

**SINTESIS NANOSELULOSA DARI DAUN MAHKOTA NANAS
DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM**

(Skripsi)

Oleh

**VIVIANA BAPTIS
NPM 2117011007**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

ABSTRAK

SINTESIS NANOSELULOSA DARI DAUN MAHKOTA NANAS DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM

Oleh

VIVIA ANA BAPTIS

Limbah organik perkebunan dan pasar lokal khususnya Daun Mahkota Nanas (DMN) menjadi salah satu penyumbang terbesar limbah organik. Sehingga, pengolahan limbah DMN diperlukan untuk mengurangi limbah organik yang menumpuk. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi α -selulosa dari limbah DMN, membuat nanoselulosa dari α -selulosa melalui metode hidrolisis asam dengan H_2SO_4 variasi konsentrasi 5%, 10%, dan 15%, serta menganalisis karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan dari limbah DMN.

Sampel DMN dilakukan isolasi α -selulosa dengan variasi HNO_3 dan *citric acid* untuk *pretreatment* hidrolisis asam, serta NaOH dan MSG untuk pemurnian α -selulosa. Nanoselulosa dibuat dengan metode hidrolisis asam menggunakan H_2SO_4 dengan variasi konsentrasi 5%, 10%, dan 15%. Analisis dilakukan menggunakan FTIR, XRD, PSA, dan FESEM.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi optimal dari isolasi α -selulosa adalah variasi HNO_3 x NaOH dengan kadar α -selulosa 93,284% dan lignin 11%. Hasil analisis spektrum FTIR nanoselulosa 5% dan 15% tidak menunjukkan banyak perubahan dari spektrum FTIR selulosa. Hasil XRD menunjukkan indeks kristalinitas tertinggi ada pada nanoselulosa 5% sebesar 84,62%. Hasil analisis PSA menunjukkan bahwa nanoselulosa variasi H_2SO_4 5% memiliki ukuran partikel sebesar 279,04 nm sebanyak 29,1%. Hasil analisis FESEM menunjukkan bahwa hasil morfologi nanoselulosa DMN berupa serat halus seperti benang.

Kata Kunci: daun mahkota nanas, nanoselulosa, hidrolisis asam

ABSTRACT

SYNTHESIS OF NANOCELLULOSE FROM PINEAPPLE CROWN LEAVES USING ACID HYDROLYSIS METHOD

By

VIVIA ANA BAPTIS

Organic waste from plantations and local markets especially Pineapple Crown Leaf (PCL), is one of the largest contributors to organic waste. Therefore, the processing of PCL waste is necessary to reduce the accumulation of organic waste. This study aims to isolate α -cellulose from PCL waste, produce nanocellulose from α -cellulose through acid hydrolysis using H_2SO_4 with concentration of 5%, 10%, and 15%, and analyze the characteristics of the nanocellulose produced from PCL waste. The prepared PCL samples underwent α -cellulose isolation using variations of HNO_3 and citric acid for hydrolysis acid pretreatment, and NaOH and MSG for α -cellulose purification. Nanocellulose was produced through acid hydrolysis using H_2SO_4 with concentration variations of 5%, 10%, and 15%. Analyses were conducted using FTIR, XRD, PSA, and FESEM. The results showed the optimal variation for α -cellulose isolation was HNO_3 x NaOH, with α -cellulose content of 93.284% and lignin content of 11%. FTIR analysis showed that the FTIR spectra of 5% and 15% nanocellulose did not show significant differences from cellulose FTIR spectra. XRD results showed that the highest crystallinity index was found in 5% nanocellulose at 84.62%. PSA analysis showed that nanocellulose with 5% H_2SO_4 had a particle size of 279.04 nm with 29.1% distribution. FESEM analysis showed that the morphology of PCL nanocellulose appeared as fine, thread-like fibers.

Key words: pineapple crown leaves, nanocellulose, acid hydrolysis

**SINTESIS NANOSELULOSA DARI DAUN MAHKOTA NANAS
DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM**

Oleh

VIVIA ANA BAPTIS

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2025**

Judul Penelitian : **SINTESIS NANOSELULOSA DARI DAUN
MAHKOTA NANAS DENGAN METODE
HIDROLISIS ASAM**

Nama Mahasiswa : **Wivia Ana Baptis**

Nomor Pokok Mahasiswa : **2117011007**

Program Studi : **Kimia**

Fakultas : **Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**




Prof. Dr. Eng. Satripto Dwi Y., S.Si., M.T.
NIP. 197407052000031001


Dr. Fathan Bahfie, S.T., M.Si.
NIP. 199012182014011001

**2. Ketua Jurusan Kimia FMIPA
Universitas Lampung**


Prof. Dr. Mija Rilyanti, S.Si, M.Si.
NIP.197205302000032001

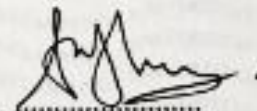
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

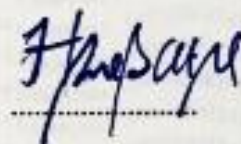
Ketua : Prof. Dr. Eng. Sripto Dwi Yuwono, S.Si., M.T.



Sekretaris : Dr. Fathan Bahfie, S.T., M.Si.



Anggota : Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 13 Agustus 2025

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Vivia Ana Baptis
NPM : 2117011007
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan dengan sungguh-sungguh bahwa skripsi saya yang berjudul **"Sintesis Nanoselulosa dari Daun Mahkota Nanas dengan Metode Hidrolisis Asam"** sepenuhnya merupakan hasil karya saya sendiri, dan bukan merupakan hasil karya pihak lain kecuali yang secara jelas tercantum dalam daftar pustaka. Seluruh isi skripsi ini sepenuhnya dapat dipertanggungjawabkan. Saya juga menyetujui apabila sebagian maupun keseluruhan data dalam skripsi ini dimanfaatkan oleh program studi untuk keperluan publikasi, dengan ketentuan nama saya tetap dicantumkan dalam publikasi tersebut berdasarkan kesepakatan bersama. Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenar-benarnya.

Bandar Lampung, 21 Agustus 2025

Vivia Ana Baptis
NPM. 2117011007

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Vivia Ana Baptis, lahir di Jakarta pada tanggal 3 Juni 2003. Penulis merupakan anak pertama dari tiga bersaudara yang dilahirkan dari pasangan Bapak Firman Legowo dan Ibu Aci Suratna. Penulis memulai pendidikan dari Taman Kanak-kanak (TK) di TK Immanuel Bandar Lampung pada tahun 2008-2009. Dasar (SD) di SD Immanuel Bandar Lampung pada tahun 2009-

2015. Selanjutnya, pendidikan Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMP Immanuel Bandar Lampung pada tahun 2015-2018. Lalu, penulis menyelesaikan pendidikan Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMA Immanuel Bandar Lampung pada tahun 2018-2021.

Pada tahun 2021, penulis diterima sebagai mahasiswa Program Studi S1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SNMPTN). Selama menjalani perkuliahan, penulis aktif berpartisipasi dalam kegiatan kemahasiswaan. Pada tahun yang sama, penulis turut serta dalam kegiatan Karya Wisata Ilmiah ke-XXXII yang diadakan oleh BEM FMIPA Unila. Tahun 2022, penulis bergabung dengan Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) FMIPA Unila dan berperan dalam bidang Advokasi serta Kesejahteraan Mahasiswa. Selanjutnya, pada tahun 2023 penulis mengikuti program Merdeka Belajar Kampus Merdeka (MBKM) Kewirausahaan dan berhasil memperoleh hibah Program Pembinaan Mahasiswa Wirausaha (P2MW) dari Kemendikbudristek. Pada periode Januari–Februari 2024, penulis melaksanakan Kuliah Kerja Nyata (KKN) di Desa Rejomulyo, Kecamatan Jati Agung. Kemudian, pada Juli 2024 penulis

melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT. Sumber Indah Perkasa (PT. SMART Tbk.). Sebagai tahap akhir studi, pada tahun 2025 penulis menyelesaikan penelitian tugas akhir di Pusat Riset Teknologi Pertambangan, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang, Lampung Selatan, dengan judul skripsi “Sintesis Nanoselulosa dari Daun Mahkota Nanas dengan Metode Hidrolisis Asam”.

PERSEMBAHAN

Puji syukur kupanjatkan atas nama Tuhan Yesus Kristus karena segala karunia-Nya telah menemaniku dalam menjalani hidup dan segala perjuanganku. Berkat dan karunia-Nya sungguh nyata dalam hidupku, tanpa-Nya perjuanganku akan berujung sia-sia.

Aku persembahkan karya sederhana ini kepada:

Orang Tuaku Tercinta

Bapak Firman Legowo dan Ibu Aci Suratna
untuk segala hal yang telah diberikan terhadap penulis sehingga penulis berada di titik ini.

Adik-adikku Tersayang

Kaira Ana Baptis dan Elvira Ana Baptis
yang telah menjadi adik lucu kesayangan penulis.

Rasa Hormat Saya Kepada:

Bapak Prof. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, S.Si., M.T., Bapak Dr. Fathan Bahfie, S.T., M.Si. dan Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. serta seluruh dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung atas jasanya telah mengajari dan memberikan ilmu yang bermanfaat untuk penulis.

Seluruh keluarga besarku, teman-teman, dan sahabat-sahabatku yang telah menjadi bahan bakar yang membuat penulis menjadi lebih semangat dalam menyelesaikan karya sederhana ini.

Serta,

Almamater Tercinta
Universitas Lampung

MOTTO

"Sebab Aku ini mengetahui rancangan-rancangan apa yang ada pada-Ku mengenai kamu, demikianlah firman TUHAN, yaitu rancangan damai sejahtera dan bukan rancangan kecelakaan, untuk memberikan kepadamu hari depan yang penuh harapan."
(Yeremia 29:11)

"Apapun juga yang kamu perbuat, perbuatlah dengan segenap hatimu seperti untuk Tuhan dan bukan untuk manusia."
(Kolose 3:23)

"Serahkanlah perbuatanmu kepada TUHAN, maka terlaksanalah segala rencanamu."
(Amsal 16:3)

"Strive not to be a success, but rather to be of value."
(Albert Einstein)

"Setiap perjuangan akan terasa manis ketika tiba saatnya menuai hasil."
(Penulis)

SANWACANA

Puji syukur saya panjatkan atas kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi saya dengan judul "**Sintesis Nanoselulosa dari Daun Mahkota Nanas dengan Metode Hidrolisis Asam**". Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

Dalam proses penyusunan skripsi ini, saya banyak menerima bimbingan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Eng. Suropto Dwi Yuwono, S.Si., M.T. selaku Dosen Pembimbing Utama terima kasih atas segala kebaikan, ilmu, bimbingan, motivasi, kritik dan saran kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan baik.
2. Bapak Dr. Fathan Bahfie, S.T., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Kedua terima kasih atas segala ilmu, bimbingan, saran dan kritik sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
3. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan FMIPA Universitas Lampung dan Dosen Pembahas terima kasih atas kritik, saran, ilmu yang telah diberikan dan dukungan kepada penulis selama menjalani perkuliahan sejak awal masa studi di jurusan kimia.
4. Ibu Devi Nur Anisa, S.Pd., M.Sc. selaku Pembimbing Akademik penulis yang telah memberi segala motivasi, arahan, dan nasihatnya selama perkuliahan berlangsung hingga penulisan skripsi ini.

