

**PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI
NANOSELULOSA DARI JERAMI PADI DENGAN
METODE HIDROLISIS ASAM (VARIASI VOLUME
PENAMBAHAN ASAM)**

SKRIPSI



Oleh:

WAHYU SUCI WULANDARI

NIM: 1604117

**PROGRAM STUDI S1 FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS PERINTIS INDONESIA
PADANG
2020**

PERNYATAAN ORISINILITAS DAN PENYERAHAN HAK CIPTA

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Wahyu Suci Wulandari
NIM : 1604117
Judul Skripsi : Pembuatan dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Jerami Padi dengan Metode Hidrolisis Asam (Variasi Volume Penambahan Asam)

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Skripsi yang saya tulis merupakan hasil karya saya sendiri, terhindar dari unsur plagiarisme, dan data beserta seluruh isi skripsi tersebut adalah benar adanya
2. Saya menyerahkan hak cipta dari skripsi tersebut ke Fakultas Farmasi Universitas Perintis Indonesia untuk dapat dimanfaatkan dalam kepentingan akademis

Padang, 17 September 2020

Wahyu Suci Wulandari

Lembar Pengesahan Skripsi

Dengan ini dinyatakan bahwa :

Nama : Wahyu Suci Wulandari
NIM : 1604117
Judul Skripsi : Pembuatan dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Jerami Padi dengan Metode Hidrolisis Asam (Variasi Volume Penambahan Asam)

Telah diuji dan disetujui skripsinya sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi (S.Farm) melalui ujian sarjana yang diadakan pada tanggal 17 September 2020 berdasarkan ketentuan yang berlaku

Ketua Sidang

apt. Mimi Aria, M.Farm

Pembimbing I

Anggota Penguji I

Prof. Dr. apt. Akmal Djamaan, MS

apt. Dedi Nofiandi, M.Farm

Pembimbing II

Anggota Penguji II

apt. Verawati, M.Farm

apt. Nessa, S.Farm, M.Biomed

**Mengetahui :
Ketua Program Studi S1 Farmasi**

apt. Revi Yenti, M.Si

PERSEMBAHAN



Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan maka apabila telah selesai (dari suatu urusan) kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain dan hanya kepada Tuhanlah hendaknya kamu berharap
(Qs. Alam Nasyrah: 7,9)

Sujud syukurku kusembahkan kepadaMu ya Allah, Tuhan Yang Maha Agung dan Maha Tinggi. Atas takdirmu aku bisa menjadi pribadi yang berpikir, berilmu, beriman, dan bersabar.

Alhamdulillah sebuah perjalanan perjuangan yang penuh hiruk pikuk berhasil ku tempuh berawal dari suka duka, menunduk meski terbentur melangkah dicelah-celah perjalananku, namun seakan hilang tanpa bekas disaat perjalanan ini berhasil ku lalui, Semoga keberhasilan ini menjadi satu langkah awal untuk masa depanku, dalam meraih cita-cita.

Dengan ini saya persembahkan skripsi saya,

Teruntuk Bapak Dan Ibu Tercinta...

Segala perjuangan saya hingga titik ini saya persembahkan pada dua orang paling berharga dalam hidup saya. Bapak (**alm. Syahroni**) terimakasih sudah membesarkan dan mendidik wulan hingga saat itu, saat bapak masih Bersama kita semua, wulan percaya bapak disana pasti selalu mendoakan wulan, rindu terdalam dari wulan untuk bapak ♡. Mamak (**Sumarti**) terimakasih sudah dengan sabar selalu mendengarkan keluh kesah wulan, selalu memberikan dukungan untuk wulan, doamu sangat mempermudah segala urusanku mak. Karena bapak dan mamak, hidup terasa mudah dan penuh kebahagiaan. Bapak dan mamak telah banyak mengisi dunia wulan dengan kebahagiaan. Tak ada kata yang mampu diucapkan selain terima kasih dan maaf. Apa yang wulan dapatkan hari ini belum mampu membayar semua kebaikan, keringat, dan juga air mata bapak dan mamak. Terima kasih telah mendidik dan membesarkan wulan dengan ikhlas dan tulus sepenuh hati. Terima kasih atas limpahan do'a yang tak berkesudahan. Terima kasih atas segala dukungan selama ini, segala jerih dan payah dilakukan untuk wulan demi menggapai cita-cita. Terima kasih telah menjadi orang tua yang sempurna. Wulan bangga mempunyai sosok orang tua seperti bapak dan mamak. Tak ada yang bisa membalas kebaikan bapak dan mamak.

Teruntuk Kakak Kandung Tercinta...

Untuk mas **Sugeng Widodo** dan mas **Sugianto**, terimakasih sudah memberikan kasih sayang yang begitu banyak selama ini, terimakasih sudah selalu mendukung wulan, kalian berdua adalah pengganti sosok bapak bagi wulan. Walaupun keakraban kita tidak seperti adik kakak lainnya, wulan tau kalian lelaki yang tidak akan membiarkan wulan sedih dan selalu ada untuk wulan dalam keadaan apapun. Semoga kita bisa membahagiakan bapak dan mamak baik dunia maupun akhirat, aamiin.

Teruntuk Dosen Pembimbingku...

Terimakasih untuk bapak Prof. Dr. apt. Akmal Djamaan dan ibu apt. Verawati yang telah memberikan bimbingan dan dukungan yang sangat besar untuk menyelesaikan skripsi saya. Walaupun banyak sekali kendala, berkat dukungan bapak dan ibu saya bisa menyelesaikan tugas skripsi saya.

Teruntuk Bidadari Surga...

Eka (paijem), Nada, Tika (pergol), Atin, dan Amel. Terima kasih telah menjadi sahabat sekaligus keluarga diperantauan. Terimakasih telah menyediakan pundak untuk menangis dan memberi bantuan saat wahyu membutuhkannya. Kebaikan kalian tiada bandingnya. Tanpa inspirasi, dorongan, dan dukungan yang telah kalian berikan mungkin wahyu bukan apa-apa saat ini. Tak bisa dijelaskan betapa bersyukur dan bahagianya wahyu memiliki kalian di hidup wahyu. Semoga persahabatan kita bisa sampai tua, peluk dan cium untuk kalian.

Ucapan Terima kasih ini wahyu persembahkan juga untuk seluruh teman-teman veren16en. Terima kasih untuk memori yang kita rajut setiap harinya, atas tawa yang setiap hari kita lewati, atas solidaritas yang kita miliki.

Sehingga selama 4 tahun ini menjadi lebih berarti. Terimakasih kepada partner seperbimbingan yaitu **Azimah Sholeha Drajat** yang menjadi partner ke sana kemari ketika penelitian.

Once again thanks for all who have helped and supported all this time...

الْعَلِيمِ السَّمِيعِ وَهُوَ السَّمَاءِ فِي وَلَا الْأَرْضِ فِي شَيْءٍ اسْمِهِ مَعَ يَضُرُّ لَا الَّذِي اللَّهُ بِسْمِ

"Dengan menyebutkan nama Allah yang tidak ada sesuatupun dengan menyebut namaNya yang membahayakan di bumi maupun di langit, dan Dia Maha Mendengar lagi Maha mengetahui" (HR. Tirmidzi: 3310)

By Wahyu Suci Wulandari, S.Farm

KATA PENGANTAR



Alhamdulillah segala puji dan syukur hanya kepada Allah SWT yang senantiasa melimpahkan rahmat dan karunia-Nya berupa ilmu, kesehatan, dan kemudahan sehingga penulis telah dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi yang berjudul **“PEMBUATAN DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA DARI JERAMI PADI DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM (VARIASI VOLUME PENAMBAHAN ASAM)”** dapat terselesaikan dengan baik

Penulis menyadari bahwa dalam proses penulisan skripsi ini banyak mengalami kendala, namun berkat bantuan, bimbingan, kerjasama dari berbagai pihak dan berkah dari Allah SWT sehingga kendala-kendala yang dihadapi tersebut dapat diatasi. Untuk itu penulis menyampaikan ucapan terimakasih dan penghargaan kepada:

1. Bapak Prof. Dr. apt. Akmal Djamaan, MS, sebagai Dosen Pembimbing I dan Ibu apt. Verawati, M.Farm, sebagai Dosen Pembimbing II yang dengan penuh perhatian dan kesabaran telah meluangkan waktu untuk memberikan petunjuk, arahan dan nasehat dalam menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Prof. apt. Elfi Sahlan Ben selaku Rektor Universitas Perintis Indonesia
3. Ibu Dr. apt. Eka Fitrianda, M.Farm selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Perintis Indonesia
4. Ibu apt. Revi Yenti, M.Si selaku Ka. Prodi S1 Farmasi Universitas Perintis Indonesia

5. Ibu Hj. apt. Diana Agustin, S.Si, M.M, selaku Pembimbing Akademik yang telah meluangkan waktunya memberikan bimbingan, dukungan, nasehat dan semangat selama penulis menyelesaikan pendidikan Strata satu di Fakultas Farmasi Universitas Perintis Indonesia
6. Bapak dan Ibu dosen yang telah mendidik dan mencurahkan ilmu selama ini kepada penulis dan staf karyawan/karyawati analis laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Perintis Indonesia.

Semoga Allah SWT membalas segala kebaikan yang telah diberikan dengan pahala yang berlipat ganda serta senantiasa dilimpahkan rahmat dan karunia-Nya kepada kita semua, Aamiin.

Dengan segala kerendahan hati penulis menyadari masih banyak terdapat kekurangan-kekurangan, sehingga penulis mengharapkan adanya saran dan kritik yang bersifat membangun demi kesempurnaan skripsi ini, sehingga bermanfaat bagi penulis dan pembaca lainnya.

Padang, 17 September 2020

Penulis

ABSTRAK

Produksi jerami padi dalam satu hektar sawah setiap kali panen mampu menghasilkan sekitar 10 sampai 12 ton jerami (berat segar saat panen). Selulosa dalam jerami padi mencapai (28-36) %, hal ini menjadi peluang baik untuk sintesis nanoselulosa. Nanoselulosa digunakan sebagai bahan pembalut luka, penstabil suspensi, bahan penghancur pada sediaan farmasetika padat seperti tablet dan kapsul, pembawa obat ke sel target, dan juga implant jaringan lunak. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui perbedaan rendemen dan karakteristik nanoselulosa setelah pemberian asam dengan berbagai variasi volume penambahan asam. Dari jerami padi sintesis nanoselulosa pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode variasi penambahan asam sulfat 64% sebanyak masing-masing 10 ml/gr selulosa (NS1), 20 ml/gr selulosa (NS2), 30 ml/gr selulosa (NS3). Dari setiap 4,946 gram selulosa yang dihidrolisis menggunakan berbagai variasi penambahan asam, berat nanoselulosa yang dihasilkan yaitu NS1= 0,407 gram, NS2= 0,019 gram, NS3= 0,016 gram dan persen rendemen masing-masing secara berurutan 8,22%, 0,38%, 0,32%. Nanoselulosa yang dihasilkan dikarakterisasi gugus fungsinya dengan menggunakan FTIR, derajat kristalnya ditentukan menggunakan XRD dan ukuran pertikelnya ditentukan menggunakan PSA. Derajat kristal yang dihasilkan dari masing-masing sampel yaitu NS1= 67,97%, NS2= 68,97%, NS3= 18,82%, ukuran partikel yang dihasilkan dari masing-masing sampel yaitu NS1= 129 nm, NS2= 43 nm, NS3= 63 nm. Dari rendemen nanoselulosa dan karakterisasi nanoselulosa maka dapat disimpulkan bahwa variasi volume penambahan asam sulfat pada pembuatan nanoselulosa menyebabkan perbedaan rendemen dan karakteristik dari nanoselulosa yang dihasilkan.

