caesia* sebesar 291,22 nm.

2.6. Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Gelombang elektromagnetik cahaya inframerah (*Infra Red* atau IR) memiliki panjang gelombang spektrum berkisar antara 3,5-16 μm dengan bilangan gelombang antara 4000-600 cm^{-1} . Energi yang dihasilkan oleh radiasi ini akan menyebabkan vibrasi pada molekul. Pita absorpsi IR sangat khas dan spesifik pada setiap tipe ikatan kimia atau gugus fungsi, sehingga sangat berguna untuk mengidentifikasi senyawa organik dan organometalik (Fleming dan Williams, 2019). Identifikasi senyawa dilakukan menggunakan monokromator untuk menyeleksi panjang gelombang seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 2.10**.



Gambar 2.10 Skema kerja alat spektrofotometer FTIR

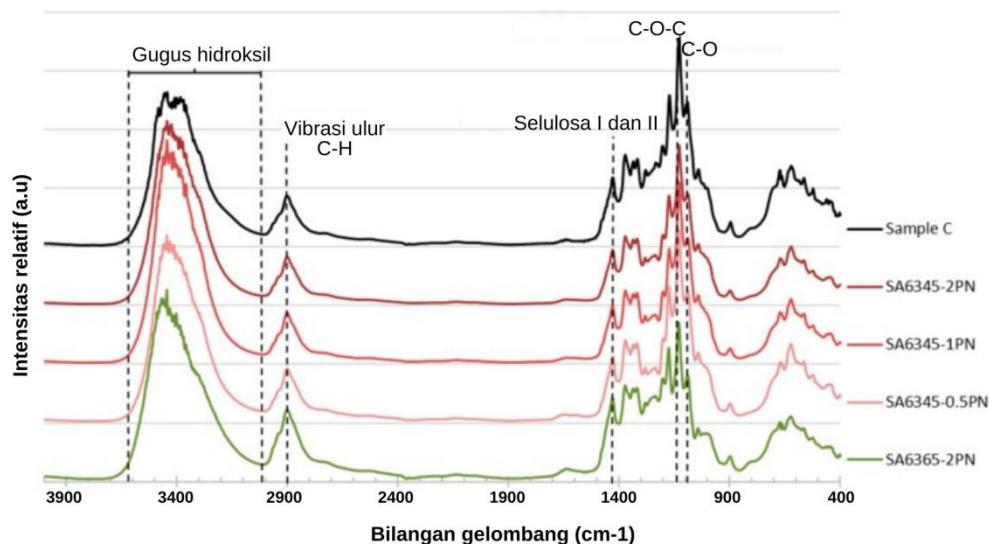
Berdasarkan **Gambar 2.10**, analisis dimulai dari rambatan cahaya inframerah menuju pemecah berkas, dimana berkas akan terbagi menjadi dua. Adapun kegunaan pemecah berkas untuk memecah dan menyatukan kembali berkas karena sifatnya yang dapat meneruskan (transmisi) dan memantulkan (refleksi) sinar yang mengenainya. Kemudian, 50% berkas ditransmisikan ke cermin tetap M1, sedangkan 50% sisanya ditransmisikan ke cermin M2 yang dapat digeser secara vertikal. Masing-masing cahaya akan direfleksikan kembali ke pemecah berkas dan mengalami interferensi. Hasil interferensi cahaya ini mengenai sampel dan terdeteksi oleh detektor yang terhubung dengan komputer, sehingga menghasilkan pola spektrum sampel yang diuji. Spektrum yang tampak menunjukkan hubungan antara intensitas serapan dengan bilangan gelombang untuk menentukan gugus fungsi sampel (Silverstein *et al.*, 2005).

Penyerapan frekuensi cahaya oleh suatu senyawa yang dianalisis menandakan adanya transfer energi antara cahaya dengan senyawa tersebut. Penyebab terjadinya penyerapan frekuensi IR yaitu adanya vibrasi ulur (*stretching*) maupun tekuk (*bending*) pada suatu ikatan kovalen. Hal ini disebabkan oleh dua atom yang berhubungan satu sama lain karena kedua intinya saling berikatan pada pasangan elektron yang sama (Silverstein *et al.*, 2005). Vibrasi ulur menyebabkan gerakan inti ke arah depan-belakang satu sama lain, sedangkan vibrasi tekuk menyebabkan gerakan atas-bawah.