5. Bapak Mulyono, Ph.D. selaku Wakil Dekan Bidang Akademik dan Kerja Sama FMIPA Universitas Lampung.
6. Ibu Prof. Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah membimbing dan memberikan banyak ilmu, pengalaman yang sangat berharga dan bermanfaat, serta motivasi kepada penulis selama menjadi mahasiswi jurusan kimia.
8. Seluruh peneliti dan *Research Analyst* (RA) Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Tanjung Bintang yang telah banyak membantu dan memberi saran kepada penulis dalam menyelesaikan penelitian skripsi ini.
9. Azzahra Sandra Sakina dan Difa Putri Himawan sebagai teman seperjuangan penulis yang telah saling memberi saran, mendukung dan membantu dalam menjalani penelitian dan penyusunan skripsi bersama-sama hingga akhir. Semoga sukses dalam segala hal yang dilakukan dan sehat selalu.
10. Ibu Aci Suratna selaku Ibu penulis yang telah memberi dukungan penuh, memberi semangat, serta selalu mendoakan penulis. Ucapan terima kasih tidak akan cukup mewakili rasa syukur penulis untuk jasa-jasa yang telah diberikan beliau kepada saya selama ini. Semoga Ibu sehat, disertai, dan diberkati Tuhan selalu.
11. Kaira dan Elvira selaku adik-adik penulis yang selalu ada untuk penulis dan selalu menghibur penulis dengan tingkah mereka yang lucu. Semoga adik-adik penulis bertumbuh dengan baik, sehat selalu, dan disertai Tuhan dalam segala hal yang mereka lakukan.
12. Erin, Teofani, dan Marcella sebagai sahabat penulis yang telah menjadi orang yang selalu mendukung dan menjadi wadah berkeluh kesah penulis selama ini. Terima kasih telah menjadi tempat penulis bercerita dalam wahana kehidupan penulis. Semoga disertai dan diberkati Tuhan dalam segala hal yang mereka lakukan selalu.

13. Teman-teman angkatan 2021 yang tidak dapat disebutkan satu per-satu, terima kasih atas bantuan serta dukungannya. Semoga selalu diberikan kelancaran dan kesuksesan kedepannya.

14. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu, yang telah memberikan bantuan dan doa dalam penulisan laporan ini.

Akhir kata, penulis memohon maaf kepada semua pihak apabila skripsi ini masih terdapat kesalahan dan kekeliruan. Semoga skripsi ini dapat berguna dan bermanfaat sebagaimana mestinya.

Bandar Lampung, 1 Juli 2025

Penulis

Vivia Ana Baptis

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	ix
I. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	3
1.3 Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Nanas.....	4
2.2 Limbah Daun Mahkota Nanas (DMN)	5
2.3 Lignoselulosa	6
2.3.1 Selulosa.....	7
2.3.2 Hemiselulosa.....	8
2.3.3 Lignin.....	9
2.4 Nanoselulosa	10
2.4.1 Sintesis Nanoselulosa	11
2.4.2 Aplikasi Nanoselulosa	12
2.4.3 Penelitian Tentang Nanoselulosa	13
2.5 Karakterisasi Nanoselulosa dari Daun Mahkota Nanas (DMN)	14
2.5.1 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	14
2.5.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	16
2.5.3 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA).....	17
2.5.4 <i>Field Emission Scanning Electron Microscope</i> (FESEM)	19
III. METODE PENELITIAN	21
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	21
3.2 Alat dan Bahan.....	21
3.3 Prosedur	22
3.3.1 Preparasi Sampel	22
3.3.2 Isolasi α -selulosa dari Daun Mahkota Nanas (DMN)	22

3.3.3	Penentuan Kadar α -selulosa menggunakan Metode SNI 0444:2009 dan Kadar Lignin menggunakan Metode SNI 0492:2008	24
3.3.4	Sintesis Nanoselulosa dari α -selulosa dengan Metode Hidrolisis Asam	26
3.3.5	Analisis FTIR.....	26
3.3.6	Analisis XRD.....	27
3.3.7	Analisis PSA.....	27
3.3.8	Analisis FESEM	27
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1	Preparasi Sampel.....	28
4.2	Isolasi α -selulosa dari Daun Mahkota Nanas (DMN).....	29
4.3	Penentuan Kadar α -selulosa menggunakan Metode SNI 0444:2009 dan Kadar Lignin menggunakan Metode SNI 0492:2008	31
4.4	Sintesis Nanoselulosa Dari α -selulosa dengan Metode Hidrolisis Asam.....	33
4.5	Analisis FTIR.....	35
4.6	Analisis XRD	38
4.7	Analisis PSA	40
4.8	Analisis FESEM.....	41
V.	PENUTUP	44
5.1	Simpulan	44
5.2.	Saran.....	44
	DAFTAR PUSTAKA.....	46

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kandungan selulosa dan lignin di beberapa jenis biomassa.....	6
2. Kandungan kimia serat daun mahkota nanas.....	6
3. Tabel kadar α -selulosa dan lignin	32
4. Perbandingan data FTIR hasil penelitian dengan nanoselulosa Mahardika <i>et al.</i> (2018).....	37
5. Nilai Difraktogram <i>Raw</i> DMN, Selulosa, dan Nanoselulosa	39

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Nanas (<i>Ananas Comosus L.</i>).....	4
2. Daun Mahkota Nanas (DMN)	5
3. Struktur Selulosa (Hu <i>et al.</i> , 2020)	7
4. Struktur hemiselulosa (Hu <i>et al.</i> , 2020).....	9
5. Tiga Monomer Fenilpropanoid Penyusun Lignin (Katahira <i>et al.</i> , 2018)	9
6. Reaksi Hidrolisis Asam pada Selulosa (Julianto dkk., 2017)	11
7. Proses Analisis Instrumen FTIR (Ganzoury <i>et al.</i> , 2015).....	15
8. Model Difraksi Bragg (Subaer, 2015)	16
9. Instrumen DLS (Horiba, 2022).....	18
10. Komponen SEM (Mohammed <i>and</i> Abdullah, 2018).....	19
11. Perbedaan Sampel DMN (a) Sampel utuh, (b) Sampel yang telah dipisahkan, (c) Sampel yang sudah kering, (d) Sampel yang sudah diayak dengan 80 <i>mesh</i>	28
12. Pretreatment hidrolisis asam variasi (a) HNO ₃ (b) <i>Citric acid</i>	29
13. Proses delignifikasi dari variasi (a) HNO ₃ (b) <i>Citric acid</i>	30
14. Hasil pemurnian α -selulosa variasi (a) HNO ₃ dengan NaOH 17,5%, (b) HNO ₃ dengan MSG 17,5%, (c) <i>Citric acid</i> dengan NaOH 17,5%, (d) <i>Citric</i> <i>acid</i> dengan MSG 17,5%.....	30
15. Hasil Bleaching variasi (a) HNO ₃ dengan NaOH 17,5%, (b) HNO ₃ dengan MSG 17,5%, (c) <i>Citric acid</i> dengan NaOH 17,5%, (d) <i>Citric acid</i> dengan MSG 17,5%	31
16. Hasil sintesis nanoselulosa dengan variasi asam (a) H ₂ SO ₄ 5%, (b) H ₂ SO ₄ 10%, (c) H ₂ SO ₄ 15%.....	34

17.	Spektrum FTIR (a) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 15%, (b) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 5%, (c) Selulosa HNO ₃ x NaOH, (d) Sampel DMN <i>Raw</i>	36
18.	Difraktogram XRD (a) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 15%, (b) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 5%, (c) Selulosa HNO ₃ x NaOH, (d) <i>Raw</i> DMN	38
19.	Hasil analisis PSA (a) Konsentrasi H ₂ SO ₄ 5%, (b) Konsentrasi H ₂ SO ₄ 10%, (c) Konsentrasi H ₂ SO ₄ 15%.....	41
20.	Hasil Analisis FESEM (a) DMN <i>Raw</i> 1000x, (b) Selulosa HNO ₃ x NaOH 1000x, (c) Selulosa <i>Citric</i> x MSG 1000x, (d) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 5% 5000x, (e) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 10% 5000x, (f) Nanoselulosa H ₂ SO ₄ 15% 5000x	42

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Di Indonesia dapat ditemukan banyak tempat perkebunan nanas seperti di Lampung, Sumatera Selatan, Jawa Timur, dan lain-lain. Pada tahun 2022, produksi nanas di Indonesia telah meningkat sebesar 10,98% dengan total produksi 3.203.775 ton dibandingkan tahun sebelumnya yang sebanyak 2.886.417 ton (Badan Pusat Statistik, 2023). Menurut data BPS tahun 2023, Lampung menjadi produsen terbesar buah nanas dengan total 722.847 ton (Badan Pusat Statistik, 2024). Perkebunan tersebut melonjakkan jumlah limbah organik yang berupa sisa buah olahan, pohon nanas hasil panen buah nanas, maupun daun mahkota nanas (DMN). Maka dari itu, daun nanas termasuk daun mahkota nanas menjadi limbah biomassa yang cukup melimpah dengan potensi limbah mencapai 66.456 ton pertahun (Addin, 2018). Sehingga, pengolahan limbah DMN diperlukan untuk mengurangi limbah organik yang menumpuk.

Pengolahan limbah daun mahkota nanas (DMN) dapat dilakukan dengan mengubahnya menjadi nanoselulosa. Limbah DMN (*Ananas comosus*) menjadi salah satu serat alami dari tumbuhan yang memiliki potensi signifikan untuk diolah sebagai sumber nanoselulosa, namun pemanfaatannya hingga kini masih belum optimal (Mamani *et al.*, 2020). Umumnya, kandungan DMN terdiri dari 79-83% selulosa, 19% hemiselulosa, dan 5-15% lignin (Brinchi *et al.*, 2013; Mamani *et al.*, 2020). Nanoselulosa menjadi salah satu bentuk selulosa yang diisolasi sebagai nanopartikel yang dianggap sebagai material yang berguna untuk masa depan (Norizan *et al.*, 2022). Nanoselulosa disebut sebagai nanomaterial berbasis selulosa yang diekstrak dari serat tanaman dengan rentang ukuran dalam

skala nanometer. Material ini telah digunakan secara efektif dalam berbagai aplikasi karena efektivitas biayanya, sifatnya yang ramah lingkungan, kemampuan untuk terurai secara hayati, dan kualitas luar biasa lainnya (Reshmy *et al.*, 2021). Proses pembuatan nanoselulosa terdiri dari dua tahap utama yaitu *pre-treatment* (meliputi pembersihan, penghilangan zat ekstraktif, pembuatan *pulp* atau perlakuan alkali) dan isolasi nanoselulosa (Norizan *et al.*, 2022).

Penelitian sebelumnya telah dilakukan pembuatan nanoselulosa dari daun mahkota nanas (DMN) menggunakan metode kimia hidrolisis asam. Berdasarkan penelitian yang dilakukan Prado dan Spinacé (2019), metode hidrolisis asam menggunakan 60% H₂SO₄ (w/w) yang dipanaskan pada 45°C dengan pengadukan yang cepat selama 1 jam menghasilkan ukuran diameter kristal nanoselulosa sebesar 39 nm. Faria *et al.* (2020) menggunakan metode hidrolisis asam dengan variasi 30, 40, dan 60% (w/w) dipanaskan dalam 50°C selama 120 menit dengan pengadukan cepat memperoleh nanoselulosa dengan rata-rata berukuran 10,38 nm.