Kata kunci : Jerami padi, Nanoselulosa, Hidrolisis asam, Variasi volume penambahan asam

ABSTRACT

Production of rice straw in one hectare of rice fields at each harvest can produce around 10 to 12 tons of straw (fresh weight at harvest). Cellulose in rice straw reaches (28-36)%, this is a good opportunity for nanocellulose synthesis. Nanocellulose is used as a wound dressing agent, suspension stabilizer, destroyer agent in solid pharmaceutical preparations such as tablets and capsules, drug carriers to target cells, and also soft tissue implants. The purpose of this study was to determine the differences in yield and characteristics of nanocellulose after acid administration with various variations in the volume of acid addition. From rice straw, the synthesis of nanocellulose in this study was carried out using a variation method of adding 64% sulfuric acid as much as 10 ml / gr cellulose (NS1), 20 ml / gr cellulose (NS2), 30 ml / g cellulose (NS3), respectively. From every 4,946 grams of cellulose hydrolyzed using various variations of the addition of acids, the weight of the nanocellulose produced was NS1 = 0.407 grams, NS2 = 0.019 grams, NS3 = 0.016 grams and the percent yield respectively 8.22%, 0.38%, 0.32%. The resulting nanocellulose was characterized for its functional groups using FTIR, the degree of crystals was determined using XRD and the particle size was determined using PSA. The degree of crystals produced from each sample is NS1 = 67.97%, NS2 = 68.97%, NS3 = 18.82%, the particle size produced from each sample is NS1 = 129 nm, NS2 = 43 nm, NS3 = 63 nm. From the yield of nanocellulose and characterization of nanocellulose, it can be concluded that the variation in the volume of addition of sulfuric acid in the manufacture of nanocellulose causes differences in yield and characteristics of the resulting nanocellulose.

Keywords : Rice straw, Nanocellulose, Acid hydrolysis, Variation in the volume of acid addition

DAFTAR ISI

Halaman

JUDUL	i
PERNYATAAN ORISINILITAS DAN PENYERAHAN HAK CIPTA ...	ii
LEMBAR PENGESAHAN SKRPSI	iii
PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR LAMPIRAN	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1.Latar Belakang	1
1.2.Rumuan masalah	3
1.3.Tujuan penelitian	3
1.4.Manfaat penelitian	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Padi	4
2.2. Jerami Padi	5
2.2.1 Struktur Lignoselulosa Jerami Padi	7
2.2.2 Selulosa	8
2.2.3 Hemiselulosa	11
2.2.4 Lignin	12
2.3 Nanoselulosa	13
2.3.1 Metode Pembuatan Nanoselulosa	15
2.3.1.1 Hidrolisis Asam.....	15
2.3.1.2 Hidrolisis Enzimatik	16
2.3.1.3 Perlakuan Mekanik.....	17
2.4 Ultrasonikasi	17
2.5 Karakterisasi Nanoselulosa	18
2.5.1 Uji Organoleptis	18
2.5.1 XRD	18
2.5.2 FTIR.....	19
2.5.3 PSA	21
BAB III. METODE PENELITIAN	
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2. Alat dan Bahan	23
3.2.1. Alat.....	23
3.2.2. Bahan	23
3.3. Prosedur Penelitian	23
3.3.1. Pengambilan Sampel.....	23
3.3.2. Penyiapan Sampel.....	24
3.3.3. Isolasi Selulosa	24
3.3.3.1 Delignifikasi.....	24

3.3.3.2 Bleaching	24
3.3.4 Pembuatan Nanoselulosa	25
3.3.5 Karakterisasi Selulosa	25
3.3.5.1 Uji organoleptis	25
3.3.5.2 Perhitungan Rendemen	25
3.3.5.3 FTIR	25
3.3.5.4 XRD	26
3.3.5.5 PSA	26
BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1. Hasil	27
4.2. Pembahasan	28
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan	39
5.2. Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	40
LAMPIRAN	44

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
Jerami Padi Dan Serbuk Jerami Padi	44
Surat Identifikasi Tanaman Padi	45
Prosedur Kerja.....	46
Pembuatan Larutan.....	51
Hasil Isolasi Selulosa.....	53
Nanoselulosa	54
Perhitungan Rendemen.....	55
Hasil Karakterisasi FTIR	57
Hasil Karakterisasi XRD	61
Hasil Karakterisasi PSA	65

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
Karakterisasi FTIR.....	34
Hasil Perhitungan Rendemen	56
Hasil Perhitungan Derajat Kristalinitas.....	64

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
Padi.....	5
Dinding Sel Tanaman Yang Tersusun Oleh Struktur Lignoselulosa.....	7
Struktur Selulosa.....	9
Struktur α -Selulosa	10
Struktur β -Selulosa.....	11
Struktur Hemiselulosa	12
Struktur Lignin.....	13
Ilustrasi Struktur Nanoselulosa.....	14
Jerami Padi	44
Serbuk Padi.....	44
Surat Identifikasi Tumbuhan Padi	45
Skema Alir Penelitian	46
Skema Kerja Delignifikasi	47
Skema Kerja Bleaching.....	48
Skema Kerja Pembuatan Nanoselulosa.....	49
Skema Kerja Karakterisasi Nanoselulosa	50
Hasil Delignifikasi	53
Hasil Bleaching.....	53
Nanoselulosa.....	54
Spektrum FTIR NS1	57
Spektrum FTIR NS2	58
Spektrum FTIR NS3	59
Spektrum FTIR Jerami Padi	60
Pola Difraksi Sinar X NS1	61
Pola Difraksi Sinar X NS2	62
Pola Difraksi Sinar X NS3	63
Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel NS1	65
Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel NS2	66
Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel NS3	67

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Produksi padi di dunia menempati urutan ketiga dari semua serealia, setelah jagung dan gandum. Sepanjang tahun produksi padi menghasilkan limbah berupa jerami padi dalam jumlah yang besar. Produksi jerami padi dalam satu hektar sawah setiap kali panen mampu menghasilkan sekitar 10 sampai 12 ton jerami (berat segar saat panen) (Nur *et al.*, 2016). Dengan kemajuan urbanisasi di daerah pedesaan, penggunaan jerami padi sebagai pakan dan bahan bakar secara bertahap berkurang atau bahkan menghilang. Sebaliknya, jerami padi dikembalikan ke lapangan melalui kompos, dan mayoritasnya dibakar yang menyebabkan pencemaran lingkungan yang serius (Molaverdi *et al.*, 2019).

Jerami padi adalah bagian batang dan tangkai tanaman padi setelah dipanen butir-butir buahnya. Jerami padi merupakan bahan lignoselulosa yang tersedia dalam jumlah besar yang dapat diperbaharui serta keberadaannya melimpah dan ramah lingkungan. Jerami padi mengandung selulosa, lignin dan kandungan kimia yang lain baik organik maupun anorganik (Octaviana, 2017). Komposisi kandungan jerami padi (28-36) % selulosa, (23-28) % hemiselulosa, (12-18) % lignin (Saini *et al.*, 2015). Berdasarkan kandungan selulosa yang dimilikinya, jerami padi mempunyai potensi sebagai sumber selulosa yang dapat dimanfaatkan dalam pembuatan nanoselulosa dan dapat meningkatkan nilai tambah pada penggunaan limbah jerami padi untuk menghasilkan produk hasil akhir yang memiliki nilai jual tinggi serta diharapkan mampu mengurangi limbah pertanian (Octaviana, 2016).

Nanoselulosa memiliki kristalinitas tinggi dengan diameter berkisar 5-70 nm dengan panjang 100-250 nm (Utami, 2018). Nanoselulosa memiliki keunggulan

dibandingkan dengan selulosa, antara lain densitasnya rendah, memiliki reaktivitas kimia yang tinggi, kekuatan dan modulusnya tinggi. Sifat-sifat tersebut membuat nanoselulosa memiliki potensi dengan nilai guna tinggi dan dapat diaplikasikan lebih meluas. Aplikasi nanoselulosa yang akhir-akhir ini banyak diminati, seperti bahan untuk filler, nanokomposit, bahan produksi kertas dan pada bidang medis seperti bahan pembalut luka, penstabil suspensi, bahan penghancur pada sediaan farmasetika padat seperti tablet dan kapsul, pembawa obat ke sel target, dan juga implant jaringan lunak (Xie *et al.*, 2018).

Metode yang banyak digunakan dalam pembuatan nanoselulosa adalah metode kimia dengan hidrolisis asam. Asam yang paling sering digunakan untuk hidrolisis asam adalah asam sulfat (Xie *et al.*, 2018). Secara umum, metode kimia juga diikuti dengan perlakuan sonikasi untuk melengkapi metode hidrolisis asam. Volume penambahan asam yang digunakan ketika hidrolisis berpengaruh untuk nanoselulosa yang dihasilkan. Hal ini ditunjukkan oleh hasil penelitian Sumiati *et al.*, (2016), dari 3 variasi volume penambahan HCl 37% yang digunakan yaitu 2,5 ml/g, 8,75 ml/g, dan 17,5 ml/g menunjukkan volume penambahan asam yang optimum untuk menghidrolisis serbuk gergaji adalah 8,75 ml/g dengan derajat kristalinitas 74 %. Berdasarkan penjelasan diatas, maka dilakukan penelitian tentang pembuatan nanoselulosa dari jerami padi dengan metode hidrolisis asam dengan perlakuan sonikasi dengan variasi volume penambahan asam sulfat yaitu 10 ml/gr selulosa (NS1), 20 ml/gr selulosa (NS2) dan 30 ml/gr selulosa (NS3).

1.2 Rumusan Masalah

1. Apakah terdapat perbedaan terhadap rendemen nanoselulosa dari jerami padi setelah pemberian asam dengan berbagai variasi volume penambahan asam?
2. Apakah terdapat perbedaan terhadap karakteristik nanoselulosa dari jerami padi setelah pemberian asam dengan berbagai variasi volume penambahan asam?

1.3. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui perbedaan rendemen nanoselulosa dari jerami padi setelah pemberian asam dengan berbagai variasi volume penambahan asam
2. Untuk mengetahui perbedaan karakteristik nanoselulosa dari jerami padi setelah pemberian asam dengan berbagai variasi volume penambahan asam.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat dimanfaatkan:

1. Memberikan informasi tentang pemanfaatan limbah jerami padi sehingga menjadi produk yang memiliki nilai ekonomis tinggi
2. Memberikan informasi tentang kondisi optimal dari volume H_2SO_4 dalam pembuatan nanoselulosa dari jerami padi
3. Memberikan informasi kepada peneliti lain untuk pengembangan produksi nanoselulosa yang diperoleh dari sumber bahan alam yang dapat diperbaharui.

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Padi

Produksi padi di dunia menempati urutan ketiga dari semua serealia, setelah jagung dan gandum. Sepanjang tahun produksi padi menghasilkan limbah berupa jerami padi dalam jumlah yang besar. Produksi jerami padi dalam satu hektar sawah setiap kali panen mampu menghasilkan sekitar 10 sampai 12 ton jerami (berat segar saat panen) (Nur *et al.*, 2016). Indonesia dikenal sebagai negara agraris, tanaman padi adalah tanaman yang banyak tumbuh di Indonesia terutama di daerah pedesaan. Sebagian besar masyarakat Indonesia menjadikan padi sebagai makanan pokok. Menurut data Badan Statistik Pusat (2015) khususnya di Sumatra Barat terjadi peningkatan produksi padi dalam kurun 5 tahun terakhir (tahun 2011-2015). Pada tahun 2011 padi yang dihasilkan di Sumatra Barat adalah sebesar 2.279.602 ton dan meningkat menjadi 2.550.609 ton pada tahun 2015, peningkatan tersebut juga berdampak pada peningkatan limbah jerami padi.

Menurut United States Department of Agriculture (USDA) Natural Resource Conservation Service 2016, klasifikasi tanaman padi sawah adalah sebagai berikut:

Kingdom : Plantae
Subkingdom : Tracheobionta
Superdivision : Spermatophyta
Division : Magnoliophyta
Class : Lilopsida
Subclass : Commelinidae
Order : Cyperales
Family : Poaceae

Genus : *Oryza* L

Species : *Oryza sativa* L.