Untuk memperoleh pola spektrum yang dapat memberikan hasil identifikasi gugus fungsi senyawa secara signifikan, terdapat beberapa syarat yang harus

dipenuhi dalam menginterpretasikannya. Persyaratan tersebut meliputi (i) ketajaman spektrum dengan intensitas yang tepat; (ii) spektrum harus berasal dari senyawa murni; (iii) kalibrasi spektrofotometer untuk menghasilkan pita absorpsi pada bilangan gelombang yang tepat; serta (iv) pernyataan signifikan metode penyiapan sampel, seperti konsentrasi dan jenisnya (Silverstein *et al.*, 2005).

Gambar 2.11 menampilkan hasil karakterisasi nanoselulosa menggunakan Spektrofotometer FTIR.



Gambar 2.11 Spektrum FTIR nanoselulosa berbahan dasar campuran *Eucalyptus spp.* dan *Bixa spp.* (Lin, 2019)

Gambar 2.11 menampilkan beberapa gugus fungsi yang terkandung dalam sampel CNC campuran *Eucalyptus spp.* dan *Bixa spp.*. Gugus fungsi yang terdeteksi yaitu hidroksil ($O-H$) pada daerah sekitar 3400cm^{-1} dan alifatik ($C-H$) yang bervibrasi secara ulur pada 2900 cm^{-1} . Selain itu, terdeteksi pula gugus selulosa I dan II pada 1400 cm^{-1} dan cincin $C-O-C$ pada 1130 cm^{-1} . Adapun gugus terakhir yang terdeteksi pada 1080 cm^{-1} berupa karbonil ($C-O$) (Lin, 2019).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April sampai September 2022. Pembuatan sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material FMIPA Universitas Lampung. Karakterisasi secara XRD dilakukan di PT. Glabs Indonesia Utama Bandung, sedangkan Spektrofotometer FTIR dilakukan di Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi (LTSIT) Universitas Lampung. Adapun karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium SEM *Basic Science Center A* (BSCA) FMIPA Institut Teknologi Bandung.

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

Sejumlah alat beserta jumlah dan fungsinya yang digunakan pada penelitian ini diuraikan pada **Tabel 3.1**.

Tabel 3.1 Alat-alat penelitian

No.	Nama	Jumlah	Fungsi
1.	Gelas kimia	6 buah	Menyimpan bahan
2.	Neraca	1 unit	Menimbang bahan (gram)
3.	Spatula	4 buah	Mengambil maupun mengaduk sampel
4.	Gelas ukur	3 buah	Mengukur volume larutan kimia (ml)
5.	Pipet	2 buah	Menginjeksikan larutan kimia
6.	Pemanas dan pengaduk magnetik	1 unit	Memanaskan sambil mengaduk sampel secara otomatis
7.	Alat sentrifugasi	1 unit	Memisahkan endapan pada sampel tersuspensi
8.	Kertas Aluminium	1 gulung	Menutup sampel yang disimpan dalam gelas kimia
9.	Plastik pembungkus	1 gulung	Menutup larutan kimia yang disimpan dalam gelas kimia agar tidak menguap
10.	Kertas saring	1 kotak	Menyaring p-CNC
11.	Oven	1 unit	Memanaskan p-CNC
12.	Pot sampel	4 buah	Menyimpan serbuk CNC

Sementara, bahan-bahan penelitian yang digunakan beserta jumlah dan fungsinya diuraikan pada **Tabel 3.2**.