Dengan metode hidrolisis asam yang dipilih untuk mengisolasi nanoselulosa, penelitian ini menggunakan metode yang berbeda dalam mengisolasi α -selulosa dari daun mahkota nanas (DMN) pada tahap awal. Dalam kedua penelitian sebelumnya, setelah DMN dipreparasi dilakukan perlakuan basa untuk delignifikasi. Berbeda dengan penelitian ini, DMN yang sudah dipreparasi akan diberikan perlakuan asam dengan dihidrolisis terlebih dahulu untuk menghilangkan hemiselulosa dan zat lainnya setelah itu dilakukan delignifikasi. Metode isolasi α -selulosa ini diadaptasi dari penelitian Ohwoavworhwa dan Adelakun (2007) dengan sampel tongkol jagung yang kemudian direkreasikan oleh Tarigan (2021) dengan sampel tandan kosong kelapa sawit. Pada metode ini, senyawa yang digunakan akan divariasikan untuk menentukan senyawa yang lebih efektif dan optimal.

Metode hidrolisis asam akan digunakan dalam penelitian ini untuk menyintesis nanoselulosa dari biomassa limbah DMN. Asam yang digunakan dalam metode ini adalah asam sulfat, yang diaplikasikan pada konsentrasi 5%, 10%, dan 15%. Selain bahan yang mudah diperoleh, metode hidrolisis asam juga memberikan

keuntungan berupa proses yang lebih cepat, efisien, dan praktis. Hal ini menjadikan hidrolisis asam sebagai salah satu metode yang unggul dalam produksi nanomaterial. Setelah ekstraksi nanoselulosa, evaluasi kualitatif dilakukan menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM), dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

1.2 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengisolasi α -selulosa dari limbah DMN.
2. Membuat nanoselulosa dari α -selulosa melalui metode hidrolisis asam dengan H_2SO_4 variasi konsentrasi 5%, 10%, dan 15%.
3. Menganalisis karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan dari limbah DMN.

1.3 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah mengurangi produksi limbah DMN untuk mencegah pencemaran lingkungan, dan memanfaatkan limbah DMN menjadi produk yang bernilai jual yang tinggi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Nanas

Nanas atau *Ananas Comosus L.* merupakan salah satu buah terpenting di dunia dan merupakan anggota keluarga *Bromeliaceae* yang dapat dimakan (Zainuddin *et al.*, 2014). Nanas berasal dari Amerika Selatan dan ditemukan oleh orang Eropa di Karibia pada tahun 1493. Buah tropis ini sering digunakan sebagai zat pengempuk daging karena mengandung enzim bromelin yang dapat memecah struktur protein (New *et al.*, 2004). Pada abad ke-15, orang Spanyol memperkenalkan nanas ke Indonesia dan menanamnya di sini, yang kemudian ditanam secara luas. Nanas menjadi buah yang umum dijadikan hidangan penutup dalam berbagai acara (Agoes, 2010).



Gambar 1. Nanas (*Ananas Comosus L.*)

Secara komersial, buah ini sebagian besar dijual sebagai buah kalengan dan dikonsumsi di seluruh dunia. Tanaman ini dapat tumbuh hingga ketinggian 75

hingga 150 cm dengan lebar 90 hingga 120 cm. Tanaman ini pendek, memiliki tunggul kokoh dengan daun sempit, berserat, dan berduri. Tanaman ini berkembang menjadi buah berbentuk kerucut yang berair dan berdaging dengan mahkota di bagian atas. Tanaman nanas dianggap tidak menguntungkan setelah buahnya dipanen karena kurangnya pengetahuan tentang potensi tanaman tersebut setelah buahnya dibuang. Setelah kegiatan pemanenan, sebagian besar ampas nanas dibuang dan dijadikan pupuk atau dibakar di lahan terbuka. Namun, cara-cara ini tidak hanya tidak efektif, tetapi juga berkontribusi terhadap polusi udara (Zainuddin *et al.*, 2014).

2.2 Limbah Daun Mahkota Nanas (DMN)

Daun mahkota nanas (DMN) merupakan salah satu limbah biomassa utama dari perkebunan, pasar lokal, hingga pabrik pengolahan nanas. Serat ini dapat diolah lebih lanjut untuk membentuk selulosa menjadi nanoselulosa yang lebih bernilai dan banyak digunakan (Fitriani *et al.*, 2021). DMN menyumbang berat total sekitar 10–25 persen. Bagian terbesar dari limbah biomassa ini terdiri dari polimer karbohidrat yang mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin (Prado and Spinacé, 2019). Adapun perbandingan kandungan selulosa dari serat daun nanas dengan beberapa jenis biomassa lainnya dipaparkan pada Tabel 1.



Gambar 2. Daun Mahkota Nanas (DMN)

Tabel 1. Kandungan selulosa dan lignin di beberapa jenis biomassa

Jenis Biomassa	Selulosa, wt. %
Serat Daun Nanas	79 – 83
Tongkol Jagung	70
Ampas Tebu	40
Kayu	40 – 60

(Brinchi *et al.*, 2013)

DMN tidak luput dari kandungan lainnya selain selulosa. Tabel 2 memberikan informasi mengenai kandungan dari daun mahkota nanas selain dari selulosa.

Tabel 2. Kandungan kimia serat daun mahkota nanas

Komponen	Komposisi (%)
Lignin	8 – 12
Hemiselulosa	15 – 20
Pektin	2 – 4
Lemak dan lilin	4 – 7
Bahan larut air	1 – 3
Abu	2 – 3

(Jawaid *et al.*, 2020)

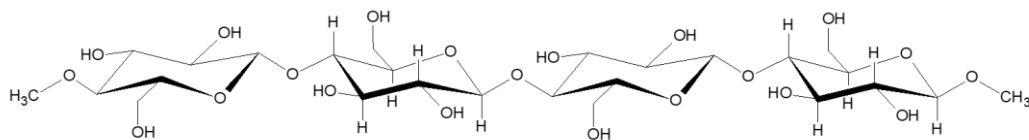
2.3 Lignoselulosa

Lignoselulosa adalah bagian yang penting dari dinding sel tumbuhan dan diklasifikasikan sebagai sumber daya hutan atau pertanian. Lignoselulosa yang terdapat dalam biomassa adalah senyawa heteropolimer yang esensialnya terdiri dari selulosa (heksose), hemiselulosa (pentosa, heksose), dan lignin (polimer aromatik) (Kuhad *and* Singh, 2007). Terbentuk melalui proses fotosintesis tumbuhan, lignoselulosa mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin (Chen,

2015). Dinding sel memiliki struktur tiga dimensi yang terbentuk oleh selulosa, hemiselulosa, dan lignin (Karimi, 2015).

2.3.1 Selulosa

Selulosa merupakan polimer yang paling melimpah dan dapat diperbaharui di dunia ini. Selulosa memiliki potensi tinggi untuk aplikasi masa depan, terutama di bidang manufaktur, bioteknologi, dan lain-lain (Zugenmaier, 2018). Sebanyak sekitar 10^{11} - 10^{12} ton selulosa disintesis melalui proses fotosintesis (Wüstenberg, 2012). Serat selulosa ini dapat diperoleh dari sel-sel tumbuhan yaitu dari kapas, serat, rami, sisal, atau kayu (Aegerter *et al.*, 2011).



Gambar 3. Struktur Selulosa (Hu *et al.*, 2020)

Turunan dari selulosa juga sering digunakan dalam berbagai industri dan kegiatan sehari-hari di rumah tangga (Wüstenberg, 2012). Polimer tersebut tersusun dari sejumlah besar molekul glukosa yang terikat dalam rantai melalui ikatan β -D-glukopiranos ($1 \rightarrow 4$). Senyawa ini menunjukkan variasi kimia yang luas dan memiliki potensi yang besar dalam berbagai aplikasi (Zugenmaier, 2018). Selain itu, selulosa memiliki Derajat Polimerisasi (DP) yang tinggi, sekitar 1.000-30.000, yang sesuai dengan panjang rantai 500-15.000 nm (Rojas, 2016).

Berdasarkan Derajat Polimerisasi dan kelarutannya dalam senyawa NaOH 17,5%, selulosa dapat dibagi menjadi 3 jenis yaitu, α -selulosa, β -selulosa, dan γ -selulosa (Raja *et al.*, 2021).

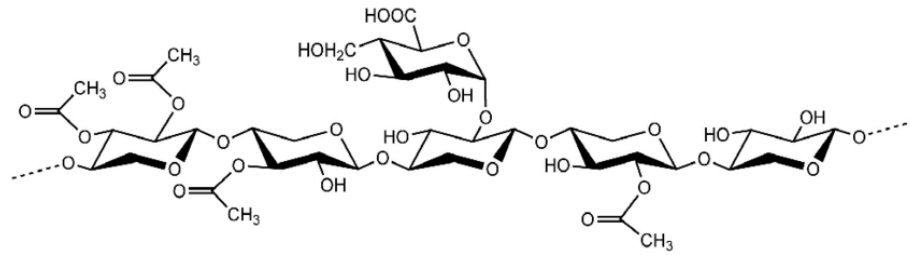
1. α -selulosa: α -selulosa merupakan selulosa dengan kualitas tertinggi (murni). Selulosa murni memiliki DP yang tinggi hingga tidak dapat

dilarutkan dalam larutan NaOH 17,5% (Eriksson, 2014). α -selulosa dengan konsentrasi >92% dapat digunakan sebagai bahan dasar utama (nitroselulosa) untuk membuat bahan peledak. Salah satu turunan dari α -selulosa adalah selulosa mikrokristalin (Raja *et al.*, 2021).

2. β -selulosa: β -selulosa biasanya merupakan karbohidrat, gula dan selulosa rantai pendek dengan DP <200. β -selulosa dapat dilarutkan dalam larutan NaOH 17,5% dan kemudian diregenerasikan dalam kondisi asam (Eriksson, 2014).
3. γ -selulosa: γ -selulosa adalah komponen yang dapat larut dalam larutan NaOH 17,5% tetapi tidak dapat diregenerasikan dalam kondisi asam maupun basa. Sebagian besar γ -selulosa umumnya terdiri dari hemiselulosa yang sangat terdegradasi dalam bentuk monosakarida, sebagai contohnya adalah mannososa atau xilosa (Eriksson, 2014).

2.3.2 Hemiselulosa

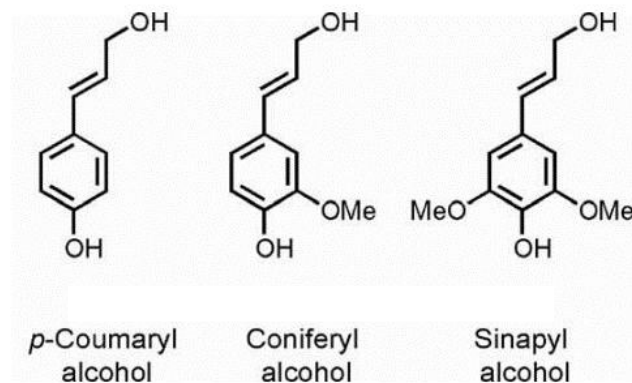
Hemiselulosa adalah polisakarida pada dinding sel tumbuhan yang memiliki rantai utama yang terhubung dengan β -(1-4) dengan konfigurasi ekuatorial. Hemiselulosa meliputi xiloglukan, xilan, manan, dan glukomanan, serta β -(1-3,1-4)-glukan. Jenis hemiselulosa ini terdapat pada dinding sel semua tumbuhan darat, kecuali β -(1-3,1-4)-glukan, yang terbatas pada *Poales* dan beberapa kelompok lainnya. Struktur rinci hemiselulosa dan kelimpahannya sangat bervariasi antara spesies dan jenis sel yang berbeda (Scheller *and* Ulvskov, 2010). Hemiselulosa terletak di dinding sel tumbuhan dan merupakan makromolekul paling melimpah kedua di dunia (Brienzo, 2022). Peran biologis hemiselulosa yang paling penting adalah kontribusinya dalam memperkuat dinding sel melalui interaksi dengan selulosa dan, pada beberapa dinding, dengan lignin. Fitur-fitur ini dibahas dalam kaitannya dengan model dinding primer yang diterima secara luas (Scheller *and* Ulvskov, 2010). Struktur hemiselulosa dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Struktur hemiselulosa (Hu *et al.*, 2020)

2.3.3 Lignin

Lignin merupakan bahan polifenol dan salah satu komponen utama dinding sel tumbuhan. Biosintesisnya terjadi melalui dehidrogenasi enzimatis dari tiga monomer fenilpropanoid yaitu *p-coumaryl alcohol*, *coniferyl alcohol*, dan *sinapyl alcohol* (Katahira *et al.*, 2018). Struktur ketiga monomer ditunjukkan oleh Gambar 5. Karena lignin berfungsi sebagai perekat antar sel dan merupakan komponen tanaman yang ditemukan di bagian tengah lamelar dan dinding sel, kehadirannya selama proses pembuatan *pulp* tidak diinginkan (Fengel dan Wegener, 1995).