Gambar 1. Padi (United States Department of Agriculture, 2016)

Menurut Nur *et al.*, (2016) produksi padi di dunia menempati urutan ketiga dari semua serealia, setelah jagung dan gandum. Sepanjang tahun produksi padi menghasilkan limbah berupa jerami padi dalam jumlah yang besar. Produksi jerami padi dalam satu hektar sawah setiap kali panen mampu menghasilkan sekitar 10 sampai 12 ton jerami (berat segar saat panen). Dengan kemajuan urbanisasi di daerah pedesaan, penggunaan jerami padi sebagai pakan dan bahan bakar secara bertahap berkurang atau bahkan menghilang. Sebaliknya, jerami padi dikembalikan ke lapangan melalui kompos, dan mayoritasnya dibakar yang menyebabkan pencemaran lingkungan yang serius (Molaverdi *et al.*, 2019).

2.2 Jerami Padi

Limbah pertanian merupakan limbah yang dapat dimanfaatkan dan dapat diperbaharui karena keberadaannya melimpah. Salah satu contoh limbah pertanian yang dihasilkan yaitu jerami padi (Octaviana, 2016). Berdasarkan data Badan Pusat Statistik (2014), produksi padi di Indonesia pada tahun 2014 sebesar 70,83 juta ton

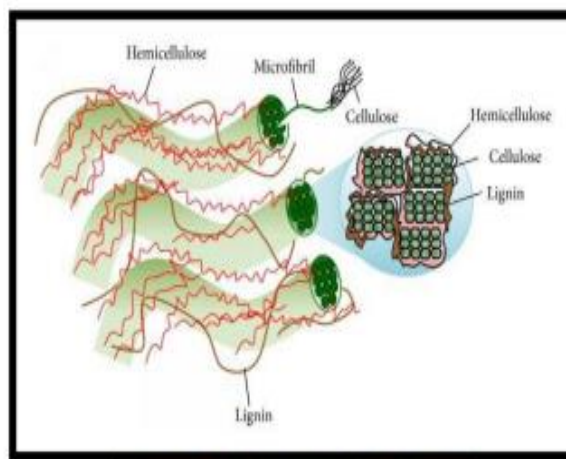
gabah kering giling (GKG), sedangkan produksi jerami padi yang dihasilkan dapat mencapai 50% dari produksi gabah kering panen atau sekitar 35,46 juta ton. Jerami adalah hasil samping usaha pertanian berupa tangkai dan batang tanaman padi yang telah kering, setelah biji-bijiannya dipisahkan. Massa jerami kurang lebih setara dengan massa biji-bijian yang dipanen. Jerami memiliki banyak fungsi, diantaranya sebagai bahan bakar, pakan ternak, alas atau lantai kandang, pengemas bahan pertanian (misal telur), bahan bangunan (atap, dinding, lantai), mulsa, dan kerajinan tangan. Jerami umumnya dikumpulkan dalam bentuk gulungan, diikat, maupun dipadatkan. Jerami merupakan limbah pertanian terbesar serta belum sepenuhnya dimanfaatkan karena adanya faktor teknis dan ekonomis (Okditanisa, 2019).

Pada sebagian petani, jerami sering digunakan sebagai mulsa pada saat menanam palawija. Hanya sebagian kecil petani menggunakan jerami sebagai pakan ternak alternatif di kala musim kering karena sulitnya mendapatkan hijauan. Selain itu, sebagian besar dari para petani hanya membakar jerami padi pada areal persawahannya setelah selesai melakukan pemanenan. Hal ini jika terus dilakukan, maka akan meningkatkan polusi udara dan berdampak buruk pada kesehatan manusia (Okditanisa, 2019).

Jerami padi merupakan bahan lignoselulosa yang tersedia dalam jumlah besar yang dapat diperbaharui serta keberadaannya melimpah dan ramah lingkungan. Jerami padi mengandung selulosa, lignin dan kandungan kimia yang lain baik organik maupun anorganik, dimana pada kandungan selulosa dapat dimanfaatkan sebagai sumber selulosa (Octaviana, 2016). Komposisi kandungan jerami padi (28-36) % selulosa, (23-28) % hemiselulosa, (12-18) % lignin (Saini *et al.*, 2015).

2.2.1 Struktur Lignoselulosa Jerami Padi

Kandungan lignoselulosa pada jerami padi menurut Saini *et al.*, (2015) adalah (28-36) % selulosa, (23-28) % hemiselulosa, (12-18) % lignin. Lignoselulosa adalah komponen utama penyusun dinding sel tanaman seperti jerami padi. Struktur lignoselulosa terdiri dari mikrofibril-mikrofibril selulosa yang membentuk kluster-kluster, dengan ruang antar mikrofibril terisi dengan hemiselulosa, dan kluster-kluster tersebut terikat kuat oleh lignin menjadi satu kesatuan. Komponen mikrofibril-mikrofibril selulosa, hemiselulosa dan lignin menyatu dalam ikatan yang kompleks. Pada struktur lignoselulosa, mikrofibril-mikrofibril selulosa dikelilingi oleh hemiselulosa dan hemiselulosa kemudian dihubungkan oleh ikatan kovalen dengan lignin sehingga menjadi struktur kuat dan kokoh. Oleh karena itu, secara tidak langsung mikrofibril selulosa terproteksi dari degradasi dengan adanya komponen hemiselulosa dan lignin yang terikat kuat pada struktur lignoselulosa.



Gambar 2. Dinding sel tanaman yang tersusun oleh struktur lignoselulosa (Lee HV, 2014)

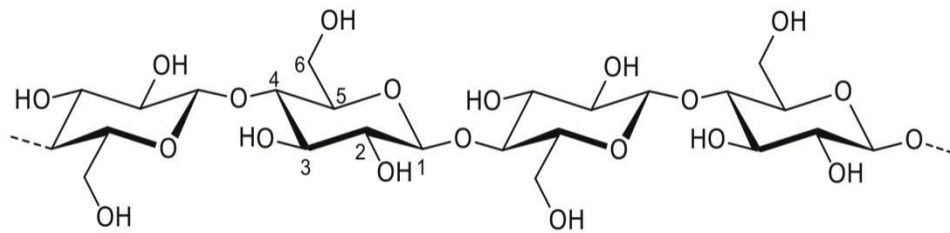
2.2.2 Selulosa

Selulosa merupakan polimer alami paling berlimpah di dunia dengan perkiraan produksi global tahunan sekitar $1,5 \times 10^{12}$ ton (Rosenau *et al.*, 2019). Selulosa adalah polisakarida linier dengan unit berulang unit selobiosa (glukosa D disakarida) yang dihubungkan oleh ikatan β -1,4 dan terdapat ikatan hidrogen intramolekul atau antar molekul yang kuat antara unit glukosa yang berdekatan dalam rantai yang sama atau rantai yang berbeda melalui kelompok hidroksil terbuka yang ada dalam unit monomer glukosa (Phantong *et al.*, 2018, Hatton *et al.*, 2015). Kebanyakan selulosa berasosiasi dengan lignin sehingga sering disebut sebagai lignoselulosa. Selulosa mempunyai rumus kimia ($C_6H_{10}O_5$) dan berat molekul 162 (Octaviana, 2017).

Selulosa didistribusikan ke seluruh alam pada tumbuhan, hewan, alga, jamur, dan mineral. Namun, sumber utama selulosa adalah serat tanaman. Selulosa berkontribusi sekitar 40% terhadap fraksi karbon pada tanaman, berfungsi sebagai elemen penyusun dinding sel mereka. Selulosa tidak ditemukan dalam bentuk murni pada tanaman tetapi biasanya disertai dengan hemiselulosa, lignin, dan jumlah ekstraktif yang sedikit. Selulosa yang terbentuk secara alami ada sebagai dua polimorf, selulosa I α dan I β . Alga dan bakteri terutama menghasilkan selulosa I α , sedangkan tanaman darat cenderung menghasilkan sebagian besar selulosa I β (Rojas, 2016).

Selulosa telah dikenal selama sekitar 150 tahun dan merupakan polimer terbarukan dan dapat terurai dan sudah lama digunakan sebagai sumber energi, bahan bangunan, dan pakaian. Melalui modifikasi kimia pada polimer selulosa, turunan selulosa seperti eter selulosa dan ester selulosa telah banyak diproduksi,

yang telah menjadi pelopor bahan baru dan aplikasi baru untuk selulosa seperti pelapis, film, membran, bahan bangunan baru, teknik pengeboran, farmasi, dan produk makanan. Proses regenerasi selulosa ini juga sudah berkontribusi pada teknik baru seperti pemintalan serat dan proses *viscose* (Borjesson and Westman, 2015)



Gambar 3. Struktur selulosa (Rojas, 2016)

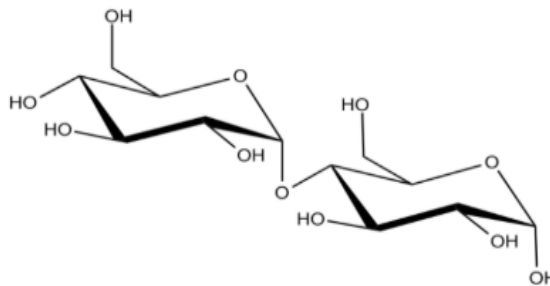
Selulosa tersusun oleh dua bagian, yaitu bagian berkrystal yang rantainya tersusun secara teratur dan bagian amorf dengan susunan rantai yang tidak teratur. Komposisi keduanya berbeda, bagian berkrystal mencapai 50-90% dari keseluruhan bagian selulosa dan sisanya merupakan bagian amorf (Utami, 2018).

Selulosa memiliki berbagai sistem ikatan hidrogen, yang memiliki pengaruh yang signifikan terhadap sifatnya. Misalnya, kelarutan terbatas dalam sebagian besar pelarut, reaktivitas gugus hidroksil, dan kristalinitas sampel selulosa berasal dari sistem ikatan hidrogen yang kuat. Selulosa juga mempunyai area hidrofobik (di sekitar atom C) yang memiliki pengaruh tertentu pada sifat keseluruhan, termasuk kelarutan (Rojas, 2016).

Menurut Nosya (2016) dan Octaviana (2017) berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5%, selulosa bisa dibedakan atas tiga jenis yaitu:

a. α -Selulosa (*Alpha cellulose*)

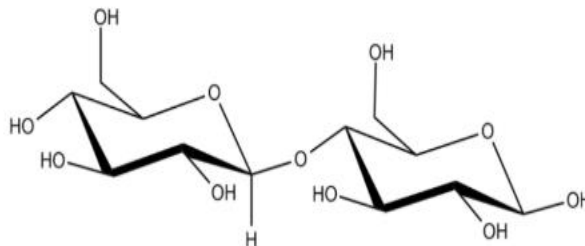
α -selulosa merupakan selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan DP 600-1500. α -selulosa dipakai sebagai penduga dan atau penentu tingkat kemurnian selulosa. Selulosa dengan derajat kemurnian $\alpha > 92\%$ memenuhi syarat untuk bahan baku utama pembuatan propelan atau bahan peledak. Sedangkan selulosa kualitas dibawahnya digunakan sebagai bahan baku pada industri kertas dan industri kain (serat rayon). Semakin tinggi kadar alfa selulosa, maka semakin baik mutu bahannya.



Gambar 4. Struktur α -Selulosa (Nuringtyas, 2010)

b. β -selulosa (*Beta cellulose*)

β -selulosa merupakan selulosa berantai pendek, larut dalam NaOH 17,5% atau basa kuat dengan derajat polimerisasi 15-90, dapat mengendap bila dinetralkan. Jenis dari selulosa ini mudah larut dalam larutan NaOH yang mempunyai kadar 17,5% pada suhu 20°C.



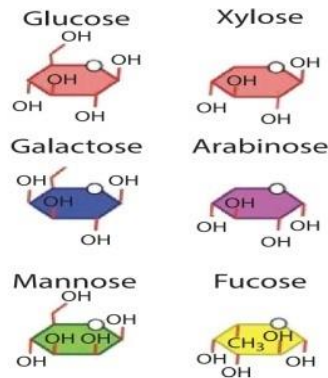
Gambar 5. Struktur β -Selulosa ((Nuringtyas, 2010)

c. γ -Selulosa (*Gamma cellulose*)

γ -selulosa adalah sama dengan β -selulosa, tetapi derajat polimerisasinya kurang dari 15 dan kandungan utamanya adalah hemiselulosa. Selulosa jenis ini mudah larut dalam larutan NaOH yang mempunyai kadar 17,5% pada suhu 20°C dan tidak akan terbentuk endapan setelah larutan tersebut dinetralkan.