Tabel 3.2 Bahan-bahan penelitian

No.	Nama	Jumlah	Fungsi
1.	Ampas kayu mahoni yang berasal dari pusat pembibitan di Kecamatan Pekalongan, Kabupaten Lampung Timur	1 kg	Bahan dasar pembuatan CNC
2.	Pemutih tekstil <i>Bayclin</i> (NaClO 5,25%)	1 liter	Memutihkan ampas kayu mahoni
3.	Natrium hidroksida <i>Merck</i> (NaOH 98%)	1 kg	Sediaan dalam bentuk kristal yang dapat diencerkan dengan aquades
	a. NaOH 3%	400 ml	Menghilangkan lignin
	b. NaOH 10%	250 ml	Menetralkan hasil hidrolisis asam
4.	Asam sulfat <i>Merck</i> (H ₂ SO ₄ 98%)	3 kg	Sediaan dalam bentuk larutan pekat yang dapat diencerkan dengan aquades
	a. H ₂ SO ₄ 19%	100 ml	Menghilangkan kandungan hemiselulosa dan lignin yang masih tersisa
	b. H ₂ SO ₄ 29%	100 ml	
	c. H ₂ SO ₄ 39%	100 ml	
	d. H ₂ SO ₄ 45%	100 ml	
5.	Aquades	5 liter	Mengencerkan larutan kimia
6.	Aquabides	1 liter	Mencuci p-CNC

3.3. Prosedur Penelitian

Sebelum melakukan pembuatan sampel, terlebih dahulu mencuci peralatan yang akan digunakan dengan sabun cuci dan air bersih. Kemudian, peralatan disemprot dengan larutan etanol agar lebih steril sebelum dikeringkan. Prosedur pembuatan sampel meliputi beberapa tahap yaitu (i) pemutihan, (ii) praperlakuan, (iii) hidrolisis asam, (iv) netralisasi, (v) pengeringan dan penggerusan, serta (vi) karakterisasi. Variabel penelitian ini berupa variasi konsentrasi asam H_2SO_4 yang digunakan pada proses hidrolisis seperti yang diuraikan pada **Tabel 3.3**.

Tabel 3.3 Variasi sampel penelitian

Nama Sampel	Massa Ampas Mahoni (g)	NaOH (%)	Praperlakuan (jam)	H_2SO_4 (%)	Hidrolisis (jam)
CNC-19%	10	3	2	19	1
CNC-29%	10	3	2	29	1
CNC-39%	10	3	2	39	1
CNC-45%	10	3	2	45	1

3.3.1. Pembuatan Nanoselulosa

Pembuatan nanoselulosa yang dilakukan dalam penelitian ini menggunakan metode hidrolisis asam. Adapun persiapan awal dengan melakukan pemutihan yaitu mencuci ampas kayu mahoni dengan pemutih tekstil ($NaClO$ 5,25%), lalu mengeringkannya di bawah sinar matahari. Tahap pertama yaitu praperlakuan dengan memasukkan 10 gram ampas dan 100 ml NaOH 3% ke gelas kimia, kemudian diaduk sembari dipanaskan pada suhu 50°C selama 2 jam dalam keadaan tertutup, lalu disaring dan dibuang airnya. Perlakuan ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan lignin pada ampas kayu, sehingga disebut juga sebagai tahap delignifikasi. Selanjutnya tahap hidrolisis dilakukan dengan mengambil 10 gram ampas dan menambahkan 100 ml H_2SO_4 dengan variasi konsentrasi 19, 29,

39, dan 45%, kemudian diaduk sembari dipanaskan pada suhu 45°C selama 1 jam dalam keadaan terbuka. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan hemiselulosa dan lignin yang masih tersisa. Produk hidrolisis berupa p-CNC (*pre-Cellulose Nano Crystal*) yang kemudian dicuci dengan 300 ml aquabides. Selanjutnya, dilakukan netralisasi menggunakan NaOH 10% hingga mencapai pH netral (pH = 7) untuk mendapatkan p-CNC yang dapat terdispersi dalam air. Kemudian, dilakukan dialisis sampel dengan cara disentrifus selama 10 menit sebanyak tiga kali. Tahap akhir yaitu menyaring p-CNC dengan kertas saring lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 30 menit secara berkala untuk memperoleh CNC yang selanjutnya digerus sampai berbentuk serbuk.