Gambar 5. Tiga Monomer Fenilpropanoid Penyusun Lignin (Katahira *et al.*, 2018)

Lignin adalah polimer kompleks dan bersifat amorf. Karena adanya sifat amorf pada lignin maka sulit diketahui secara pasti sifat fisik dan bentuk molekulnya (Fengel dan Wegener, 1995). Lignin terbuat dari karbon, oksigen, hidrogen, dan energi matahari, hingga menjadikannya struktur komposit yang sangat efisien. Lignin mengandung sifat-sifat biologis yang membantu melindungi tumbuhan dari patogen dan memfasilitasi pergerakan air dengan melindungi dinding sel tumbuhan dari kebocoran air. (Fengel dan Wegener, 1995).

2.4 Nanoselulosa

Nanoselulosa terdiri dari partikel selulosa pada skala nanometrik, dengan kristalinitas tinggi, yang pada dasarnya terdiri dari selulosa, hemiselulosa, lignin, dan senyawa lain dalam jumlah yang lebih kecil. Nanoselulosa dapat diperoleh melalui berbagai proses, menggunakan beberapa sumber lignoselulosa, seperti pisang, kapas, beras, tebu, kelapa, nanas, dan lain-lain. Karakteristik utama yang mendorong penggunaan bahan ini adalah kepadatannya yang rendah, biaya rendah, biodegradabilitas, dan abrasivitas rendah, sehingga menghasilkan bahan yang lebih ringan dan lebih tahan (Faria *et al.*, 2020).

Dua jenis utama nanoselulosa dapat diperoleh adalah sebagai berikut:

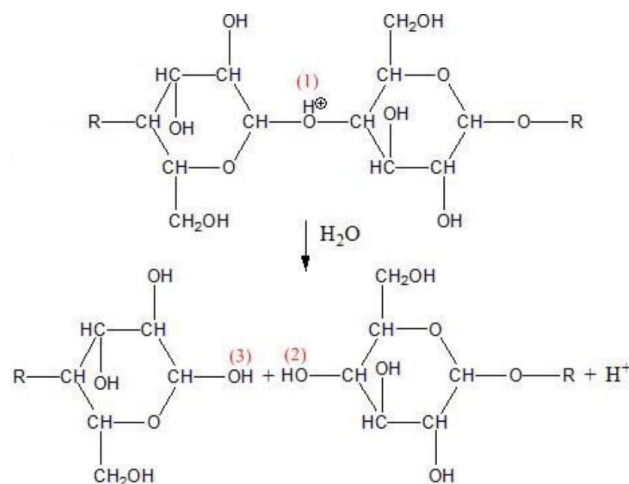
- I. Nanokristal selulosa merupakan batang kristal selulosa kaku kecil yang diproduksi melalui perlakuan asam.
- II. Nanofibril selulosa merupakan agregat selulosa tubular dengan daerah amorf yang diproduksi melalui disintegrasi mekanis.

Faktor utama yang memengaruhi ukuran dan morfologi partikel nanokristal selulosa terkait dengan sumber selulosa yang digunakan untuk menghasilkan mikrofibril dan proses memperoleh nanokristal selulosa darinya, termasuk perlakuan awal dan tahap dekonstruksi material. Produksi skala besarnya masih menghadirkan beberapa tantangan, seperti waktu proses yang lama, produktivitas yang tidak menarik, dan biaya yang tinggi (Faria *et al.*, 2020).

2.4.1 Sintesis Nanoselulosa

Penelitian terdahulu sudah banyak yang membahas mengenai sintesis nanoselulosa dari biomassa. Maka dari itu, tahapan-tahapan untuk melakukan sintesis nanoselulosa juga bervariasi. Isolasi α -selulosa dilakukan terlebih dahulu sebelum menyintesis nanoselulosa. Pada penelitian yang dilakukan oleh Tarigan (2021), nanoselulosa disintesis menggunakan metode hidrolisis asam dengan HCl 10% selama 2 jam pada suhu 45°C. Proses yang dilalui adalah hidrolisis asam, sentrifugasi, ultrasonifikasi, dan dialisis (Tarigan, 2021).

Seperti terlihat pada Gambar 6, tujuan dari pengolahan hidrolisis asam adalah untuk mendegradasi bagian amorf dari selulosa dan mengurangi ukuran serat (Julianto dkk., 2017).



Gambar 6. Reaksi Hidrolisis Asam pada Selulosa (Julianto dkk., 2017)

Ikatan glikosida dalam serat larut saat asam meresap ke dalamnya, menyebabkan fibril selulosa hancur. Keadaan ini harus dipertahankan untuk mencegah hidrolisis glukosa secara total (Dong *et al.*, 1998). Reaksi hidrolisis asam pada selulosa digambarkan pada Gambar 6. Ketika air ditambahkan ke asam sulfat, ion H_3O^+ dihasilkan. Ion H^+ ini kemudian bereaksi dengan salah satu cincin selulosa, seperti yang terlihat pada Gambar 6 (1), untuk membentuk ikatan O-H pada Gambar 6

(2). Setelah membuat ikatan O-H dengan cincin selulosa lainnya, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 6 (3), H_2O yang dihasilkan oleh proses ini akan bereaksi untuk menghasilkan ion H^+ (Julianto dkk., 2017).

2.4.2 Aplikasi Nanoselulosa

Aplikasi dari material terbarukan dalam dunia industri saat ini sangat dibutuhkan karena meningkatnya permintaan akan alternatif untuk persediaan tradisional yang langka dan tidak terbarukan. Maka dari itu, nanoselulosa yang telah diisolasi dari serat selulosa dengan metode hidrolisis asam kuat sangat menarik perhatian di dunia material (Petroudy *et al.*, 2023). Beberapa aplikasi nanoselulosa adalah sebagai berikut:

a. Bahan penguat polimer yang berkelanjutan

Telah banyak aplikasi menunjukkan bahwa nanoselulosa dapat digunakan sebagai penguat nano yang luar biasa dan terinspirasi secara hayati dalam nano komposit polimer (Y. Chen *et al.*, 2019). Berbagai matriks polimer seperti poli(asam laktat), poliamida, poli(oksietilena), polipropilena, poli(vinil alkohol), pati, karet alam, dan poli(metil metakrilat), telah diperkuat dengan penambahan nanoselulosa sebagai bahan penguat dengan aspek rasio dan luas permukaan yang tinggi (Petroudy *et al.*, 2023).

b. Industri *pulp* dan kertas

Salah satu konsumen global terbesar nanoselulosa adalah industri *pulp* dan kertas, yang utamanya berpusat di Amerika Utara, Eropa, dan Asia Timur (Samyn *et al.*, 2018). Karena gugus hidroksil pada permukaan nanoselulosa membentuk ikatan hidrogen satu sama lain, kertas dianggap sebagai lapisan tipis serat *pulp* yang saling bersentuhan. Kayu lunak (serat panjang berdensitas rendah), kayu keras (serat pendek berdensitas tinggi), sumber daya non-kayu seperti ampas tebu, bambu, kenaf, alang-alang, jerami, dan rumput, serta kertas daur ulang atau

reklamasi umumnya digunakan sebagai bahan baku pembuatan kertas. Karakteristik utama nanoselulosa yang terlihat sangat menjanjikan adalah kekuatan dan kekakuannya yang tinggi, yang dapat meningkatkan sifat keseluruhan bahan berbasis kertas di lingkungan basah dan kering (Osong *et al.*, 2016).

c. Kemasan makanan *eco-friendly*

Bio-polimer untuk pengemasan makanan menghadapi banyak tantangan seperti kekuatan mekanik yang rendah dan sifat penghalang yang buruk terhadap oksigen, air, uap, dan cahaya. Salah satu solusi yang mungkin adalah dengan menggabungkan pengisi berukuran nano, seperti nanokristal selulosa. Seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Fortunati *et al.* (2014), telah menunjukkan bahwa nanoselulosa memperkuat dan mengurangi permeabilitas air dalam PLA, sehingga meningkatkan kualitas penghalangnya. Hasil yang sebanding dicatat ketika film pati singkong yang diperkuat dengan nanoselulosa meningkatkan kekuatan dan ketahanan airnya (Silva *et al.*, 2012).

d. Produk bio-medis

Nanoselulosa dikenal karena biodegradabilitas, sitotoksitas yang rendah, dan biokompatibilitasnya. Material ini telah diteliti untuk aplikasi farmasi selama dua dekade terakhir. Nanoselulosa digunakan dalam pembalut luka, pemberian obat, rekayasa jaringan, dan implan medis (Petroudy *et al.*, 2023). Nanoselulosa yang dikombinasikan dengan nanopartikel perak untuk mempercepat penyembuhan luka diabetes, yang menunjukkan bahwa nanoselulosa meningkatkan re-epitelisasi dan pengendapan kolagen (Singla *et al.*, 2017).

2.4.3 Penelitian Tentang Nanoselulosa

Dalam penelitian terdahulu, sudah banyak yang membahas mengenai pembuatan nanoselulosa dari biomassa dengan berbagai metode. Seperti penelitian yang

dilakukan oleh Bhatia pada tahun 2022, biomassa daun mahkota nanas (DMN) dilakukan *Pre-treatment* alkali sebanyak 5 kali dan *bleaching* dengan buffer asetat dan natrium hipoklorit encer. Residu yang diperoleh kemudian diaduk secara mekanis dengan bantuan homogenizer bertekanan tinggi. Hasil yang didapatkan adalah nanoselulosa dengan diameter rata-rata sekitar 150 nm (Bhatia *et al.*, 2022).

Pada penelitian lainnya, proses ekstraksi nanoselulosa dari kulit bawang putih dengan hidrolisis asam menghasilkan diameter rata-rata 6 nm dan panjang rata-rata 480 nm (Kallel *et al.*, 2016). Metode pencairan bambu dengan *microwave* yang dikombinasikan dengan perlakuan kimia dan proses nanofibrilasi ultrasonik terbukti berhasil mengekstraksi nanoselulosa dengan diameter berkisar 2-30 nm dan metode ini terbukti mampu menghilangkan senyawa non-selulosa dari bambu secara efisien (Xie *et al.*, 2016).