2.2.3 Hemiselulosa

Hemiselulosa adalah kelompok heterogen dari polimer matriks yang relatif berat molekulnya rendah, yang berhubungan dengan selulosa dan polimer lain dalam dinding sel tanaman. Di dinding sel primer, mereka membentuk matriks polisakarida bersama-sama dengan pektin, sedangkan di dinding sel sekunder, mereka membentuk polimer matriks dengan lignin. Hemiselulosa mengikat erat ke permukaan mikrofibril selulosa dan satu sama lain dengan ikatan hidrogen dan dapat disebut sebagai glikans *cross-linking*. Peran biologis yang paling penting dari hemiselulosa adalah kontribusi mereka terhadap penguatan dinding sel melalui interaksi dengan selulosa, dan dengan lignin. Hemiselulosa adalah polisakarida bercabang, berbeda dengan selulosa yang hanya mengandung unit glukosa, mereka mengandung berbagai gula pentosa dan heksosa. Hemiselulosa termasuk beberapa polimer dengan struktur glukosa, xilosa, atau manosa (Wertz *et al.*, 2018). Hemiselulosa pada suhu rendah tidak larut dalam air. Prose hidrolisis hemiselulosa dilakukan pada suhu yang lebih rendah daripada selulosa yang mana kelarutannya akan terus bertambah seiring dengan naiknya suhu (Harmsen *et al.*, 2010).

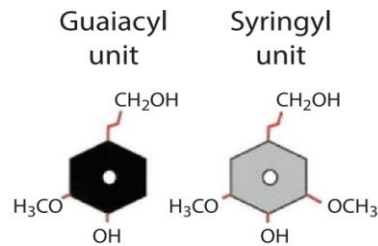


Gambar 6. Struktur Hemiselulosa (Wertz *et al.*, 2018)

2.2.4 Lignin

Lignin adalah heteropolimer fenolik kompleks yang memberikan kekuatan, kekakuan, dan bersifat hidrofobik untuk dinding sel sekunder. Ditemukan di semua tanaman, terutama di dalam jaringan kayu, lignin membentuk sebagian besar dari total karbon organik di biosfer. Lignin disimpan dalam sel-sel yang akhirnya berdiferensiasi dan jaringan yang membawa air. Lignin adalah istilah umum untuk sekelompok besar polimer aromatik yang dibentuk oleh kondensasi acak dari prekursor fenilpropanoid yang dikenal sebagai monolignol. Tiga monolignol yang paling melimpah adalah p-coumaryl alkohol, coniferyl alkohol, dan sinapyl alkohol, berbeda dalam substitusi metoksilnya. Unit yang dihasilkan dari monolignol, ketika dimasukkan ke dalam lignin, adalah disebut unit p-hidroksifenil (H), guaiasil (G), dan syringil (S). Lignin monomer komposisi bervariasi di antara spesies tanaman. Dengan beberapa pengecualian, lignin dari gymnospermae terdiri dari unit G saja (dengan sejumlah kecil unit H), sedangkan lignin dari dikotil terutama terdiri dari unit G dan S, dan lignin dari monocot (rumput) adalah campuran unit G, S, dan H. Unit-unit dalam polimer lignin dihubungkan oleh berbagai ikatan kimia itu memiliki sifat kimia yang berbeda (Wertz *et al.*, 2018).

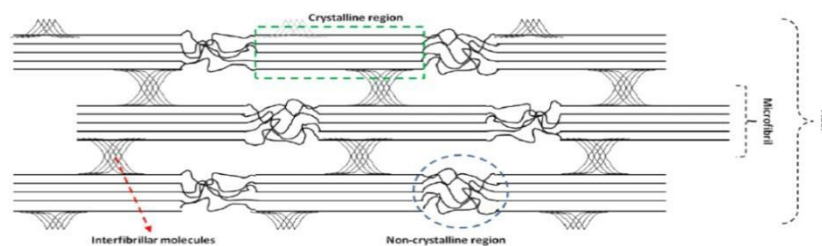
Pelarut yang dapat melarutkan lignin secara signifikan terdiri dari alkohol dengan molekul kecil, dioksan, aseton, piridin dan dimetil sulfoksida. Selain itu, telah dilakukan penelitian bahwa dengan adanya kenaikan suhu, terjadi pelunakan termal lignin, yang mengikuti reaksi depolimerisasi asam (Harmsen *et al.*, 2010).



Gambar 7. Struktur lignin (Wertz *et al.*, 2018)

2.3 Nanoselulosa

Nanoselulosa adalah serat selulosa atau bagian kristal selulosa yang memiliki setidaknya satu dimensi dalam kisaran ukuran nanometer. Untuk daerah nanokristal selulosa, yang nonkristalin dihidrolisis dan kristal yang tersisa akan berada dalam kisaran ukuran nanometer disemua dimensi (Borjesson dan Westman, 2015).



Gambar 8. Ilustrasi struktur nanoselulosa (Borjesson dan Westman, 2015).

Gambar diatas merupakan bagian dari serat selulosa dimana daerah kristal dan nonkristal ditunjukkan. Hidrolisis asam menghilangkan daerah nonkristal dan hanya bagian kristal yang tersisa. Perlakuan mekanis dari serat akan tetap ada baik

nonkristal dan daerah kristal tapi beberapa ikatan interfibriallar akan pecah, menciptakan fibril dalam ukuran nanometer lebar dan ukuran micrometer (Borjesson dan Westman, 2015).

Nanoselulosa memiliki kristalinitas tinggi dengan diameter berkisar 5-70 nm dengan panjang 100-250 nm (Utami, 2018). Nanoselulosa memiliki keunggulan dibandingkan dengan selulosa, antara lain densitasnya rendah, memiliki reaktivitas kimia yang tinggi, kekuatan dan modulusnya tinggi. Sifat-sifat tersebut membuat nanoselulosa memiliki potensi dengan nilai guna tinggi dan dapat diaplikasikan lebih meluas. Aplikasi nanoselulosa yang akhir-akhir ini banyak diminati, seperti bahan untuk filler, nanokomposit, bahan produksi kertas dan pada bidang medis seperti bahan pembalut luka, penstabil suspensi, bahan penghancur pada sediaan farmasetika padat seperti tablet dan kapsul, pembawa obat ke sel target, dan juga implant jaringan lunak (Xie *et al.*, 2018).

Nanoselulosa memiliki kombinasi yang menguntungkan dari sifat fisiknya antara lain kekakuan tinggi aksial (± 150 GPa), kekuatan tarik tinggi (diperkirakan 7,5 GPa), koefisien ekspansi termal rendah (± 1 ppm/K), stabilitas termal sampai dengan 300°C, rasio aspek tinggi (10-100), dan densitas rendah ($\pm 1,6$ g/cm³). Dimensi geometris nanoselulosa seperti panjang dan lebar, dapat bervariasi tergantung pada asal mula mikrofibril selulosa dan kondisi hidrolisis asam seperti waktu, suhu, kemurnian, dan sebagainya. Nanoselulosa menunjukkan distribusi dan panjang yang relative luas karena difusi sifat pengendali proses hidrolisis (Goerge dan Sabapathi, 2015).

2.3.1 Metode Pembuatan Nanoselulosa

2.3.1.1 Hidrolisis Asam

Hidrolisis asam adalah metode yang paling banyak digunakan dalam pembuatan nanoselulosa. Wilayah amorf dari selulosa dapat dengan mudah dihidrolisis oleh asam kuat seperti asam sulfat melalui esterifikasi dari kelompok hidroksil oleh ion sulfat. Proses tersebut akan membuat daerah kristal serat selulosa untuk membentuk dispersi koloid yang stabil dari bahan nanoselulosa dalam campuran reaksi yang tersisa. Asam yang paling sering digunakan untuk hidrolisis asam adalah asam sulfat (Xie *et al.*, 2018).

Karakteristik nanoselulosa dari hidrolisis asam dipengaruhi oleh sumber selulosa, jenis asam yang digunakan, konsentrasi asam, waktu reaksi dan temperatur dari hidrolisis. Semakin kuat asam, semakin lama waktu reaksi dan semakin tinggi temperature yang digunakan saat hidrolisis akan menghasilkan nanoselulosa yang lebih pendek. Hidrolisis asam kuat menggunakan asam sulfat adalah metode yang cocok untuk mengisolasi nanoselulosa dari limbah jerami padi karena memiliki kemampuan mendispersi yang baik dalam air. Kondisi ini disebabkan nanoselulosa yang dihasilkan memiliki kelimpahan gugus sulfat dipermukaannya. Asam lain yang biasanya digunakan yaitu asam klorida. Asam klorida memiliki dispermibilitas yang rendah dalam air. Asam format juga dapat digunakan untuk mengisolasi nanoselulosa menggunakan metode oksidasi 2,2,6,6-tetrametilpiperidine-1-1oxy (TEMPO). Namun, metode ini menghasilkan nanoselulosa yang memiliki ukuran beragam dan membutuhkan energi yang banyak (Utami, 2018). Prosedur pencucian biasanya dilakukan dengan memasukkan air dingin yang dilakukan dengan sentrifugasi atau menggunakan

natrium hidroksida sampai pH netral tercapai. Natrium hidroksida digunakan untuk menetralkan suspensi (Sharma *et al.*, 2018).

Liu *et al.*, (2016) membuat nanoselulosa dari tongkol jagung menggunakan asam format dengan panjang dua kali lebih besar dibandingkan dengan menggunakan asam sulfat. Asam format merupakan asam yang jauh lebih lemah dari pada asam sulfat. Nanoselulosa yang dihasilkan akan membentuk agregat bersama-sama sementara dengan asam sulfat dapat terdispersi dengan baik karena adanya gugus sulfat pada permukaannya. Pembentukan agregat tersebut disebabkan nilai absolute zeta potensialnya yang rendah dan ukuran partikelnya yang lebih besar (Li *et al.*, 2015).

2.3.1.2 Hidrolisis Enzimatik

Hidrolisis enzimatik adalah jenis perlakuan biologis yang mencakup enzim untuk modifikasi dari serat selulosa untuk mendapatkan nanoselulosa. Enzim yang paling sering digunakan untuk tujuan ini adalah selulase, endoglukanase, selobiohidrolase dll. Mekanisme ini kompleks, namun, aksi enzim didasarkan pada pemecahan / katalisis dari ikatan H antara mikro serat selulosa. Metode ini umumnya membutuhkan waktu jauh lebih lama dibandingkan dengan proses hidrolisis asam. Hidrolisis enzimatik dikombinasikan dengan proses lain untuk mengatasi masalah ini. Untuk misalnya dalam literatur dikutip terbaru oleh Moniruzzaman *et al.*, serat-serat Selulosa diberi dengan cairan ionik sebelum hidrolisis enzimatik dengan lakase untuk isolasi nanocellulose dari serpihan kayu. Nanoselulosa yang diperoleh luas permukaannya meningkat yang dapat diakses dengan kristalinitas dan stabilitas termal yang lebih tinggi dibandingkan dengan

literatur lain untuk memperoleh nanoselulosa dari sumber kayu asli (Sharma *et al.*, 2018).

2.3.1.3 Perlakuan Mekanik

Serat-serat selulosa dapat diberikan perlakuan mekanik untuk menghasilkan nanoselulosa perlakuan mekanik yang dapat diberikan seperti yang berbeda seperti ultrasonikasi, blender, dan homogenisasi tekanan tinggi. Namun, kelemahan utama dari proses ini adalah persyaratan input energi tinggi, karenanya umumnya digabungkan dengan beberapa prosedur pra-perlakuan awal sehingga, konsumsi energi berkurang (Sharma *et al.*, 2018).