3.3.2. Karakterisasi

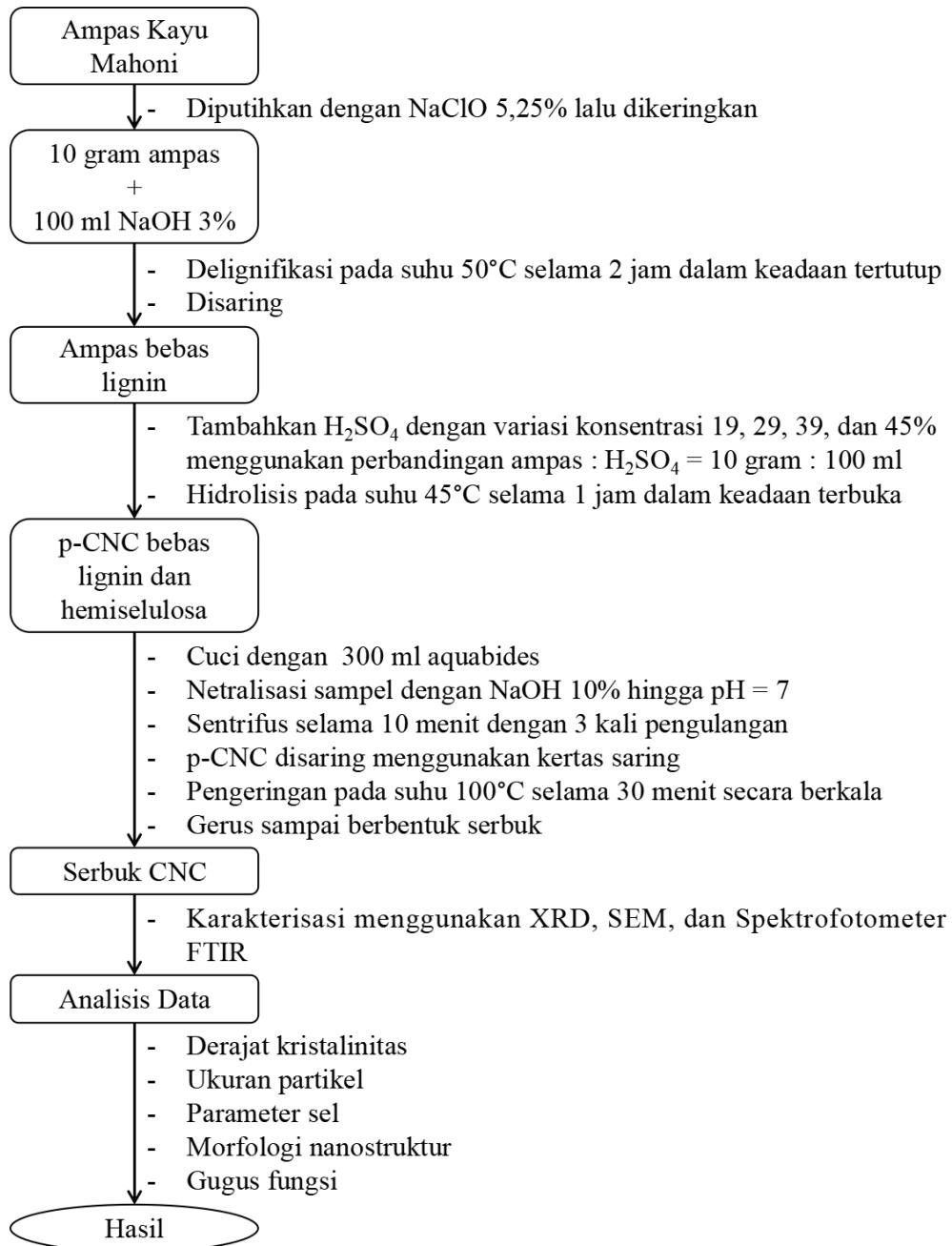
Karakterisasi nanoselulosa dalam penelitian ini menggunakan XRD, SEM, dan Spektrofotometer FTIR yang spesifikasinya diuraikan pada **Tabel 3.4**.