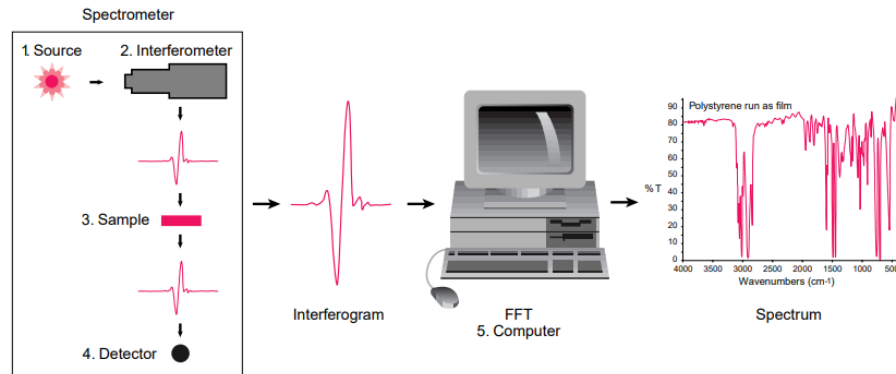
2.5 Karakterisasi Nanoselulosa dari Daun Mahkota Nanas (DMN)

2.5.1 *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

FTIR adalah singkatan dari *Fourier Transform Infrared*. Dalam spektroskopi inframerah, radiasi inframerah dilewatkan melalui sampel. Sampel menyerap sebagian cahaya inframerah, sementara sebagian lagi melewatinya (memancarkan). Spektrum sidik jari yang dihasilkan menunjukkan penyerapan dan transmisi molekuler. Tidak ada dua molekul berbeda yang menghasilkan spektrum inframerah yang sama, seperti spektrum sidik jari (Ganzoury *et al.*, 2015).

Spektrum sidik jari sampel dapat dilihat dalam spektrum inframerah, di mana puncak serapan menandakan frekuensi getaran antara atom-atom yang membentuk zat tersebut. Tidak ada dua senyawa yang menciptakan spektrum inframerah yang sama persis karena setiap bahan merupakan campuran atom yang

unik. Akibatnya, semua jenis zat dapat diidentifikasi secara positif (dianalisis secara kualitatif) menggunakan spektroskopi inframerah. Selain itu, ukuran puncak spektrum secara langsung berhubungan dengan jumlah bahan yang ada (Ganzoury *et al.*, 2015).



Gambar 7. Proses Analisis Instrumen FTIR (Ganzoury *et al.*, 2015)

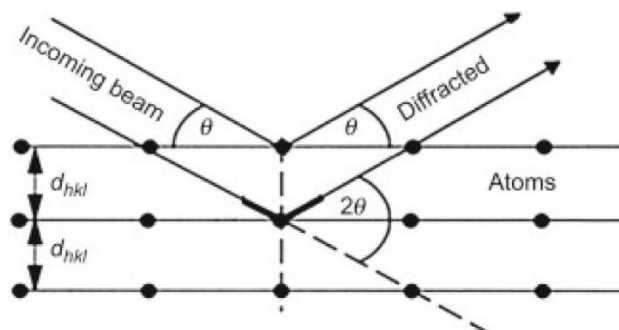
Berikut adalah proses analisis instrumen FTIR pada Gambar 7:

1. Sumber: Energi inframerah dipancarkan dari sumber benda hitam yang bersinar. Sinar ini melewati lubang yang mengendalikan jumlah energi yang diberikan ke sampel (dan akhirnya ke detektor).
2. Interferometer: Sinar memasuki interferometer tempat terjadinya "pengodean spektral". Sinyal interferogram yang dihasilkan kemudian keluar dari interferometer.
3. Sampel: Sinar memasuki kompartemen sampel, kemudian dipancarkan atau dipantulkan dari permukaan sampel, tergantung pada jenis analisis yang dilakukan. Di sinilah frekuensi energi tertentu, yang merupakan karakteristik unik dari sampel, diserap.
4. Detektor: Sinar akhirnya melewati detektor untuk pengukuran akhir. Detektor yang digunakan dirancang khusus untuk mengukur sinyal interferogram khusus.
5. Komputer: Sinyal yang diukur didigitalkan dan dikirim ke komputer tempat transformasi *Fourier* berlangsung. Spektrum inframerah akhir kemudian disajikan kepada pengguna untuk interpretasi dan manipulasi lebih lanjut.

2.5.2 *X-Ray Diffraction (XRD)*

X-Ray Diffraction (XRD) merupakan metode nondestruktif yang ampuh untuk karakterisasi material kristal. Metode ini memberikan rincian tentang fase, orientasi kristal yang disukai (tekstur), dan karakteristik struktural lainnya seperti ukuran butiran rata-rata, regangan, kristalinitas, dan cacat kristal. Interferensi konstruktif dari berkas sinar-X monokromatik yang tersebar pada sudut tertentu dari setiap set bidang kisi dalam suatu material menghasilkan puncak difraksi sinar-X. Distribusi atom dalam kisi menentukan intensitas puncak. Akibatnya, sidik jari konfigurasi atom periodik dalam material tertentu direpresentasikan oleh pola difraksi sinar-X (Bunaciu *et al.*, 2015).

Prinsip *X-Ray Diffraction* adalah ketika radiasi elektromagnetik berinteraksi dengan struktur periodik yang memiliki variasi geometris pada skala panjang gelombang radiasi tersebut hingga efek difraksi terjadi. Jarak antar atom dalam kristal dan molekul berkisar antara 0,15 hingga 0,4 nm, yang sesuai dengan panjang gelombang sinar-X pada spektrum elektromagnetik, dimana energi fotonnya berkisar antara 3 hingga 8 keV. Oleh karena itu, interferensi konstruktif dan destruktif dapat diamati ketika struktur kristal dan molekul dikenai sinar-X (Warren, 2012). Berkas sinar-X yang mendarat pada kristal dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Model Difraksi Bragg (Subaer, 2015)

2.5.3 Particle Size Analyzer (PSA)

Particle Size Analyzer (PSA) adalah instrumen yang digunakan untuk mengukur dan menganalisis ukuran serta distribusi ukuran partikel dalam sebuah sampel, baik dalam bentuk padat, suspensi, emulsi, maupun aerosol. PSA dapat mendeteksi ukuran partikel dari orde nano hingga mikro sehingga banyak digunakan dalam riset dan industri nanoteknologi, bahan elektronik, farmasi, kosmetik, hingga makanan (Horiba, 2022).

Dalam operasinya, alat PSA memanfaatkan cahaya yang dipancarkan dan kemudian dihamburkan oleh partikel-partikel dalam sampel. Intensitas hamburan cahaya ini berbanding terbalik dengan ukuran partikel. PSA juga menggunakan sumber cahaya serta detektor berupa tabung *photomultiplier* dan fotodioda. Cahaya yang tersebar menghasilkan sinyal analog yang dikonversi menjadi sinyal *digital*, lalu diproses menjadi data dalam bentuk deret angka. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa prinsip kerja *particle size analyzer* didasarkan pada fenomena hamburan cahaya oleh partikel dalam sampel (Anindya, 2018).

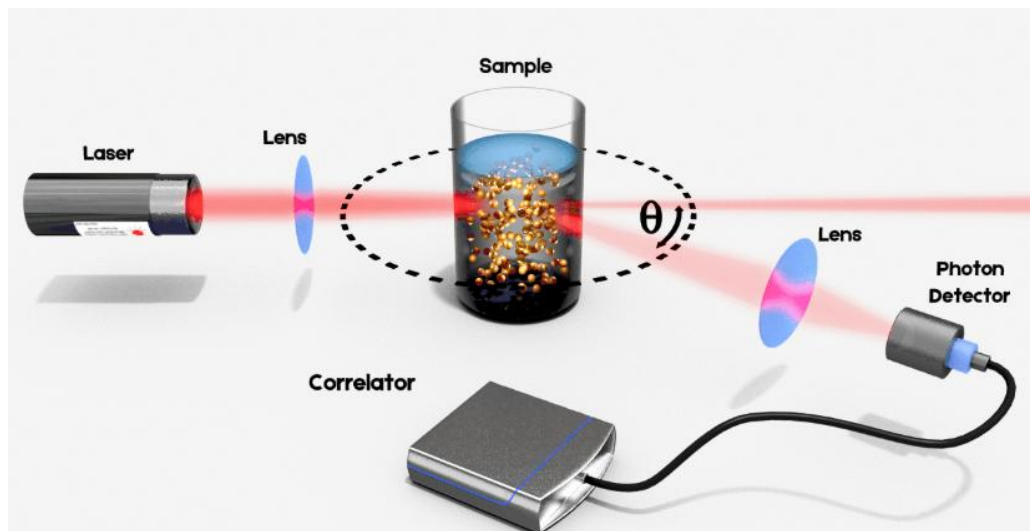
Prinsip utama PSA terutama didasarkan pada difraksi laser yaitu sinar laser diarahkan ke partikel, kemudian pola hamburan cahaya yang terbentuk dianalisis untuk mendapatkan distribusi ukuran partikel. Ada pula metode lain seperti *dynamic light scattering* (DLS) dan *static light scattering* (SLS) yang juga memanfaatkan interaksi cahaya dengan partikel untuk analisis.

Berikut dijelaskan fungsi masing-masing bagian instrumen DLS pada Gambar 9:

- a) Sumber Cahaya Sumber: Cahaya yang biasa digunakan dalam instrumen DLS adalah laser monokromatik dari cahaya merah dengan panjang gelombang 633 nm atau cahaya biru dengan panjang gelombang 405 nm.
- b) Lensa: Lensa cembung digunakan untuk memfokuskan sinar laser pada sampel dan *detector*.
- c) Sampel: Sampel disimpan dalam wadah yang disebut kuvet. Kuvet terbuat dari bahan kaca atau plastik yang transparan untuk mengurangi absorpsi dari

kuvet. Sampel dapat berupa partikel padat, cair, atau suspensi partikel dengan ukuran dari 0,35 nm – 8000 nm. Sebelum pengukuran sampel harus didispersikan dalam *medium* yang tidak melarutkan dan merusak sampel. Kemudian tingkat aglomerasi partikel dalam *medium* pendispersi juga harus minimum. Sampel tidak boleh terlalu encer atau terlalu pekat. Sampel yang terlalu encer tidak memberikan intensitas yang cukup kuat untuk dideteksi dan juga sampel yang terlalu pekat dapat menyebabkan adanya hamburan tambahan dari partikel-partikel lain dalam sampel yang dapat menghasilkan data yang tidak akurat.

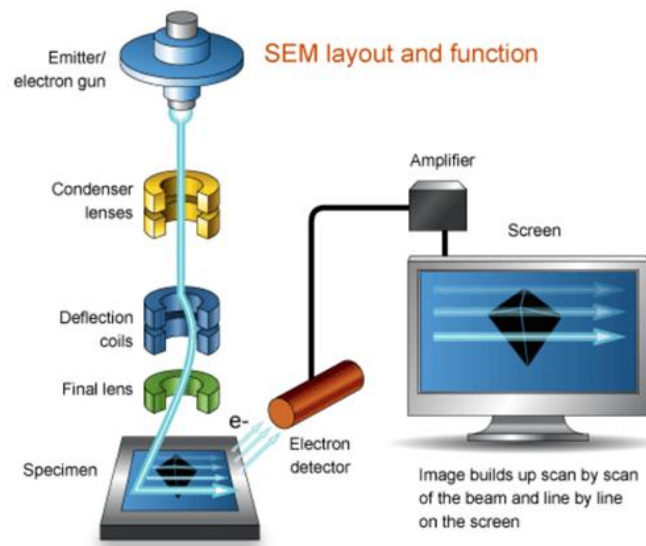
- d) Detektor foton: Detektor foton berperan dalam mendeteksi dan mengukur cahaya yang tersebar oleh partikel dalam sampel.
- e) *Correlator*: *Correlator* berperan dalam menginterpretasikan sinyal cahaya yang tersebar oleh partikel dalam sampel dan menghasilkan informasi tentang distribusi ukuran partikel. Dari informasi distribusi ukuran partikel, sifat-sifat partikel yang lainnya dapat diketahui.
- f) Elektroda: Bagian ini termasuk optional yang digunakan dalam pengukuran zeta potensial. Elektroda biasanya terbuat dari emas atau perak.