2.4 Ultrasonikasi

Pembuatan nanoselulosa diikuti dengan proses ultrasonikasi. Ultrasonikasi akan membuat ikatan β -glikosidik pada daerah amorf selulosa putus akibat pecahnya gelembung kavitasi yang terbentuk dengan adanya gelombang ultrasonik. Peristiwa tersebut akan mempengaruhi putusnya ikatan hidrogen. Daya dan waktu saat proses ultrasonikasi mempengaruhi nanoselulosa yang dihasilkan. Daya ultrasonikasi yang tinggi akan menyebabkan energi yang dilepaskan untuk memecahkan gelembung kavitasi juga tinggi. Kondisi tersebut menyebabkan putusnya ikatan glikosidik yang kuat beserta ikatan hidrogen yang saling berhubungan. Pada daya yang rendah hanya ikatan lemah pada daerah amorf selulosa yang putus. Waktu ultrasonikasi akan mempengaruhi ukuran nanoselulosa. Semakin lama waktu yang digunakan pada ultrasonikasi menyebabkan ukuran nanoselulosa yang dihasilkan semakin menurun. Ukuran nanoselulosa yang semakin kecil menyebabkan kekristalan nanoselulosa juga menurun. Peristiwa ini akibat banyaknya ikatan hidrogen yang putus pada nanoselulosa (Li *et al.*, 2015).

2.5 Karakterisasi Nanoselulosa

2.5.1 Uji Organoleptis

Karakteristik bentuk yaitu sampel diletakan diatas dasar yang berwarna putih, diamati bentuk atau rupa, warna, bau. nanoselulosa yang baik memiliki organoleptik serbuk, berwarna putih, tidak berbau. Uji ini dilakukan dengan menggunakan indra manusia untuk menilai standar penerimaan suatu produk oleh masyarakat. Pengujian organoleptik dapat memberikan indikasi bahwa suatu produk mengalami kerusakan (Okditanisa, 2019).

2.5.2 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Difraksi sinar-X (XRD) adalah teknik nondestruktif yang kuat untuk mengkarakterisasi bahan-bahan kristalin. Difraksi sinar-X sekarang menjadi teknik umum untuk mempelajari struktur kristal dan jarak atom. XRD memberikan informasi tentang struktur, fase, orientasi kristal yang mendominasi (tekstur), dan parameter struktural lainnya seperti ukuran rata-rata partikel, kristalinitas, tegangan dan kecacatan kristal. Puncak XRD dihasilkan oleh interfensi konstruktif dari sinar monokromatik yang tersebar pada sudut tertentu dari setiap rangkaian bidang kisis dalam sampel. Sinar-X ini dihasilkan oleh tabung katoda, disaring untuk menghasilkan radiasi monokromatik, dilembapkan untuk berkonsentrasi dan diarahkan ke sampel (Bunaciu *et al.*, 2015).

Derajat kristalinitas dihitung menggunakan Persamaan sebagai berikut (persamaan segal):

$$X = \frac{I_{\max} - I_0}{I_{\max}} \times 100\%$$

dengan I_{\max} adalah intensitas puncak dan I_0 adalah intensitas minimum dari I_{\max} (Sumiati *et al.*, 2016). Hukum ini menghubungkan panjang gelombang radiasi elektromagnetik ke sudut difraksi dan jarak kisi dalam sampel kristal. Sinar-X yang terdifraksi ini kemudian dideteksi, diproses, dan dihitung. Dengan memadai sampel melalui berbagai sudut 2θ , semua arah difraksi yang mungkin dari kisi harus dicapai karena orientasi acak dari bahan bubuk. Konversi dari puncak difraksi ke *d-spacing* memungkinkan identifikasi senyawa karena setiap senyawa memiliki satu set *d-spacing* yang unik. Biasanya ini dicapai dengan perbandingan *d-spacing* dengan pola referensi standar (Bunaciu *et al.*, 2015).

2.5.3 FT-IR (*Fourier Transform Infra-Red*)

Spektrofotometer Inframerah merupakan instrumentasi yang menggunakan radiasi sinar inframerah untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada senyawa organik. Prinsip kerja spektrofotometri IR adalah adanya interaksi energi dengan materi. Misalkan dalam percobaan berupa molekul senyawa kompleks yang ditembak dengan energi dari sumber sinar yang akan menyebabkan molekul mengalami vibrasi. Sumber sinar adalah keramik, yang apabila dialiri arus listrik maka keramik ini dapat memancarkan inframerah. Vibrasi dapat terjadi karena energi yang berasal dari sinar inframerah tidak cukup kuat untuk menyebabkan terjadinya atomisasi pada molekul senyawa yang ditembak dimana besarnya energi vibrasi tiap atom berbeda tergantung pada atom-atom dan kekuatan ikatan yang menghubungkan sehingga dihasilkan frekuensi yang berbeda pula (Okditanisa, 2019). Adapun proses instrumen analisis sampelnya meliputi:

1. The source: energi inframerah yang dipancarkan dari sebuah benda hitam menyala. Balok ini melewati melalui logam yang mengontrol jumlah energi yang diberikan kepada sampel
2. Interferometer: sinar memasuki interferometer “spectra encoding” mengambil tempat, kemudian sinyal yang dihasilkan keluar dari interferogram
3. Sampel: sinar memasuki kompartemen sampel dimana diteruskan melalui cermin dari permukaan sampel yang tergantung pada jenis analisis
4. Detektor: sinar akhirnya lolos ke detektor untuk pengukuran akhir. Detektor ini digunakan khusus dirancang untuk mengukur sinar interferogram khusus. Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red adalah TetraGlycerine Sulphate (TGS) atau Mercury Cadmium Telluride (MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detector TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi inframerah
5. Komputer: sinyal diukur secara digital dan dikirim ke komputer untuk diolah oleh Fourier Transformation berada. Spektrum disajikan untuk interpretasi lebih lanjut (Triapriani, 2016)

2.5.4 PSA (*Particel Size Analyzer*)

Distribusi ukuran partikel merupakan karakteristik khusus untuk nanopartikel. Suatu material dapat dikatakan nanopartikel bila ukuran partikelnya dibawah 100 nm. Ukuran partikel rata-rata dan distribusinya tidak diragukan merupakan karakteristik utama dari materi berbentuk serbuk, dan ukuran partikel

rata-rata terjadi di semua korelasi yang berkaitan dengan karakteristik serbuk, misalnya, pengemasan, fluiditas, dalam pengaruh pneumatik dan penyaringan debu. Ketika pengayak tradisional tidak dapat lagi digunakan untuk partikel yang lebih kecil, teknik instrumental, yaitu penganalisisan ukuran partikel, digunakan. Alat analisa ini memperluas ukuran partikel yang diukur ke ukuran mikron atau sub-mikron, dan menjangkau rentang ukuran yang cukup lebar (Zhang *et al.*, 2017).

Keakuratan analisis ukuran partikel sangat tergantung pada sejumlah parameter, termasuk persiapan sampel, tingkat dispersi dan analisis itu sendiri. Dalam sebagian besar analisa suspensi umum, partikel terdispersi dalam suatu pelarut, kebanyakan menggunakan dispersan untuk menurunkan tegangan permukaan (Zhang *et al.*, 2017).

PSA dalam menentukan ukuran partikel menggunakan metode LAS (*Laser Diffraction*). Ada dua metode LAS, yaitu:

1. Metode basah (Wet Dispersion Unit)

Metode basah menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan sampel uji.

2. Metode Kering (Dry Dispersion Unit)

Metode kering menggunakan udara untuk melarutkan partikel dan membawanya ke *sensing zone* (Triapriani, 2016).

Keunggulan PSA (Particel Size Analyzer) sebagai alat pengukuran partikel, yaitu:

1. Akurat dan mudah digunakan, pengukuran partikel dengan PSA lebih

akurat daripada pengukuran dengan SEM dan TEM. Karena pengukuran partikel dengan PSA, sampel didispersikan ke dalam media sehingga ukuran yang dihasilkan adalah ukuran single partikel

2. Hasil yang didapat dalam bentuk distribusi, sehingga menggambarkan kondisi sampel keseluruhan
3. Rentang pengukuran dengan PSA dari 0,6 nanometer sampai 7 mikrometer (Triapriani, 2016).

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian telah dilakukan di Laboratorium Biota Sumatra. Analisis FTIR dilakukan di laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Andalas, analisis XRD dilakukan di Laboratorium Riset UPP-IPD Fakultas MIPA Universitas Indonesia, dan analisis PSA dilakukan di Laboratorium Sediaan Steril Fakultas Farmasi Universitas Andalas. Waktu penelitian dilakukan dari bulan Januari 2020-Juli 2020.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, grinder, kertas saring, ayakan 60 mesh, oven, pH-meter (Jenway), batang pengaduk, botol, hot magnetic stirrer, pipet tetes, pipet volum, neraca analitik, pengaduk magnetik dan anak stirrer, sentrifuge, tabung sentrifuse, membran dialisis, saringan santan, spatel, sonikator, FTIR (*Fourier Transmission InfraRed*), PSA (*Particel Size Analyzer*), XRD (*X-ray Diffractometer*).

3.2.2 Bahan

Jerami padi, asam sulfat (H_2SO_4) 98 %, natrium hidroksida (NaOH), aquades (H_2O), kalium bromida (KBr), hidrogen peroksida (H_2O_2).

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pengambilan sampel

Jerami padi yang digunakan diperoleh dari daerah Kelurahan Limau Manis, Kecamatan Pauh, Kota Padang, Provinsi Sumatra Barat.

3.3.2 Penyiapan Sampel

Sebanyak 1 kg Jerami padi dicuci terlebih dahulu lalu dijemur, selanjutnya dipotong ± 1 cm kemudian digiling menggunakan grinder. Setelah itu diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 60 mesh.

3.3.3 Isolasi Selulosa

3.3.3.1 Delignifikasi

Sebanyak 120 gram serbuk jerami padi dimasukkan ke dalam enlenmeyer kemudian ditambahkan 3000 mL larutan NaOH 3% (b/v). Campuran tersebut kemudian dipanaskan pada suhu 100°C menggunakan hot magnetic stirrer selama 6 jam. Hasil pemanasan kemudian disaring. Padatan yang dihasilkan dicuci kemudian disaring. Proses pencucian dengan aquades diulangi beberapa kali sampai diperoleh pH netral (Liu *et al.*, 2016).

3.3.3.2 Bleaching

Serat hasil delignifikasi ditambahkan suatu larutan yang terdiri dari 4,0% (v/v) natrium hidroksida dan 24,0% (b/v) hidrogen peroksida pada proporsi 1: 1 (v/v). Penambahan dilakukan tetes demi tetes. Dalam prosedur ini, rasio serat terhadap larutan 1:40 (b/v). Seluruh jumlah larutan yang terdiri dari natrium hidroksida dan hidrogen peroksida ditambahkan dalam waktu 120 menit, kemudian reaksi berlanjut selama 30 menit. Prosedur pemutihan dilakukan pada suhu 50 °C menggunakan hot magnetic stirrer. Serat yang diputihkan disaring dan dicuci dengan aquadest. Pencucian ini di ulangi beberapa kali sampai pH 7,0. Setelah ini, pengeringan dilakukan dengan bantuan cahaya lampu sampai sampel kering (Fernanda *et al.*, 2017).

3.3.4 Pembuatan Nanoselulosa

Serbuk selulosa hasil isolasi dihidrolisis menggunakan H₂SO₄ 64 % (v/v) dengan variasi penambahan asam masing-masing sebanyak 10 ml/gr (NS1), 20 ml/gr (NS2), dan 30 ml/gr (NS3) pada suhu 45 °C selama 60 menit pada magnetic stirrer. Proses hidrolisis dihentikan dengan menggunakan aquades dingin dengan volume 8 kali lipat dari volume awal. Suspensi ditambahkan dengan NaOH 2 N sampai pH 7 kemudian disentrifus (6000 rpm selama 20 menit). Suspensi dimasukkan ke dalam membran dialisis yang telah direndam dalam 100 mL aquades, didialisis selama 1- 4 hari. Hasil dari dialisis disonikasi selama 2 jam. Setelah itu aquades diuapkan pada suhu 60 °C untuk mendapatkan nanoselulosa (Liu *et al.*, 2016, Jackson, 2011).

3.3.5 Karakterisasi Nanoselulosa

3.3.5.1 Uji Organoleptis

Untuk mengetahui karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan, maka identifikasi dilakukan dengan cara pengamatan secara visual meliputi bentuk, warna dan bau.