Tabel 3.4 Spesifikasi alat karakterisasi

	XRD	SEM	Spektrofotometer FTIR
Spesifikasi alat Produsen	Rigaku Miniflex Rigaku, Corp.	Hitachi SU3500 Hitachi, Ltd.	Agilent Cary 630 Agilent Technologies, Inc.
Asal produksi Lokasi karakterisasi	Tokyo PT. Glabs Indonesia Utama Bandung	Tokyo Lab. SEM BSCA FMIPA ITB	California LTSIT Universitas Lampung
Hasil karakterisasi	Deajat kristalinitas, ukuran partikel, dan parameter sel	Tampilan morfologi	Gugus fungsi

3.4. Diagram Alir Penelitian

Diagram alir penelitian ini dapat dilihat melalui **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

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

1. Nanoselulosa yang diekstraksi dari *Swietenia mahagoni* memiliki derajat kristalinitas sebesar 80,48% dengan ukuran partikel sebesar 3,6 nm.
2. Peningkatan konsentrasi H_2SO_4 akan semakin mempercepat degradasi fasa I_a menjadi I_β dan memperbesar ukuran partikel nanoselulosa.
3. Proses ekstraksi ampas kayu *Swietenia mahagoni* menjadi nanoselulosa berhubungan erat dengan pendektsian gugus fungsinya. Gugus $O-H$ dan $C-H$ terkandung dalam makroselulosa dengan formasi lignoselulosa lengkap. Gugus $C=C$ dan $C-O$ pada proses delignifikasi menghilangkan hemiselulosa dan menyisakan sedikit lignin. Sementara, $C-O-C$ membentuk selulosa bebas lignin secara menyeluruh.

5.2. Saran

Untuk memperoleh nanoselulosa dengan derajat kristalinitas terbaik, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap jenis bahan dan metode perlakuan yang dapat mengekstraksi fasa kristalin selulosa secara sempurna.

DAFTAR PUSTAKA

- Ariyantoro. 2006. *Budidaya Tanaman Perkebunan*. PT. Citra Aji Parama. Yogyakarta. Hal. 22-24.
- Atalla, R. H. dan Vanderhart, D. L. 1984. Native Cellulose: A Composite of Two Distinct Crystalline Forms. *Science*. Vol. 223. Hal. 283.
- Borjesson, M. dan Westman, G. 2015. Crystalline Nanocellulose - Preparation, Modification, and Properties. *Cellulose: Fundamental Aspects and Current Trends*. Hal. 163. DOI: 10.5772/61899.
- Caballero, B., Finglas, P. M. dan Toldra, F. 2016. *Encyclopedia of Food and Health*. Elsevier Ltd. Amsterdam. 240, 592, dan 285-286.
- Chum, H. L., Douglas, L. J., Feinberg, D. A. dan Schroeder, H. A. 1985. *Evaluation of Pretreatments of Biomass for Enzymatic Hydrolysis of Cellulose*. Solar Energy Research Institute. Colorado. Hal. 12.
- Chen, H. 2014. Chemical Composition and Structure of Natural Lignocellulose. *Biotechnology of Lignocellulose: Theory and Practice*. Hal. 25-71.
- Coates, J. 2000. Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach. *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. Hal. 8, 14.
- Cronquist, A. 1981. *An Integrated System of Classification of Flowering Plants*. Columbia University Press. New York. Hal. 5-6.
- Cullity, B. 1978. *Elements of X-ray Diffraction, Second Edition*. Adision Wesley Publishing Company Inc. Boston. Hal. 84-87.
- Fengel, D. dan Wegener, G. 1983. *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. Walter de Gruyter. Berlin. Hal. 66.
- Ferreira, M. A., Costa, M. D. D., Mendes, I. M. C., Drumond, M. G., Pilo-Veloso, D. dan Fernandes, N. G. 1998. Lignin Model Compounds: 4,4'-O-Dimethyldehydrodiacetovanillone and 4,4'-O-Diethyldehydrodiacetovanillone. *Acta Crystallographica Section C*. Vol. 54. No. 6. Hal. 837-838. COD: 00-200-7312.