Gambar 9. Instrumen DLS (Horiba, 2022)

2.5.4 *Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM)*

Scanning Electron Microscope (SEM) telah diterapkan di berbagai bidang di seluruh dunia. Ini dapat dianggap sebagai teknik yang berguna untuk menganalisis bahan pada skala nano hingga mikrometer (μm), baik organik maupun anorganik. Dengan perbesaran tinggi hingga 300.000 kali dan bahkan 1.000.000 kali (dalam beberapa model kontemporer), SEM dapat menghasilkan gambar yang sangat tepat dari berbagai macam bahan (Mohammed *and* Abdullah, 2018).



Gambar 10. Komponen SEM (Mohammed *and* Abdullah, 2018)

Alat SEM terdiri dari komponen-komponen seperti yang diilustrasikan oleh Gambar 10:

- Electron gun* adalah sumber yang menghasilkan elektron berenergi tinggi.
- Kolom bawah untuk menggerakkan elektron melalui dua atau lebih lensa elektromagnetik.
- Sistem defleksi terdiri dari kumparan pemindai.
- Detektor elektron untuk hamburan balik dan elektron sekunder.
- Tempat untuk sampel.

- f. Sistem komputer terdiri dari layar tampilan untuk menampilkan gambar yang dipindai dan *keyboard* untuk mengontrol berkas elektron.

Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) adalah SEM yang menggunakan *Field Emitter Gun* (FEG) sebagai jenis pemancar; istilah FESEM menggabungkan jenis pemancar untuk membedakannya dari SEM tradisional. Kawat tungsten dengan diameter sekitar 100 nm, idealnya berjenis kristal tunggal, membentuk FEG. Kawat tersebut dibuat sedemikian rupa sehingga bidang 310 tegak lurus terhadap sumbu optik elektron. Ujung pistolnya tajam, menghasilkan medan sekitar 1010 V/m di dekat permukaannya saat diletakkan di dekat anoda yang dipertahankan pada +2–6 kV. Akibatnya, elektron akan menembus penghalang dan memasuki ruang hampa pada berkas yang jauh lebih terkonsentrasi (~ 2 nm) (Hak *et al.*, 2015).

FEG ini menghasilkan berkas elektron dengan cara menarik elektron dari ujung katode yang sangat tajam menggunakan medan listrik yang kuat. Karena metode ini, berkas elektron yang dihasilkan lebih kecil dan lebih terang, yang artinya gambar yang dihasilkan akan lebih jelas dan detail. Dengan FESEM, pembesaran yang dapat dicapai hingga 500.000 kali. Keunggulan lain dari FESEM adalah kemampuannya untuk melakukan pencitraan pada tegangan rendah. Pada tegangan rendah ini, kita bisa melihat detail yang sangat kecil lebih jelas, dan bahan yang tidak bisa menghantarkan listrik (non-konduktif) bisa diperiksa tanpa harus dilapisi dengan bahan konduktif terlebih dahulu. Tegangan rendah ini sangat *ideal* untuk melihat bahan-bahan nano, polimer, dan lapisan tipis (Hanke, 2016).

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Oktober 2024 sampai dengan bulan Maret 2025 di Pusat Riset Teknologi Pertambangan Badan Riset dan Inovasi Nasional Tanjung Bintang. Pada penelitian ini, dilakukan analisis PSA, XRD, FESEM, dan FTIR yang dilaksanakan di Pusat Riset Teknologi Pertambangan Badan Riset dan Inovasi Nasional Tanjung Bintang, Lampung Selatan. Sampel Daun Mahkota Nanas (DMN) didapatkan dari pasar-pasar lokal di Kota Bandar Lampung.

3.2 Alat dan Bahan

Adapun alat-alat yang digunakan adalah gelas *beaker*, labu erlenmeyer, corong gelas, pipet volume, mikro pipet, labu ukur, oven, kertas saring, indikator pH universal, neraca analitik, gunting, *blender*, ayakan 80 *mesh*, kaca arloji, *stopwatch*, buret, batang pengaduk, *hot plate stirrer*, termometer, lemari asam, sentrifuse, ultrasonikasi, PSA, XRD, FESEM, dan FTIR.

Adapun bahan-bahan yang digunakan adalah limbah Daun Mahkota Nanas (DMN), HNO_3 3,5%, *citric acid* 0,5 M, NaOH 2%, NaOH 17,5%, Na_2SO_4 2%, MSG (*Monosodium glutamate*) 17,5%, H_2O_2 10%, H_2SO_4 pekat, indikator ferroin, ferro ammonium sulfat (FAS) 0,1 N, larutan kalium dikromat 0,5 N, dan *aquadest*.

3.3 Prosedur

3.3.1 Preparasi Sampel

Sampel DMN yang diambil dari pasar lokal dicuci dengan air hingga bersih. Sampel lalu dipotong menjadi kecil dan dijemur di bawah sinar matahari hingga kering. Kemudian sampel dihancurkan dengan *blender*. Setelah itu, dilakukan pengayakan menggunakan *mesh* #80 agar mendapatkan serat yang lebih halus.

3.3.2 Isolasi α -selulosa dari Daun Mahkota Nanas (DMN)

a) Isolasi Selulosa

Pada penelitian ini, dilakukan 2 variasi perlakuan asam kepada sampel DMN. Variasi 1 digunakan senyawa HNO_3 dan variasi 2 digunakan senyawa *citric acid*. Perlakuan asam ini dilakukan untuk memutuskan ikatan glikosidik dalam matriks lignoselulosa yang membantu dalam pelarutan hemiselulosa, xilan, dan meningkatkan konversinya menjadi gula yang dapat difermentasi (Abolore *et al.*, 2024). Selain itu, penelitian ini menggunakan rasio 1:20 (g/mL) yang berarti 1 gram sampel DMN direaksikan dengan 20 mL larutan asam.

Pada variasi 1, digunakan pelarut asam HNO_3 3,5%. Maka dari itu, sebanyak 100 g serat DMN dan 2 L HNO_3 3,5% ditambahkan ke dalam gelas *beaker*. Kemudian gelas *beaker* dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 90°C selama 2 jam dengan pengadukan 200 rpm. Setelah itu, campuran disaring dan residu dicuci hingga filtrat mencapai pH netral. Residu kemudian dikeringkan dan ditimbang bobotnya.

Pada variasi 2, pelarut asam yang digunakan adalah *citric acid*. Sebanyak 100 g serat DMN dan 2 L *citric acid* 0,5 M rasio 1:20 (g/mL) ditambahkan ke dalam gelas *beaker*. Kemudian gelas *beaker* dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 90°C

selama 2 jam dengan pengadukan 200 rpm. Setelah itu, campuran disaring dan residu dicuci hingga filtrat mencapai pH netral. Residu kemudian dikeringkan dan ditimbang bobotnya.

Selanjutnya, dilakukan perlakuan basa untuk melarutkan lignin (delignifikasi) serta hemiselulosa yang tersisa. Pelarutan lignin dan hemiselulosa oleh basa ini disebabkan oleh pemecahan ikatan ester antarmolekul antara lignin dan hemiselulosa (Razali *et al.*, 2022). DMN dari variasi 1 dan 2 masing-masing direfluks dengan 1 L campuran NaOH 2% dan Na₂SO₄ 2% pada suhu 50°C selama 1 jam. Kemudian disaring dan residu dicuci sampai pH netral. Setelah itu, residu dikeringkan dan ditimbang bobotnya.

b) Pemurnian α -selulosa

Tahap pemurnian α -selulosa ini berguna untuk memurnikan selulosa menjadi α -selulosa dengan melarutkan lignin dan zat-zat ekstraktif tersisa yang masih terkandung dalam sampel selulosa DMN (Sari dkk., 2014). Tahap ini dilakukan dengan 2 tahap berbeda yaitu tahap 1 yang menggunakan larutan anorganik (NaOH 17,5%) dan tahap 2 yang menggunakan larutan organik (*Monosodium glutamate* (MSG) 17,5%). Kedua tahap ini dilakukan masing-masing ke sampel variasi 1 dan 2.

Sampel yang sudah ditimbang, dibagi menjadi dua. Satu bagian sampel dilarutkan dengan 500 ml larutan NaOH 17,5% sebagai larutan anorganik dan di panaskan pada suhu 80°C selama 30 menit. Satu bagian sampel lainnya dilarutkan dengan 500 ml larutan MSG 17,5% sebagai larutan organik dan di panaskan pada suhu 80°C selama 30 menit. Setelah kedua tahapan tersebut selesai, dilakukan penyaringan dan pencucian residu dengan *aquadest* sampai pH netral untuk masing-masing sampel. Kemudian, sampel dikeringkan dan ditimbang bobotnya.

c) *Bleaching*

Tahap *bleaching* dilakukan pada masing-masing sampel. Tahap ini berguna untuk memutihkan sampel sampel dan menghilangkan lignin dan hemiselulosa tersisa (Marakana *et al.*, 2021). Ditambahkan tiap sampel dengan larutan H₂O₂ 10% dalam gelas *beaker*. Kemudian, gelas *beaker* dipanaskan di atas *hotplate* pada suhu 60°C selama 1 jam sambil terus diaduk dengan pengadukan 200 rpm. Setelah itu, campuran disaring dan residu dinetralkan dengan *aquadest*. Sampel kemudian dikeringkan dan ditimbang bobotnya.

3.3.3 Penentuan Kadar α -selulosa menggunakan Metode SNI 0444:2009 dan Kadar Lignin menggunakan Metode SNI 0492:2008

Untuk menentukan kadar α -selulosa, digunakan metode SNI 0444:2009. Sampel DMN yang sudah di-*bleaching* ditimbang masing-masing sebesar $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$. Dimasukkan sampel yang sudah ditimbang ke dalam gelas *beaker* 300 mL dan ditambahkan 75 mL larutan NaOH 17,5% yang sebelumnya disesuaikan pada suhu 25°C. Dicatat waktu penambahan larutan NaOH 17,5%. Diaduk *pulp* sampai terdispersi dengan sempurna. Selama proses pengadukan, hindari terjadinya gelembung udara dalam suspensi *pulp*. Setelah *pulp* terdispersi, diangkat pengaduk dan dicuci *pulp* pada batang pengaduk. Pencucian dilakukan dengan 25 mL larutan NaOH 17,5% sekaligus dimasukkan ke dalam gelas *beaker*, sehingga total larutan yang ditambahkan menjadi 100 mL NaOH 17,5%. Diaduk suspensi *pulp* dan disimpan dalam penangas 25°C.

Setelah 30 menit, ditambahkan 100 mL *aquadest* dengan suhu 25°C pada suspensi *pulp* dan segera diaduk. Disimpan gelas *beaker* dalam penangas untuk 30 menit berikutnya, hingga total waktu ekstraksi seluruhnya sekitar 60 menit $\pm$ 5 menit. Setelah 60 menit waktu ekstraksi, suspensi diaduk dan dituangkan ke dalam corong masir. Dibuang 10 – 20 mL filtrat awal, kemudian dikumpulkan filtrat sekitar 100 mL dalam labu yang kosong. Penyaringan *pulp* dijaga agar tidak ada

gelembung yang melalui *pulp*. *Pulp* tidak boleh dicuci dengan *aquadest* saat penyaringan.