3.3.5.2 Perhitungan Rendemen

Untuk mengetahui rendemen nanoselulosa terhadap selulosa yang digunakan, maka perhitungan dilakukan dengan rumus :

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{berat serbuk nanoselulosa yang dihasilkan}}{\text{berat sampel hasil isolasi selulosa}} \times 100\%$$

3.3.5.3 FT-IR (*Fourier Transform Infrared*)

Pengukuran dilakukan dengan spektrofotometer FT-IR untuk mengetahui perubahan intensitas tiap-tiap gugus fungsi pada bilangan gelombang spesifik

selulosa sesuai dengan perlakuan yang diberikan. Sampel sebanyak 0,2 mg yang akan dianalisis dicampurkan dengan kalium bromida (KBr) sebanyak 2 mg kemudian diukur pada panjang gelombang 400-4000 cm^{-1} (Liu *et al.*, 2016). Sampel nanoselulosa diukur di Laboratorium Fakultas Farmasi Universitas Andalas.

3.3.5.4 XRD (X-ray Diffractometer)

Pengukuran dengan X-ray Diffractometer dengan menggunakan radiasi $\text{Cu-K}\alpha$ dimana deteksi dilakukan pada $2\theta=5-40^\circ$ pada kecepatan $2^\circ/\text{menit}$ dan diset pada 40 kV dan 30mA. Sampel ditempatkan pada bagian holder kemudian dianalisis index kristal dengan persen total area dan rasio puncak kristal.

Indeks kiralinitas ditentukan menggunakan persamaan berikut (Persamaan Segal) :

$$X = \frac{I_{\max} - I_0}{I_{\max}} \times 100\%$$

dengan I_{\max} adalah intensitas puncak dan I_0 adalah intensitas minimum dari I_{\max} (Sumiati *et al.*, 2016). Sampel nanoselulosa diukur di Laboratorium Riset UPP-IPD Fakultas MIPA Universitas Indonesia

3.3.5.5 PSA (Particel Size Analyzer)

Nanoselulosa diukur ukuran partikelnya menggunakan Particle Size Analyzer (PSA). Sampel nanoselulosa diukur di Laboratorium Sediaan Steril Fakultas Farmasi Universitas Andalas.

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil

Dari penelitian yang telah dilakukan, didapatkan hasil sebagai berikut :

1. Hasil identifikasi tumbuhan yang dilakukan di Herbarium ANDA Jurusan Biologi Fakultas MIPA Universitas Andalas dikatakan bahwa tumbuhan merupakan famili Poaceae dengan spesies *Oryza sativa L* (Lampiran 2, Gambar 9).
2. Pemeriksaan organoleptis pada masing-masing serbuk nanoselulosa didapatkan bahwa bentuknya serbuk, mempunyai warna yang berbeda-beda, dan tidak tidak berbau (Lampiran 10).
3. Hasil perhitungan rendemen nanoselulosa dari masing-masing variasi penambahan asam sulfat terhadap sampel (Lampiran 11).
 - NS1 = 8,22 %
 - NS2 = 0,38 %
 - NS3 = 0,32 %
4. Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*) dari masing-masing nanoselulosa menunjukkan adanya gugus :
 - NS1 = -OH (3415,56 cm^{-1}), C-H (2918,22 cm^{-1}), O-H (1620,61 cm^{-1}), C-O (1022,90 cm^{-1})
 - NS2 = -OH (3438,84 cm^{-1}), C-H (2918,22 cm^{-1}), O-H (1636,75 cm^{-1}), CH₂ (1465,10 cm^{-1}), C-O (1111,45 cm^{-1})
 - NS3 = -OH (3409,22 cm^{-1}), C-H (2918,87 cm^{-1}), O-H (1636,69 cm^{-1}), CH₂ (1405,58 cm^{-1}), C-O (1058,32 cm^{-1})

5. Hasil Karakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffractometer*) dari masing-masing nanoselulosa menunjukkan derajat kristal :
 - NS1 = 67,97 %
 - NS2 = 68,97 %
 - NS3 = 18,82 %
6. Hasil Karakterisasi menggunakan PSA (*Particel Size Analyzer*) dari masing-masing nanoselulosa menunjukkan ukuran partikel :
 - NS1 = 129 nm
 - NS2 = 43 nm
 - NS3 = 63 nm

4.2 Pembahasan

Bahan utama pembuatan nanoselulosa adalah selulosa. Nanoselulosa dalam penelitian ini dibuat dari jerami padi yang diambil di daerah Kelurahan Limau Manis, Kecamatan Pauh, Kota Padang, Provinsi Sumatra Barat. Jerami padi mengandung komponen selain (28-36) % selulosa, yaitu (23-28) % hemiselulosa dan (12-18) % lignin ((Saini *et al.*, 2015). Oleh karena itu, perlu dilakukan pemisahan selulosa dari komponen lain yang terkandung dari jerami padi, sehingga diperoleh selulosa murni untuk bahan pembuatan nanoselulosa.

Isolasi selulosa dilakukan dalam beberapa tahap pemisahan. Tahapan tersebut meliputi tahap preparasi bahan baku sampai tahapan pemisahan yang dilakukan dengan mereaksikan jerami padi dengan beberapa bahan (delignifikasi dan *bleaching*).

Jerami padi sebagai bahan baku dipreparasi menjadi serbuk sebelum dilakukan proses isolasi selulosa. Proses penyerbukan ini dilakukan untuk memperluas permukaan bahan agar proses isolasi jerami padi berjalan maksimal dan menghasilkan rendemen yang lebih banyak. Jerami padi yang diperoleh dicuci untuk menghilangkan kotoran-kotoran karena termasuk bahan buangan. Jerami padi yang telah bersih dijemur terlebih dahulu dibawah sinar matahari langsung sampai benar-benar kering. Pengeringan bertujuan untuk mengurangi kadar air yang terdapat di sampel sehingga dapat disimpan dalam waktu yang lama tanpa ditumbuhi jamur. Kemudian jerami padi yang telah kering dipotong dengan ukuran ± 1 cm dan digiling menggunakan grinder lalu diayak sehingga didapatkan serbuk yang benar- benar halus.

Serbuk halus sebanyak 120 gram didelignifikasi menggunakan NaOH 3% dengan perbandingan jerami padi dan larutan 1:25 pada suhu 100°C pada hot magnetic stirrer selama 6 jam. Perlakuan tersebut bertujuan untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa, dimana keduanya merupakan struktur amorf terluar yang membungkus selulosa yang dapat melarut pada larutan alkali, yaitu natrium hidroksida (Arjuna *et al.*, 2018). Lignin merupakan salah satu komponen utama jerami padi selain selulosa dan hemiselulosa. Pembebasan lignin dari senyawa kompleks merupakan salah satu perlakuan pendahuluan yang penting dilakukan sebelum proses hidrolisis. Proses ini penting dilakukan sebelum hidrolisis bahan selulolitik, sebab lignin merupakan dinding kokoh yang melekat pada serat selulosa dan hemiselulosa sehingga suatu tanaman menjadi keras dan dapat berdiri kokoh. Lignin dapat menghambat penetrasi asam atau enzim sebelum hidrolisis berlangsung (Okditanisa, 2019). Pada perlakuan ini suhu, dan konsentrasi larutan

merupakan fakto-faktor yang akan mempengaruhi kecepatan reaksi pelarutan lignin dan hemiselulosa. Selulosa tidak akan rusak saat proses pelarutan lignin dan hemiselulosa jika konsentrasi pelarut yang digunakan rendah dan suhu yang digunakan sesuai. Pemakaian suhu diatas 180°C menyebabkan degradasi selulosa lebih tinggi. Pada proses ini dihasilkan pulp berwarna kuning kecoklatan (Lampiran 9, Gambar 17).

Pulp yang dihasilkan dicuci menggunakan aquades sampai pH 7,0. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan sisa NaOH pada pulp, lalu disaring. Kemudian pulp di *bleaching* menggunakan larutan yang terdiri dari NaOH 4% dan H₂O₂ 24% dengan perbandingan sampel dan larutan 1:40 pada suhu 50°C menggunakan hot magnetic stirrer selama 2,5 jam. Tahap ini dilakukan dengan menghilangkan warna dari serat akibat masih tersisnya lignin pada pulp karena pada proses delignifikasi lignin tidak dapat terlarut 100%. Pada proses ini NaOH berguna untuk mendegradasi lignin dengan cara hidrolisa dan H₂O₂ berfungsi untuk mendegradasi lignin dari gugus kromofor. Kombinasi antara NaOH dan H₂O₂ akan membentuk ion OOH⁻ yang berfungsi mengoksidasi lignin yaitu dengan memutuskan ikatan C α - C β molekul lignin sisa dipulp, akibatnya gugus kromofor pada lignin semakin berkurang dan kadar selulosa meningkat (Harpendi *et al.*, 2017). Hasil pulp dicuci sampai ph 7,0. hal ini bertujuan untuk menghilangkan sisa pelarut pada sampel. Kemudian dikeringkan dengan bantuan cahaya lampu sampai kering. Selulosa yang sudah kering kemudian diblender sehingga diperoleh serbuk selulosa halus (Lampiran 9, Gambar 18). Rendemen dari produk hasil *bleching* yang telah dikeringkan mencapai 12,36 % dihitung dari bobot serbuk jerami padi yang digunakan (Lampiran 11). Rendemen yang dihasilkan dari proses ini sedikit karena

hilangnya lignin dan hemiselulosa yang terlarut dalam pelarut serta menempelnya pulp hasil delignifikasi dan bleaching disaring pada proses penetralan menggunakan aquades. Proses penetralan ini membutuhkan waktu yang cukup lama dan aquades dalam jumlah banyak.

Pembuatan nanoselulosa terdiri atas beberapa tahapan, yaitu hidrolisis, penetralan dengan NaOH 2 N, pemisahan dengan proses sentrifugasi, proses isolasi nanoselulosa menggunakan dialisis membran dan pembentukan partikel nano dengan menggunakan sonikator. Proses hidrolisis dilakukan dengan menggunakan H₂SO₄ 64% dengan variasi penambahan asam masing-masing sebanyak 10 ml/gr (NS1), 20 ml/gr (NS2), dan 30 ml/gr (NS3) pada suhu 45°C selama 60 menit. Diperlukan konsentrasi 64% agar diperoleh nanoselulosa yang baik, jika menggunakan yang pekat akan karena terjadi pembukaan susunan rantai selulosa sehingga mengubah susunan rantai polimer dan selulosa lebih mudah terdegradasi. Ketika selulosa direaksikan dengan asam, serat tersebut mulai terdegradasi. Degradasi tersebut dimulai dari daerah yang ikatannya paling lemah yaitu daerah amorf pada serat selulosa. Daerah amorf yang berkurang membuat kristanilitas dari selulosa meningkat sehingga terbentuk nanoselulosa (Borjesson and Westman, 2015).

Keasaman pada suspensi hasil hidrolisis ini dapat dihilangkan dengan menggunakan NaOH 2 N agar dihasilkan nanoselulosa yang lebih murni dan proses pemisahan dengan pelarutnya digunakan sentrifus. Proses selanjutnya yaitu merendam 1-4 hari menggunakan membran dialisis didalam aquades dan menggunakan stirrer yang bertujuan agar nanoselulosa lebih cepat keluar dari membran. Metode dialisis ini juga bertujuan untuk mendapatkan pH yang konstan

dari serat yang telah disentrifus dengan prinsip penukaran ion dengan aquadest (Nisak, 2018).

Selanjutnya dari dialisis disonikasi selama 2 jam. Perlakuan ini bertujuan untuk mendisintegrasi partikel selulosa sehingga menghasilkan partikel selulosa dengan ukuran nano (Utami, 2018). Sonikasi akan membuat ikatan β -glikosidik pada daerah amorf selulosa putus akibat pecahnya gelembung kavitasi yang terbentuk dengan adanya gelombang ultrasonik. Peristiwa tersebut akan mempengaruhi putusnya ikatan hidrogen. Daya dan waktu saat proses ultrasonikasi mempengaruhi nanoselulosa yang dihasilkan. Daya ultrasonikasi yang tinggi akan menyebabkan energi yang dilepaskan untuk memecahkan gelembung kavitasi juga tinggi. Kondisi tersebut menyebabkan putusnya ikatan glikosidik yang kuat beserta ikatan hidrogen yang saling berhubungan. Pada daya yang rendah hanya ikatan lemah pada daerah amorf selulosa yang putus. Waktu ultrasonikasi akan mempengaruhi ukuran nanoselulosa. Semakin lama waktu yang digunakan pada ultrasonikasi menyebabkan ukuran nanoselulosa yang dihasilkan semakin menurun. Peristiwa ini akibat banyaknya ikatan hidrogen yang putus pada nanoselulosa (Li *et al.*, 2015). Selanjutnya sampel dimasukkan dalam oven dengan suhu 50 °C untuk mendapatkan serbuk nanoselulosa.