- Feynman, R. P. 1960. There's Plenty of Room at The Bottom. *Engineering and Science*. Hal. 22-36.
- Fleming, I. dan Williams, D. 2019. *Spectroscopic Methods in Organic Chemistry Seventh Edition*. Springer Nature Switzerland AG. Switzerland. Hal. 85.
- Fratzl, P. dan Weinkamer, R. 2007. Nature's Hierachical Materials. *Progress in Material Science*. Vol. 52. No. 8. Hal. 1267-1270.
- Gopi, S., Balakrishnan, P., Chandradhara, D., Poovathankandy, D. dan Thomas, S. 2019. General Scenarios of Cellulose and Its Use in The Biomedical Field. *Materials Today Chemistry*. Vol. 13. Hal. 59-78.
- Hawthorne, F. C. dan Ferguson, R. B. 1975. Anhydrous Sulfates I: Refinement of The Crystal Structure of Celestite with An Appendix on The Structure of Thenardite. *Canadian Mineralogist*. Vol. 13. No. 2. Hal. 181-187. COD: 00-900-4092.
- Hennek, J. W., Kim, M. G. Kanatzidis, M. G., Facchetti, A. dan Marks, T. J. 2012. Exploratory Combustion Synthesis: Amorphous Indium Yttrium Oxide for Thin-Film Transistors. *Journal of The American Chemical Society*. Vol. 134. Hal. 9593-9596.
- Hooshmand, S., Aitomaki, Y., Skrifvars, M., Mathew, A. P. dan Oksman, K. 2014. All-Cellulose Nanocomposite Fibers Produced by Melt Spinning Cellulose Acetate Butyrate and Cellulose Nanocrystals. *Cellulose*. Vol. 21. No. 4. Hal. 2665-2678.
- Horii, F., Hirai, A. dan Kitamaru, R. 1987. Transformation of Native Cellulose Crystals from Cellulose I_b to I_a through Solid-State Chemical Reactions. *Macromolecules*. Vol. 20. No. 6. Hal. 1440-1442.
- Ioelovich, M. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanoscience and Nanotechnology*. Vol. 2. No. 2. Hal. 9-13.
- Ioelovich, M. 2017. Characterization of Various Kinds of Nanocellulose. *Handbook of Nanocellulose and Cellulose Nanocomposites, First Edition*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. Weinheim. Hal. 78.
- Johar, N., Ahmad, I. dan Dufresne, A. 2012. Extraction, Preparation and Characterization of Cellulose Fibres and Nanocrystals from Rice Husk. *Industrial Crops and Products*. Vol. 37. No. 1. Hal. 93-99.
- Jonoobi, M., Harun, J., Shakeri, A., Misra, M. dan Oksman, K. 2009. Chemical Composition, Crystallinity, and Thermal Degradation of Bleached and Unbleached Kenaf Bast (*Hibiscus cannabinus*) Pulp and Nanofibers. *Bio Resources*. Vol. 4. No. 2. Hal. 633-634.