Sebanyak 25 mL filtrat dan 10 mL larutan kalium dikromat 0,5 N ke dalam labu 250 mL. Kemudian, ditambahkan 50 mL H₂SO₄ pekat dengan hati-hati sambil digoyangkan labu. Dibiarkan larutan tetap panas selama 15 menit, panaskan hingga sekitar suhu 125°C – 135°C. Lalu, larutan ditambahkan 50 mL *aquadest* dan didinginkan pada suhu ruangan. Larutan ditambahkan 2 – 4 tetes indikator ferroin, setelah itu dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat (FAS) 0,1 N hingga berubah warna ungu. Dilakukan juga titrasi blanko dengan mengganti filtrat *pulp* dengan 12,5 mL larutan NaOH 17,5% dan 12,5 mL *aquadest*.

Hasil analisis kandungan α -selulosa dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut:

$$X = 100 - \frac{6,85(V1 - V2) \times N \times 20}{A \times W}$$

Dimana:

- X = α -selulosa, dinyatakan dalam persen (%);
- V1 = volume titrasi blanko, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- V2 = volume titrasi filtrat *pulp*, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- N = normalitas larutan ferro ammonium sulfat;
- A = volume filtrat *pulp* yang dianalisa, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- W = berat kering oven contoh uji *pulp*, dinyatakan dalam gram (g).

Untuk menentukan kadar lignin, digunakan metode SNI 0492:2008. Ditimbang 1 g Sampel DMN yang sudah di-*bleaching*, dimasukkan ke dalam labu. Lalu, ditambahkan 15 mL H₂SO₄ 72%, ditutup dengan penutup kaca serta diaduk selama 2-3 menit dan direndam didalam bak perendam suhu 20°C selama 2 jam. Campuran tersebut ditambah *aquadest* sebanyak 560 mL dan dididihkan dengan refluks selama 4 jam. Setelah itu campuran tersebut didiamkan selama 24 jam sampai lignin mengendap sempurna. Kemudian endapan lignin dicuci dan disaring menggunakan kertas saring yang telah diketahui bobotnya. Endapan

lignin tersebut di oven pada suhu 100°C dan ditimbang. Untuk mengetahui bobot ligninnya digunakan rumus:

$$L = \frac{A}{B} \times 100\%$$

Dimana:

L = Nilai kadar lignin

A = Berat endapan lignin (g)

B = Berat sampel (g)

3.3.4 Sintesis Nanoselulosa dari α -selulosa dengan Metode Hidrolisis Asam

Metode hidrolisis asam menggunakan asam kuat untuk melarutkan daerah amorf dari α -selulosa lalu membentuk kristal nanoselulosa dengan ukuran yang mengecil. Pada penelitian ini, digunakan senyawa asam kuat H₂SO₄ (Marakana *et al.*, 2021). Sintesis dimulai dengan ditimbang sampel DMN yang sudah di-*bleaching* sebanyak 5 g, dimasukkan ke dalam labu bundar 1000 mL dan ditambah 100 mL H₂SO₄ dengan variasi konsentrasi yaitu 5%, 10%, 15% (v/v). Setelah itu, direfluks pada suhu 50°C selama 5 jam sambil diaduk. Lalu, ditambahkan 100 mL *aquadest* dan didinginkan. Kemudian disentrifuse 8000 rpm selama 15 menit sambil dicuci dengan *aquadest*. Setelah itu suspensi koloid diultrasonikasi selama 5 menit dalam *ice bath*. Lalu, sampel di *hot-drying*..

3.3.5 Analisis FTIR

Analisis α -selulosa dan nanoselulosa menggunakan FTIR dilakukan menggunakan Spektrometer FTIR *Bruker Invenio-R*. Sejumlah kecil sampel diletakkan di atas kristal kemudian ditekan agar sinar IR dapat ditembakkan dan menembus sampel hingga terbaca oleh detektor. Kemudian dihasilkan FTIR pada λ 4000- 400 cm⁻¹.

3.3.6 Analisis XRD

Analisis XRD digunakan untuk menentukan % kristalinitas seperti yang diterangkan oleh Schroeder *et al.* (1986). Nilai % kristalinitas ditentukan dengan rumus $(I_{002}-I_{am}/I_{002}) \times 100 \%$.

Keterangan :

I_{002} = intensitas maksimum puncak kristal pada 2θ antara 22° dan 23°

I_{am} = intensitas maksimum puncak kristal pada 2θ antara 18° dan 19°

3.3.7 Analisis PSA

Analisis PSA dilakukan pada nanoselulosa yang didapat untuk mengetahui sebaran ukuran partikelnya. Alat PSA bekerja dengan metode *Dynamic Lights Scattering* (DLS). Sejumlah kecil sampel nanoselulosa dimasukkan ke dalam kuvet bersama dengan pelarut yang dipilih, kemudian kuvet dimasukkan ke dalam PSA. Hasil dan grafik diperoleh dari *software* untuk analisis PSA.

3.3.8 Analisis FESEM

Analisis FESEM dilakukan dengan cara membekukan sampel diatas permukaan alumunium hingga kering. Sampel yang terdapat pada alumunium kemudian ditempelkan pada *carbon tape*. Selanjutnya sampel disinari emas ke dalam sampel selama 30 detik dengan alat polaron. Kemudian menampilkan hasil dengan *stereoscan*.

V. PENUTUP

5.1 Simpulan

Adapun simpulan dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Didapatkan α -selulosa dengan kadar paling tinggi yaitu 93,284% dari sampel α -selulosa variasi HNO_3 x NaOH .
2. Hasil nanoselulosa tiap variasi menghasilkan warna yang cenderung putih kekuningan, variasi H_2SO_4 5% memiliki warna yang paling terang dan pucat.
3. Hasil analisis FTIR menunjukkan FTIR nanoselulosa 5% dan 15% tidak menunjukkan banyak perubahan dari FTIR selulosa. Hasil XRD menunjukkan indeks kristalinitas yang tinggi ada pada nanoselulosa 5% sebesar 84,62%. Hasil analisis PSA menunjukkan bahwa nanoselulosa variasi H_2SO_4 5% memiliki ukuran partikel sebesar 279,04 nm sebanyak 29,1%. Hasil analisis FESEM menunjukkan bahwa hasil morfologi nanoselulosa DMN berupa serat halus seperti benang.

5.2. Saran

Adapun saran untuk penelitian berikutnya yaitu sebagai berikut:

1. Pengeringan nanoselulosa lebih baik menggunakan metode *freeze dry* agar kadar air nanoselulosa hilang secara keseluruhan.

2. Penggunaan variasi konsentrasi H_2SO_4 untuk sintesis nanoselulosa sebaiknya dinaikkan.
3. Menggunakan APD laboratorium saat melaksanakan penelitian ini karena banyak menggunakan senyawa yang pekat dan korosif.

DAFTAR PUSTAKA

- Abolore, R. S., Jaiswal, S., and Jaiswal, A. K. 2024. Green and sustainable pretreatment methods for cellulose extraction from lignocellulosic biomass and its applications: A review. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 7(2023).
- Addin, M. D. 2018. Penggunaan Daun Nanas Sebagai Bahan Baku Pembuatan Kertas Seni Berwarna. *TANRA: Jurnal Desain Komunikasi Visual Fakultas Seni Dan Desain Universitas Negeri Makassar*. 5(1): 13.
- Aegerter, M. A., Leventis, N., and Koebel, M. M. 2011. *Aerogels Handbook*.
- Agoes, A. 2010. *Tanaman Obat Indonesia* (Jilid 2). Salemba Medika.
- Anindya, A. L. 2018. Particle Size Analyser: Beberapa Penggunaan Instrumen Hamburan Cahaya. *Seminar Nasional Instrumentasi, Kontrol Dan Otomasi (SNIKO) 2018. 1*: 10–11.
- Badan Pusat Statistik. 2023. *Produksi Buah-buahan Menurut Jenis Tanaman Menurut Provinsi, 2022*. BPS-Statistics Indonesia.
- Badan Pusat Statistik. 2024. *Produksi Buah-buahan dan Sayuran Menurut Jenis Tanaman Menurut Provinsi, 2023*. BPS-Statistics Indonesia.
- Badan Standardisasi Nasional. 2008. SNI 0492:2008 - Pulp dan kayu - Cara uji kadar lignin - Metode Klason. *Badan Standardisasi Nasional*.
- Badan Standardisasi Nasional. 2009. SNI 0444:2009 - Pulp - Cara uji kadar selulosa alfa, beta dan gamma. *Badan Standardisasi Nasional*. 1–11.
- Bhatia, M., Rani, P., and Jambheshwar, G. 2022. Extraction of cellulose nanobers from pineapple crown waste: Characterisation and evaluation in topical drug

delivery. *Research Square*. 1–22.

- Brienzo, M. 2022. *Hemicellulose Biorefinery: A Sustainable Solution for Value Addition to Bio-Based Products and Bioenergy* (M. Brienzo (Ed.)). Springer Nature Singapore.
- Brinchi, L., Cotana, F., Fortunati, E., and Kenny, J. M. 2013. Production of nanocrystalline cellulose from lignocellulosic biomass: Technology and applications. *Carbohydrate Polymers*. 94(1): 154–169.
- Bunaciu, A. A., Udriștioiu, E. G., and Aboul-Enein, H. Y. 2015. X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*. 45(4): 289–299.
- Caesari, C., Padil, P., dan Yelmida, Y. 2014. Pemurnian Selulosa Alfa Pelepah Sawit Menggunakan Enzim Xylanase. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*. 1(1): 1–8.
- Chawalitsakunchai, W., Dittanet, P., Loykulnant, S., Sae-oui, P., Tanpichai, S., Seubsai, A., and Prapainainar, P. 2021. Properties of natural rubber reinforced with nano cellulose from pineapple leaf agricultural waste. *Materials Today Communications*. 28(2021): 1-10.
- Chen, H. 2015. *Lignocellulose Biorefinery Engineering*. Elsevier.
- Chen, Y., Gan, L., Huang, J., and Dufresne, A. 2019. Reinforcing Mechanism of Cellulose Nanocrystals in Nanocomposites. *Nanocellulose*. 201–249.
- Dai, J., Patti, A. F., and Saito, K. 2016. Recent developments in chemical degradation of lignin: catalytic oxidation and ionic liquids. *Tetrahedron Letters*. 57(45): 4945–4951.
- Dong, X. U. E. M. I. N., Revol, J. F., and Gray, D. G. 1998. Effect of microcrystallite preparation conditions on the formation of colloid crystals of cellulose. *Cellulose*. 5(1): 19–32.
- Eriksson, H. 2014. Cellulose reactivity - difference between sulfite and PHK dissolving pulps. *Degree project in Engineering Chemistry*. 1–57.
- Faria, L. U. S., Pacheco, B. J. S., Oliveira, G. C., and Silva, J. L. 2020. Production

of cellulose nanocrystals from pineapple crown fibers through alkaline pretreatment and acid hydrolysis under different conditions. *Journal of Materials Research and Technology*. 9(6): 12346–12353.

Fengel, D., dan Wegener, G. 1995. *Kayu: kimia, ultrastruktur, reaksi-reaksi*. Gadjah Mada University Press.

Fitriani, F., Aprilia, N. A. S., and Arahman, N. 2020. Properties of nanocrystalline cellulose from pineapple crown leaf waste. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 796(1).

Fitriani, F., Aprilia, S., Arahman, N., Bilad, M. R., Amin, A., Huda, N., and Roslan, J. 2021. Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose isolated from pineapple crown leaf fiber agricultural wastes using acid hydrolysis. *Polymers*. 13(23).

Fortunati, E., Rinaldi, S., Peltzer, M., Bloise, N., Visai, L., Armentano, I., Jiménez, A., Latterini, L., and Kenny, J. M. 2014. Nano-biocomposite films with modified cellulose nanocrystals and synthesized silver nanoparticles. *Carbohydrate Polymers*. 101: 1122–1133.