Pada proses hidrolisis sampel diperlakukan dengan variasi pemberian asam sulfat terhadap sampel, hal ini dilakukan untuk mengetahui apakah variasi penambahan asam sulfat pada sampel berpengaruh terhadap jumlah dan karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan, dimana karakteristik nanoselulosa adalah mempunyai bentuk serbuk, berwarna putih, tidak berbau dan tidak berasa (British Pharmacopoeia, 2002). Hasil dari hidrolisis ini menunjukkan perbedaan

warna serbuk selulosa yang dihasilkan dari setiap penambahan asam sulfatnya (Lampiran 10). Warna merupakan salah satu parameter mutu yang digunakan untuk menentukan kualitas produk nanoselulosa. Nanoselulosa yang baik memiliki warna putih cerah, semakin cerah produk yang didapatkan maka semakin baik kualitas mutu produk tersebut. Dilihat pada (Gambar 19) seluruh sampel memiliki warna yang cenderung berbeda yaitu coklat sampai hitam. Hasil ini tidak sesuai dengan literatur yang menyatakan bahwa produk nanoselulosa yang baik memiliki warna yang putih (Evandani, 2012). Jumlah serbuk nanoselulosa yang dihasilkan juga berbeda (Lampiran 11), semakin banyak jumlah asam yang digunakan maka semakin sedikit massa nanoselulosa yang dihasilkan. Hal tersebut disebabkan karena penggunaan jumlah asam yang terlalu banyak akan menyebabkan selulosa terdegradasi dan sebagian lagi terkonversi menjadi gula (Suryawan, 2017).

Serbuk nanoselulosa yang dihasilkan kemudian di karakterisasi menggunakan alat FTIR, XRD, dan PSA. Karakterisasi menggunakan alat FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi struktur selulosa dan melihat pengaruh penambahan asam terhadap struktur selulosa yang dihasilkan. Setiap pita serapan pada bilangan gelombang tertentu menggambarkan adanya suatu gugus fungsi spesifik. Hasil analisa berupa *signal* kromatogram hubungan persentase transmitan terhadap panjang gelombang (ASRA, *et al.*, 2020).

Hasil karakterisasi pada spektrum FTIR sampel NS1 pada lampiran 12, gambar 17, terlihat adanya gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3415,56 cm^{-1} , gugus fungsi C-H pada bilangan gelombang 2918,22 cm^{-1} , gugus fungsi O-H pada bilangan gelombang 1620,61 cm^{-1} , dan gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang 1022,90 cm^{-1} . Spektrum FTIR sampel NS2 pada lampiran 12, gambar

18, terlihat adanya gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3438,84 cm^{-1} , gugus fungsi C-H aromatik pada bilangan gelombang 2918,22 cm^{-1} , gugus fungsi O-H pada bilangan gelombang 1636,75 cm^{-1} , gugus fungsi CH_2 pada bilangan gelombang 1465,10 cm^{-1} , gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang 1111,45 cm^{-1} . Spektrum FTIR sampel NS3 pada lampiran 12, gambar 19, terlihat adanya gugus fungsi -OH pada bilangan gelombang 3409,22 cm^{-1} , gugus fungsi C-H pada bilangan gelombang 2918,87 cm^{-1} , gugus fungsi O-H pada bilangan gelombang 1636,69 cm^{-1} , gugus fungsi CH_2 pada bilangan gelombang 1405,58 cm^{-1} , gugus fungsi C-O pada bilangan gelombang 1058,32 cm^{-1} (Lampiran 12, Tabel 2).

Tabel 1. Karakterisasi FTIR

Gugus fungsi	Bilangan gelombang (cm^{-1})			
	NS1	NS2	NS3	Jerami padi (Sopiah <i>et al.</i> , 2015)
-OH	3415,56	3438,84	3409,22	3317,79
C-H	2918,22	2918,22	2918,87	2895,27
O-H	1620,61	1636,75	1636,69	-
CH_2	-	1465,10	1405,58	1470
C-O	1022,90	1111,45	1058,32	1041,60

Spektrum IR selulosa terdapat pada gugus fungsi utama O-H dengan daerah serapan 3400-3500 cm^{-1} , C-H dengan daerah serapan 2800-2900 cm^{-1} , C-O *stretching* dengan daerah serapan 1035-1060 cm^{-1} dan C-O glikosida dengan puncak 1111 cm^{-1} yang merupakan ciri khas dari senyawa ini. Kamal *et al* (2014)

mengatakan bahwa karakterisasi ikatan selulosa pada spektra serapan di bilangan gelombang 3400-3500 cm^{-1} merupakan *corresponding stretching* gugus O-H. Selain puncak-puncak tersebut, selulosa pada daerah fingerprint dapat memberikan puncak di sekitar 1300 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya C-H *bending* dan di sekitar 1400 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya CH₂ *bending* (Marchessault dan Sundararajan, 1983).

Hasil karakterisasi pada spektrum FTIR pada lampiran 12, Pita luas serapan selulosa pada 3500-3250 cm^{-1} mengindikasikan bahwa terdapatnya vibrasi stretching -OH dari α -selulosa. Pita serapan dari 2920-2918 cm^{-1} menunjukkan bahwa terdapatnya C-H alifatis yang menguatkan kehadiran α -selulosa. Pita serapan sekitar 2849 cm^{-1} adalah karena adanya CH₂ *stretching*. Pita serapan pada 1637-1621 cm^{-1} adalah karena adanya interaksi yang kuat antara selulosa dan air. Pita serapan dari 1465-1405 cm^{-1} adalah karena adanya CH₂ *bending*. Pada pita serapan dari 1111-1022 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-O yaitu gugus ikatan glikosidik.

Pada Lampiran 12 memperlihatkan adanya perbedaan antara spektra IR NS1, NS2 dan NS3. Pada spektra IR NS1 dan NS2 terdapat gugus CH₂ pada Panjang gelombang sekitar dan 1400 cm^{-1} yang merupakan gugus pada selulosa sedangkan pada NS1 tidak terbentuk. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh adanya pengotor/zat-zat lain yang masih ada pada sampel NS1 yang menyebabkan proses hidrolisis tidak berjalan sempurna sehingga pada hasil FTIR sampel NS1 tidak menunjukkan karakter selulosa. Dari penjelasan tersebut terlihat bahwa variasi penambahan asam berpengaruh terhadap struktur selulosa yang dihasilkan. C-O glikosida dengan puncak 1111 cm^{-1} yang merupakan ciri khas dari selulosa dan yang mempunyai

Panjang gelombang ini hanya sampel NS2, sehingga dapat dikatakan sampel dengan kriteria sebagai selulosa murni terdapat pada sampel NS2.

Hasil karakterisasi FTIR pada jerami padi sebelum dan sesudah ditambahkan asam sulfat mempunyai persamaan pada pita serapan yang dihasilkan yaitu munculnya serapan lebar pada bilangan gelombang sekitar 3300 cm^{-1} ($-\text{OH}$), serapan pada sekitar bilangan gelombang 2900 cm^{-1} (C-H), serapan pada bilangan gelombang sekitar 1400 cm^{-1} ($-\text{CH}_2$), dan pada bilangan gelombang sekitar 1050 cm^{-1} (C-O). Adapun yang membedakan dari spektrum FTIR jerami padi sebelum dan sesudah ditambahkan asam sulfat adalah pada jerami padi yang belum ditambahkan asam sulfat pada bilangan gelombang sekitar 1600 cm^{-1} tidak muncul serapan pita pada daerah tersebut, sedangkan setelah ditambahkan asam sulfat pada spektrum muncul pita serapan pada bilangan gelombang sekitar 1600 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan gugus fungsi O-H, dimana gugus ini merupakan interaksi yang kuat antara selulosa dan air. Selain perbedaan ini juga terdapat perbedaan pada gugus O-H dispektrum jerami padi sebelum dan sesudah diberi asam sulfat mengalami pergeseran puncak dari bilangan gelombang sekitar 3300 cm^{-1} ke bilangan gelombang sekitar 3400 cm^{-1} , ini menunjukkan bahwa struktur kimia jerami padi telah beralih ke struktur selulosa murni dengan kandungan O-H murni tanpa kandungan O-H dari lignin dan hemiselulosa (Saputri & Sukmawan, 2020)

Selanjutnya karakterisasi menggunakan alat XRD bertujuan untuk menentukan kisi kristal yang terbentuk dan derajat kristalnya serta melihat pengaruh variasi asam terhadap derajat kristal yang dihasilkan dari serbuk nanoselulosa. Pada lampiran 13 terlihat perbedaan dari pola difraksi puncak-puncak yang terbentuk.

Berdasarkan hasil perhitungan derajat kristalinitas yang didapat dari masing-masing sampel yaitu NS1=67,97 %, NS2= 68,97 dan NS3=18,82. Hasil ini berhubungan dengan jumlah air/pelarut yang terjebak dalam kisi struktur kristal dari sampel. Semakin kering sampel maka semakin tinggi kristalinitasnya. Keberadaan selulosa diidentifikasi pada hasil difraktogram umumnya ditandai dengan keberadaan selulosa tipe I dengan melihat intensitas puncak difraksi pada 2θ sekitar 22° - 23° , sedangkan bagian amorf dari selulosa tipe I pada intensitas puncak difraksi terendah sekitar 18° . Dari ketiga sampel yang mempunyai intensitas puncak difraksi tersebut adalah NS2 (lampiran 13, tabel 3).

Kemudian karakterisasi menggunakan alat PSA bertujuan untuk menentukan distribusi ukuran partikel dan ukuran rata-rata partikel dari masing-masing serbuk nanoselulosa dan melihat apakah variasi penambahan berpengaruh terhadap distribusi ukuran partikel dan ukuran rata-rata partikel nanoselulosa. Hasil Analisa distribusi ukuran masing-masing partikel nanoselulosa (lampiran 14) menunjukkan bahwa masing-masing nanoselulosa dari jerami mempunyai ukuran distribusi partikel masing-masing sampel yaitu NS1= 108-187 nm, NS2= 43-52 nm, NS3= 52-75 nm dan untuk ukuran rata-rata partikelnya dari masing-masing sampel yaitu NS1= 129 nm, NS2= 43 nm, dan NS3= 63 nm. Sehingga dalam hal ini variasi penambahan asam tidak berpengaruh terhadap distribusi maupun ukuran partikel nanoselulosa yang dihasilkan. Menurut Zhang *et al* (2017) suatu material dapat dikatakan nanopartikel bila ukuran partikelnya dibawah 100 nm, maka dalam hal ini yang termasuk nanopartikel adalah sampel NS2 dan sampel NS3.

Pengukuran particle size analysis (PSA) yang baik jika memiliki PDI (Poly Dispersity index) sekita 0,3 - 0,4, namun pada hasil penelitian ini pada indeks yang

didapat pada kisaran 0,2-1,7. PDI menunjukkan keseragaman ukuran partikel saat pengukuran dengan nilai 0,1 – 1. Semakin tinggi nilai pada indeks yang didapat saat pengukuran maka semakin tidak seragam ukuran partikel sampel tersebut (Suryawan, 2017). Pada penelitian ini sampel memang masih belum homogen karena masih akan mengendap jika dibiarkan.

Dari data hasil Spektrum FTIR dan XRD terlihat bahwa variasi volume penambahan asam pada pembuatan nanoselulosa menyebabkan perbedaan terhadap rendemen dan karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan. Variasi penambahan asam yang optimum pada penelitian ini adalah 20 ml/gr dilihat dari hasil FTIR dan XRD yang didapatkan.