- Karlsson, H. 2006. *Fibre Guide: Fibre Analysis and Process Applications in The Pulp and Paper Industry*. AB Lorentzen and Wettre. Swedia. Hal. 2-20.
- Khan, M. N., Rehman, N., Sharif, A., Ahmed, E., Farooqi, Z. H. dan Din, M. I. 2020. Environmentally Benign Extraction of Cellulose from Dunchi Fiber for Nanocellulose Fabrication. *International Journal of Biological Macromolecules*. Vol. 153. Hal. 74-75.
- Kisi, E. J. 1994. Rietveld Analysis of Powder Diffraction Patterns. *Materials Forum*. Hal. 135-153.
- Klemm, D., Heublein, B., Fink, H. P. dan Bohn, A. 2005. Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. *Angewandte Chemie International Edition*. Vol. 44. No. 22. Hal. 3358-3393.
- Lakhundi, S., Siddiqui, R. dan Khan, N. A. 2015. Cellulose Degradation: A Therapeutic Strategy in The Improved Treatment of *Acanthamoeba* Inflections. *Parasites & Vectors*. No. 8. Vol. 23. Hal. 1-16.
- Liimatainen, H., Visanko, M., Sirvio, J., Hormi, O. dan Niinimaki, J. 2013. Sulfonated Cellulose Nanofibrils Obtained from Wood Pulp through Regioselective Oxidative Bisulfite Pre-treatment. *Cellulose*. Vol. 20. No. 2. Hal. 741-749.
- Li, B., Xu, W. Y., Kronlund, D., Eriksson, J. E., Maattanen, A., Willfor, S. dan Xu, C. L. 2018. Comparable Characterization of Nanocellulose Extracted from Bleached Softwood and Hardwood Pulps. *Nanocellulose Characterization Comparison*. Vol. 3. No. 4. Hal. 35-44.
- Libretexts. 2022. *Infrared Spectroscopy Absorption Table*. Hal. 1-4. <https://chem.libretexts.org/@go/page/22645>.
- Lima, M. M. S. dan Borsali, R. 2004. Rodlike Cellulose Microcrystals: Structure, Properties, and Applications. *Macromolecular Rapid Communications*. Vol. 25. No. 7. Hal. 773-775.
- Lin, K., Enomae, T. dan Chang, F. 2019. Cellulose Nanocrystal Isolation from Hardwood Pulp Using Various Hydrolysis Conditions. *Molecules*. Vol. 24. No. 3724. Hal. 1-15.
- Liu, P., Sehaqui, H., Tingaut, P., Wichser, A., Oksman, K. dan Mathew, A. P. 2014. Cellulose and Chittin Nanomaterials for Capturing Silver Ions (Ag^+) from Water via Surface Adsorption. *Cellulose*. Vol. 21. Hal. 449-461.
- Lundquist, J. J. dan Toone, E. J. 2002. The Cluster Glycoside Effect. *Chemical Reviews*. Vol. 102. No. 2. Hal. 555-556.

- Mathew, A. P., Oksman, K., Pierron, D. dan Harmand, M. 2012. Fibrous Cellulose Nanocomposite Scaffolds Prepared by Partial Dissolution for Potential Use as Ligament or Tendon Substitutes. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 87. Hal. 2291-2298.
- Mo, Z., Zhao, Z., Chen, H., Niu, G. dan Shi, H. 2009. Heterogeneous Preparation of Cellulose-Polyaniline Conductive Composites with Cellulose Activated by Acids and Its Electrical Properties. *Carbohydrate Polymers*. Vol. 75. No. 4. Hal. 661.
- Nandiyanto, A. B. D., Oktiani, R. dan Ragadhita, R. 2019. How to Read and Interpret FTIR Spectroscopic of Organic Material. *Indonesian Journal of Science and Technology*. Vol. 4. No. 1. Hal. 97-118.
- Nickerson, R. F. dan Habrle, J. A. 1947. Cellulose Intercrystalline Structure: Study by Hydrolytic Methods. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. Vol. 39. No. 11. Hal. 1507-1512.
- Nishiyama, Y., Langan, P. dan Chanzy, H. 2002. Crystal Structure and Hydrogen-Bonding System in Cellulose I_B from Synchrotron X-ray and Neutron Fiber Diffraction. *American Chemical Society*. Vol. 124. No. 31. Hal. 9076. COD: 00-411-4994.
- Nishiyama, Y., Sugiyama, J., Chanzy, H. dan Langan, P. 2003. Crystal Structure and Hydrogen Bonding System in Cellulose I_A from Synchrotron X-ray and Neutron Fiber Diffraction. *American Chemical Society*. Vol. 125. No. 47. Hal. 14301. COD: 00-411-4382.
- Prasetyono, D. S. 2012. *A-Z Daftar Tanaman Obat Ampuh di Sekitar Kita*. Flashbooks. Yogyakarta. Hal. 160-164.
- Rampengan, A. M. 2017. Analisis Gugus Fungsi pada Polimer Polyethylene Glycol (PEG) Coated-Nanopartikel Oksida Besi Hitam (Fe₃O₄) dan Biomolekul. *Fullerene Journal of Chemistry*. Vol. 2. No.2. Hal. 97.
- Rosanti, A. D., Wardani, A. R. K. dan Anggraeni, H. A. 2020. Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Karakteristik dan Aktivitas Fotokatalis N/TiO₂ pada Penjernihan Limbah Batik Tenun Ikat Kediri. *Cakra Kimia*. Vol. 8. No. 1. Hal. 30.
- Sain, M. dan Panthapulakkal, S. 2006. Bioprocess Preparation of Wheat Straw Fibers and Their Characterization. *Industrial Crops and Products*. Vol. 23. Hal. 5.
- Segal, L., Creely, J. J., Martin, A. E. J. dan Conrad, C. M. 1959. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-ray Diffractometer. *Textile Research Journal*. Vol. 29. No. 10. Hal. 786-794.