Ganzoury, M. A., Allam, N. K., Nicolet, T., and All, C. 2015. Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 50: 1–8.

Hak, C. R. C., Choo, T. F., Othman, N. A. F., Shukri, N. A., Ripin, M. S., Meor Sulaiman, M. Y., and Abdullah, Y. 2015. Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) Facility in BTI. *Nuclear Technical Convention*. 6.

Hamid, S. B. A., Zain, S. K., Das, R., and Centi, G. (2016). Synergic effect of tungstophosphoric acid and sonication for rapid synthesis of crystalline nanocellulose. *Carbohydrate Polymers*. 138: 349–355.

Hanke, L. D. 2016. *Handbook of Analytical Methods for Materials*. Materials Evaluation and Engineering, Inc.

Holilah, H., Bahruji, H., Ediati, R., Asranudin, A., Jalil, A. A., Piluharto, B., Nugraha, R. E., and Prasetyoko, D. 2022. Uniform rod and spherical nanocrystalline celluloses from hydrolysis of industrial pepper waste (*Piper nigrum* L.) using organic acid and inorganic acid. *International Journal of Biological Macromolecules*. 204: 593–605.

- Horiba. 2022. *A Guidebook to Particle Size Analysis*. Horiba Scientific.
- Hu, L., Fang, X., Du, M., Luo, F., and Guo, S. 2020. Hemicellulose-Based Polymers Processing and Application. *American Journal of Plant Sciences*. 11(12): 2066–2079.
- Jawaid, M., Asim, M., Tahir, P. M., and Nasir, M. 2020. Pineapple Leaf Fibers. In *Green Energy and Technology*. 55–71.
- Julianto, H., Farid, M., dan Rasyida, A. 2017. Ekstraksi Nanoselulosa dengan Metode Hidrolisis Asam sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Jurnal Teknik ITS*. 6(2): 242–245.
- Kallel, F., Bettaieb, F., Khiari, R., García, A., Bras, J., and Chaabouni, S. E. 2016. Isolation and structural characterization of cellulose nanocrystals extracted from garlic straw residues. *Industrial Crops and Products*. 87: 287–296.
- Karimi, K. 2015. Biofuel and Biorefinery Technologies (Lignocellulose-Based Bioproducts). *Springer*. 1.
- Katahira, R., Elder, T. J., and Beckham, G. T. 2018. A Brief Introduction to Lignin Structure. *RSC Energy and Environment Series*. 2018(19): 1–20.
- Kuhad, R. C., and Singh, A. 2007. *Lignocellulose Biotechnology: Future Prospects*. IK International Publishing House.
- Li, X., Wei, Y., Xu, J., Xu, N., and He, Y. 2018. Quantitative visualization of lignocellulose components in transverse sections of moso bamboo based on ftir macro- and micro-spectroscopy coupled with chemometrics. *Biotechnology for Biofuels*. 11(1). 1–16.
- Mahardika, M., Abral, H., Kasim, A., Arief, S., and Asrofi, M. 2018. Production of nanocellulose from pineapple leaf fibers via high-shear homogenization and ultrasonication. *Fibers*. 6(2): 1–12.
- Mamani, D. C., Nole, K. S. O., Montoya, E. E. C., Huiza, D. A. M., Alta, R. Y. P., and Vitorino, H. A. 2020. Minimizing organic waste generated by pineapple crown: A simple process to obtain cellulose for the preparation of recyclable containers. *Recycling*. 5(4): 1–12.

- Marakana, P. G., Dey, A., and Saini, B. 2021. Isolation of nanocellulose from lignocellulosic biomass: Synthesis, characterization, modification, and potential applications. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 9(6).
- Masciangioli, T., and Alper, J. (2012). *Challenges in exploring nano- to micro-small particles : A workshop summery*. National Research Council Press. Washington. 1-100.
- Mateo, S., Peinado, S., Morillas-Gutiérrez, F., La Rubia, M. D., and Moya, A. J. 2021. Nanocellulose from agricultural wastes: Products and applications—a review. *Processes*. 9(9).
- Mohammed, A., and Abdullah, A. 2018. Scanning Electron Microscopy (SEM): A review. *Proceedings of 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics - HERVEX*. 77–85.
- Muljani, S., Candra, A., dan Faiqoh, I. 2023. Sintesis Dan Karakterisasi Selulosa Kristal Dari Batang Tembakau. *Jurnal Teknik Kimia*. 17(2).
- Norizan, M. N., Shazleen, S. S., Alias, A. H., Sabaruddin, F. A., Asyraf, M. R. M., Zainudin, E. S., Abdullah, N., Samsudin, M. S., Kamarudin, S. H., and Norrrahim, M. N. F. 2022. Nanocellulose-Based Nanocomposites for Sustainable Applications: A Review. *Nanomaterials*. 12(19): 1–51.
- Ohwoavworhua, F. O., and Adelakun, T. A. 2007. Phosphoric Acid-Mediated Depolymerization and Decrystallization of α -Cellulose Obtained from Corn Cob: Preparation of Low Crystallinity Cellulose and Some Physicochemical Properties. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. 4(2): 509–516.
- Osong, S. H., Norgren, S., and Engstrand, P. 2016. Processing of wood-based microfibrillated cellulose and nanofibrillated cellulose, and applications relating to papermaking: a review. *Cellulose*. 23(1): 93–123.
- Pereira, P., Ornaghi, H., Coutinho, L., Duchemin, B., and Cioffi, M. O. 2020. Obtaining cellulose nanocrystals from pineapple crown fibers by free-chlorite hydrolysis with sulfuric acid: physical, chemical and structural characterization. *Cellulose*. 27.
- Petroudy, S. R. D., Shojaeiarani, J., and Chabot, B. 2023. Recent advances in isolation, characterization, and potential applications of nanocellulose-based composites: A comprehensive review. *Journal of Natural Fibers*. 20(1).

- Prado, K. S., and Spinacé, M. A. S. 2019. Isolation and characterization of cellulose nanocrystals from pineapple crown waste and their potential uses. *International Journal of Biological Macromolecules*. 122: 410–416.
- Raharjo, Y., Darmokoesoemo, H., Fetty, A. J. T., Aziz, R. A., Salsabila, F., and Ishma, E. F. 2024. Cellulose Nanocrystals Based on Pineapple Leaf Fibers in Hemoperfusion Applications for Creatinine Removal: Batch Method Adsorption Study. *Jurnal Kimia Riset*. 9(2): 163–181.
- Raja, P. M., Rangkuti, I. U. P., Hendra Ginting, M., Giyanto, and Siregar, W. F. 2021. Preparation and characterization of cellulose microcrystalline made from palm oil midrib. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*. 819(1).
- Ramesh, M., Maniraj, J., and Rajeshkumar, L. 2023. *Thermomechanical characterization of cellulose fiber composites*. Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering. 183–201.
- Razali, N. A. M., Mohd Sohaimi, R., Othman, R. N. I. R., Abdullah, N., Demon, S. Z. N., Jasmani, L., Yunus, W. M. Z. W., Ya'acob, W. M. H. W., Salleh, E. M., Norizan, M. N., and Halim, N. A. 2022. Comparative Study on Extraction of Cellulose Fiber from Rice Straw Waste from Chemo-Mechanical and Pulping Method. *Polymers*. 14(3).
- Reshmy, R., Thomas, D., Philip, E., Paul, S. A., Madhavan, A., Sindhu, R., Binod, P., Pugazhendhi, A., Sirohi, R., Tarafdar, A., and Pandey, A. 2021. Potential of nanocellulose for wastewater treatment. *Chemosphere*. 281.
- Rojas, O. J. 2016. *Cellulose Chemistry and Properties: Fibers, Nanocelluloses and Advanced Materials*. Advances in Polymer Science Springer. 271.
- Samyn, P., Barhoum, A., Öhlund, T., and Dufresne, A. 2018. Review: nanoparticles and nanostructured materials in papermaking. *Journal of Materials Science*. 53(1): 146–184.
- Sari, P. D., Padil, P., and Yelmida, Y. 2014. Pemurnian Selulosa- α Hasil Hidrolisis Pelepah Sawit Menggunakan Enzim Xylanase dengan Variasi PH dan Sumber Enzim Xylanase. *Jurnal Online Mahasiswa Fakultas Teknik Universitas Riau*. 1(1): 1–6.
- Scheller, H. V., and Ulvskov, P. 2010. Hemicelluloses. *Annual Review of Plant Biology*. 61: 263–289.

- Schroeder, L. R., Gentile, V. M., and Atalla, R. H. 1986. Nondegradative preparation of amorphous cellulose. *Journal of Wood Chemistry and Technology*. 6(1): 1–14.
- Shaikh, H. M., Anis, A., Poulouse, A. M., Al-Zahrani, S. M., Madhar, N. A., Alhamidi, A., and Alam, M. A. 2021. Isolation and characterization of alpha and nanocrystalline cellulose from date palm (*Phoenix dactylifera* L.) trunk mesh. *Polymers*. 13(11).
- Silva, J. B. A. Da, Pereira, F. V., and Druzian, J. I. 2012. Cassava Starch-Based Films Plasticized with Sucrose and Inverted Sugar and Reinforced with Cellulose Nanocrystals. *Journal of Food Science*. 77(6): 14–19.
- Singla, R., Soni, S., Patial, V., Kulurkar, P. M., Kumari, A., S., M., Padwad, Y. S., and Yadav, S. K. 2017. In vivo diabetic wound healing potential of nanobiocomposites containing bamboo cellulose nanocrystals impregnated with silver nanoparticles. *International Journal of Biological Macromolecules*. 105: 45–55.
- Steinbach, D., Kruse, A., and Sauer, J. 2017. Pretreatment technologies of lignocellulosic biomass in water in view of furfural and 5-hydroxymethylfurfural production- A review. *Biomass Conversion and Biorefinery*. 7(2): 247–274.
- Subaer. 2015. *Pengantar Fisika Geopolimer*. DP2M Dikti.
- Świątek, K., Gaag, S., Klier, A., Kruse, A., Sauer, J., and Steinbach, D. 2020. Acid hydrolysis of lignocellulosic biomass: Sugars and furfurals formation. *Catalysts*. 10(4): 1–18.
- Tarigan, A. S. 2021. Isolasi Nanoselulosa Dari Tandan Kosong Sawit Menggunakan Hidrolisis Asam Sebagai Material Biomedis. *KLOROFIL: Jurnal Ilmu Biologi Dan Terapan*. 5(1): 1.
- Wang, F., Shi, D., Han, J., Zhang, G., Jiang, X., Yang, M., Wu, Z., Fu, C., Li, Z., Xian, M., and Zhang, H. 2020. Comparative study on pretreatment processes for different utilization purposes of switchgrass. *ACS Omega*. 5(35).
- Warren, B. E. 2012. *X-Ray Diffraction*. Dover Publications.
- Wüstenberg, T. 2012. *Cellulose and Cellulose Derivates in the Food Industry*:

Fundamentals and Applications. Wiley-VCH.

- Xie, J., Hse, C.-Y., De Hoop, C. F., Hu, T., Qi, J., and Shupe, T. F. 2016. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication. *Carbohydrate Polymers*. 151: 725–734.
- Zainuddin, M. F., Shamsudin, R., Mokhtar, M. N., and Ismail, D. 2014. Physicochemical Properties of Pineapple Plant Waste Fibers from the Leaves and Stems of Different Varieties. *BioResources*. 9(3).
- Zugenmaier, P. 2018. *Crystalline Cellulose and Cellulose Derivates*. Springer. Berlin. 285.