- Schmulsky, R. dan Jones, P. D. 2011. *Forest Products and Wood Science: An Introduction, 6th Edition*. Wiley-Blackwell. Chichester. Hal. 65-106.
- Silverstein, R. M., Webster, F. X. dan Kiemle, D. J. 2005. *Spectrometric Identification of Organic Compounds Seventh Edition*. John Wiley & Sons, Inc. USA. Hal. 73-74, 78 dan 80.
- Stamm, A. J. 1964. *Wood and Cellulose Science*. The Ronald Press Company. New York. Hal. 3-49.
- Suseno, J. E. dan Firdausi, K. S. 2008. Rancang Bangun Spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) untuk Penentuan Kualitas Susu Sapi. *Berkala Fisika*. Vol. 11. No. 1. Hal. 23-28.
- Thomas, S. K., Begum, P. M. S., Dominic, C. D., Salim, N. V., Hameed, N., Rangappa, S. M., Siengchin, S., dan Parameswaranpillai, J. 2020. Isolation and Characterization of Cellulose Nanowhiskers from *Acacia caesia* Plant. *Journal of Applied Polymer*. Hal. 1-9.
- Vincent, J. F. V. 1999. From Cellulose to Cell. *The Journal of Experimental Biology*. Vol. 202. Hal. 3263-3268.
- Wada, M. dan Okano, T. 2001. Localization of I_a and I_b Phases in Algal Cellulose Revealed by Acid Treatments. *Cellulose*. Vol. 8. No. 3. Hal. 183-188.
- Wang, Z. L. 2000. Characterizing the Structure and Properties of Individual Wire-Like Nanoentities. *Advanced Materials*. Vol. 12. No. 17. Hal. 1295-1298.
- Won, C. W., Nersisyan, H. H., Won, H.I., dan Lee, J. H. 2010. Refractory Metal Nanopowders: Synthesis and Characterization. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. Vol. 14. Hal. 53-68.
- Yang, T., Liu, P., Xu, D., Wang, J. dan Zhang, K. 2021. Direct Preparation of Nanocelluloses of Tunable Lengths from Native Wood Via Alkaline Periodate Oxidation. *Advanced Sustainable Systems*. Vol. 2100058. Hal. 3-4.
- Zhao, T., Ji, X., Jin, W., Yang, W., Peng., X., Duan, A. D., Li, H. dan Li, T. 2017. Self-Propagating Combustion Triggered Synthesis of 3D Lamellar Graphene/BaFe₁₂O₁₉ Composite and Its Electromagnetic Wave Absorption Properties. *Nanomaterials*. Vol. 7. No. 55. Hal. 1-12.
- Zhou, W., Apkarian, R. P., Wang, Z. L. dan Joy, D. 2006. *Fundamentals of Scanning Electron Microscopy (SEM)*. Springer. New York. Hal. 1-2.
- Zugenmaier, P. 2001. Conformation and Packing of Various Crystalline Cellulose Fibers. *Progress in Polymer Science*. Vol. 26. No. 9. Hal. 1341-1417.