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan :

1. Variasi volume penambahan asam menyebabkan perbedaan rendemen nanoselulosa yang dihasilkan
2. Variasi volume penambahan asam menyebabkan perbedaan karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan.

5.2 Saran

Disarankan untuk melakukan optimasi pembuatan nanoselulosa dengan menggunakan asam sulfat.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 2002. *British Pharmacopoeia Volume I*. London: The Stationery Office.
- Arjuna, A., Natsir, S., Khumaerah, A.A., & Yulianty, R. (2018). Modifikasi Limbah Kubis Menjadi Nanokristalin Selulosa Melalui Metode Hidrolisis Asam. *Jurnal Farmasi Galenika (Galenika Journal of Pharmacy) (e-Journal)*, 4(2), 119-125.
- ASRA, R., Rusdi, R., & Nofrianti, R. 2020. Physicochemical Study of Mangosteen (*Garcinia mangostana* L.) peel Extract as Coloring Agent in Tablet Formulation. *Journal of Pharmaceutical And Sciences*, 3(1), 22-32.
- Azo, 2018. <http://www.Azom.com>. Material science.
- Badan Pusat Statistik. 2015. <http://www.bps.go.id/>
- Borjesson, M., dan Westman, G. 2015. *Crystalline Nanocellulose Preparation, Modification, and Properties*. Rijeki: Intech.
- Bunaciu, A.A, Elena G., Aboul-Enein H Y., 2015. *Diffraction Instrumentation And Application*. Critical Review in Analytical Chemistry., 45(4), 289-299.
- Evandani N. 2012. Sintesis nanoselulosa dari tongkol jagung dengan perlakuan hidrolisis kimia dan homogenasi. [skripsi]. Bogor (ID): Institut Pertanian Bogor.
- Fernanda I. Ditzel, Eduardo Prestes, Benjamim M. Carvalho, Ivo M. Demiate, Luís A. Pinheiro. 2017. *Nanocrystalline cellulose extracted from pine wood and corncob*. State University of Ponta Grossa, Av. General Carlos Cavalcanti, 4748, 84030-900 Ponta Grossa, PR, Brazil.
- George, J., dan Sabapathi, S. 2015. *Cellulose Nanocrystalline : Syntesis, Functional, Properties And Application*. Karnataka: Dove Press.
- Harmsen, P. F. H., W. J. J. Huijgen., L. M. B. Lopez., and R. R. C. Bakker. 2010. *Literature Review of Physical and Cemical Pretreatment Processes For Lignocellulosic Biomass*. Food & Biodased Research. 10. 013.
- Hatton, E. Malmström, A. Carlmark, *Tailor-made copolymers for the adsorption to cellulosic surfaces*, Eur. Polim. J. 65 (2015) 325–339.
- Henry Julianto, Moh. Farid, Amaliya Rasyida. 2017. Ekstraksi Nanoselulosa dengan Metode Hidrolisis Asam sebagai Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Skripsi*. Departemen Teknik Material dan Metalurgi. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS).
- Herpendi, Rianto. 2017. *Proses Pemurnian Selulosa Pelepah Sawit Sebagai Bahan Baku Nitroselulosa dengan Variasi pH dan Konsentrasi H₂O₂*. Laboratorium Dasar Teknik, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Riau.

- Jackson, J. K., Letchford, K., Wasserman, B. Z., Ye, L., Hamad, W. Y., Burt, H. M., *The Use of Nanocrystalline Cellulose for The Binding and Controlled Release of Drugs*, International Journal of Nanomedicine, (Volume 6, 2011), 321.
- Kamal, A. H., F. M., Abd-Elrahim B., Lotfy S. 2014. *Characterization and Some Properties Of Cellulose Acetate-Co-Polyethylene Oxide Blends prepared by the use of gamma irradiation*. Journal of Radiation Research and Applied Sciences. 7, 146-153.
- Lee HV, Hamid SBA, dan Zain SK. *Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process*. The Scientific World Journal. 2014;2014:1-21.
- Li, F., Mascheroni, E., And Piergiovanni, L. 2015. *The Potential Of Nanocellulose In The Packaging Field: A Review: Nanocellulose In Packaging*. Packaging Technology And Science. 28(6): 475–508.
- Liu, C., Li, B., Du, H., Lv, D., Zhang, Y., Yu, G., Peng, H. 2016. *Properties Of Nanocellulose Isolated From Corncob Residue Using Sulfuric Acid, Formic Acid, Oxidative And Mechanical Methods*. Carbohydrate Polymers. 151: 716–724.
- Marchessault, R. H., P. R. Sundarajan. (1983). *Cellulose in* : Aspinal, G. O. (editor) the polysaccharide. London : Academic Press, Inc.
- M. Jorfi, Foster E. Johan. *Recent advances in nanocellulose for biomedical applications*. J. Appl. Polym. Sci. 132 (2015) 1–19.
- Molaverdi M, Karimi K, Mirmohamadsadeghi S. *Improvement of dry simultaneous saccharification and fermentation of rice straw to high concentration ethanol by sodium carbonate pretreatment*. Energy 2019;167:654-60.
- Nisak, Aniqotun. 2018. *Optimasi Konsentrasi Nanokristalin Selulosa dari Ampas Tebu (Sugarcane officinarum) sebagai Bahan Alternatif Pembuatan Kapsul Bebas Gelatin*. Skripsi. Jurusan Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Islam Negeri Malik Ibrahim. Malang.
- Nosya, Muhammad Andri. 2016. *Pembuatan Mikrokristal Selulosa Dari Tandan Kosong Kelapa Sawit*. Skripsi. Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung Bandar Lampung.
- Nuringtyas, T.R. 2010 . *Karbohidrat*. Gajah Mada University. Yogyakarta.
- Nur Rahman, Tamrin, Muh. Zakir Muzakkar. 2016. *Sintesis dan Karakterisasi CMC (Carboxymethyl Cellulose) yang Dihasilkan dari Selulosa Jerami Padi*. Sains dan Teknologi Pangan Vol. 1, No. 3, P. 222-231.

- Octaviana, Margiana. 2016. Optimasi Preparasi Mikrokrystalin Selulosa dari Sekam Padi Menggunakan H₂O₂ dan NaOCl Untuk Sintesis CMC (Carboxymethyl Cellulose). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
- Okditanisa, Rindu. 2019. Pembuatan Selulosa Mikrokrystal dari Limbah Jerami Padi dan Pemanfaatannya dalam Pembuatan Tablet Glibenklamid Lepas Lambat (Sustained Release). *Skripsi*. Sarjana Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Andalas. Padang.
- Perumal, Anand Babu, Periyar Selvam Sellamuthua, Reshma B Nambiar , Emmanuel Rotimi Sadikub. 2018. *Development of polyvinyl alcohol/chitosan bio-nanocomposite films reinforced with cellulose nanocrystal isolated from rice straw*.
- Phanthong, P. Reubroycharoen, X. Hao, G. Xu, G. Abudula, G. Guan, *Nanocellulose: extraction and application*, Carbon Resour. Convers. (1) (2018) 32–44. pukul 21.30 WIB.
- Rahmayanti, Dita. 2016. Karakteristik Sifat Termal (Dta-Tga) dan Konduktivitas Termal Keramik Cordierite Berbasis Silika Sekam Padi dengan Penambahan Alumina (0,20, 25, Dan 31 WT%). *Skripsi*. Jurusan Fisika. Fakultas Fisika. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- Rojas, J. O. .2016. *Cellulose Chemistry and Properties : Fibers , Nanocelluloses and Advanced Materials, Advances in Polymer Science 271*. doi: 10.1007/978-3-319-26015-0.
- Rosenau, Thomas, antje potthast, Johannes hell. 2019. *Celluloce science and technology chemistry, analysis, and applications*.
- Saini JK, Saini R, Tewari L. *Lignocellulosic agriculture wastes as biomass feedstocks for second-generation bioethanol production: concepts and recent developments*. 3 Biotech 2015;5:337-53.
- Saputri, L.H., & Sukmawan R. (2020). Pengaruh proses blending dan ultrasonikasi terhadap struktur morfologi ekstrak serat limbah batang kelapa sawit untuk bahan baku bioplastic (selulosa asetat). *Rekayasa*, 13(1), 15-21. <http://doi.org/10.21107/rekayasa.v13i1.6180>.
- Sharmaa, Amita Manisha Thakura, Munna Bhattacharyaa, Tamal Mandalb, Saswata Goswamia. 2018. *Commercial application of cellulose nano-composites – A review*.
- Sopiah, Nida., Ummu Hanifah., Nurhasni. 2015. *Pengaruh Penambahan Asam pada Jerami Padi dalam Meningkatkan Kapasitas Sorpsi Oil Sorbent*. Ecolab Vol. 9 No. 2 Juli 2015 : 47 – 104.

- Sumiati, M., Wahyuni, D., & Bara, M. (2016). *Analisis Hubungan Konsentrasi Asam saat Hidrolisis, Derajat Kristalinitas dan Sifat Mekanis Selulosa Kristalin dari Serbuk Gergaji Kayu*. IV(02), 64–68.
- Suryawan, Nyoman Budi. 2017. Isolasi Selulosa Nanokristal (SNK) Dari Tandan Kosong Kelapa Sawit Dengan Hidrolisis Asam Sulfat. *Skripsi*. Departemen Teknologi Industri Pertanian. Fakultas Teknologi Pertanian. Institute Pertanian Bogor. Bogor.
- T. Abitbol, A. Rivkin, Y. Cao, Y. Nevo, E. Abraham, T. Ben-Shalom, S. Lapidot, O. Shoseyov. *Nanocellulose a tiny fiber with huge applications*, Curr. Opin. Biotechnol. 39 (2016) 76–88.
- Triapriani, Yepi. 2016. Pembuatan Nanoselulosa dari Tandan Kosong Sawit dengan Metode Hidrolisis Asam. *Skripsi*. Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- United States Department of Agriculture. 2016.
<https://plants.sc.egov.usda.gov/core/profile?symbol=ORSA>
- Utami, Farida. 2018. Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam Pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Jember.
- Wertz, Jean-luc, magali deleu, severine coppee, aurore richel. 2018. *hemicellulose and lignin in biorefineries*.
- Xie, H. Du, X. Yang, C. Si. 2018. *Recent Strategies in Preparation of ellulose anocrystals and Cellulose Nanofibrils Derived from Raw Cellulose Materials*.
- Zhang, Huili., Baeyens, Jan., and Leang, Qian. 2017. *Measuring Suspended Particle Size with High Accuracy*. International Journal of Petrochemical Science and Engineering. 2(6). 201-206.
- Zhang, Y., Zhao, Q., Wang, H., Jiang, X., dan Cha, R. 2017. *Preparation of green and gelatin-free nanocrystalline cellulose capsules*. Carbohydrate Polymers, 164, 358-363.

Lampiran 1. Jerami Padi Dan Serbuk Jerami Padi




Gambar 9. Jerami Padi



Gambar 10. Serbuk Jerami Padi

Lampiran 2. Surat Identifikasi Tumbuhan Padi (*Oryza sativa L*)

 **HERBARIUM UNIVERSITAS ANDALAS (ANDA)**
Jurusan Biologi FMIPA Universitas Andalas Kampus Limau Manih Padang Sumbar
Indonesia 25163 Telp. +62-751-777427 ext. *811 e-mail: nas_herb@yahoo.com;
herbariumandaunand@gmail.com

Nomor : 483/K-ID/ANDA/XII/2019
Lampiran : -
Perihal : Hasil Identifikasi

Kepada yth,
Wahyu Suci Wulandari
Di
Tempat


Dengan hormat,
Sehubungan dengan surat mengenai bantuan untuk "Identifikasi Tumbuhan" di Herbarium Universitas Andalas Jurusan Biologi FMIPA Universitas Andalas, kami telah membantu mengidentifikasi tumbuhan yang dibawa, atas nama:


Nama : Wahyu Suci Wulandari
No. BP : 1604117
Instansi : STIFI YP PADANG

Berikut ini diberikan hasil identifikasi yang dikeluarkan dari Herbarium Universitas Andalas.

No	Family	Spesies
1.	Poaceae	<i>Oryza sativa L.</i>

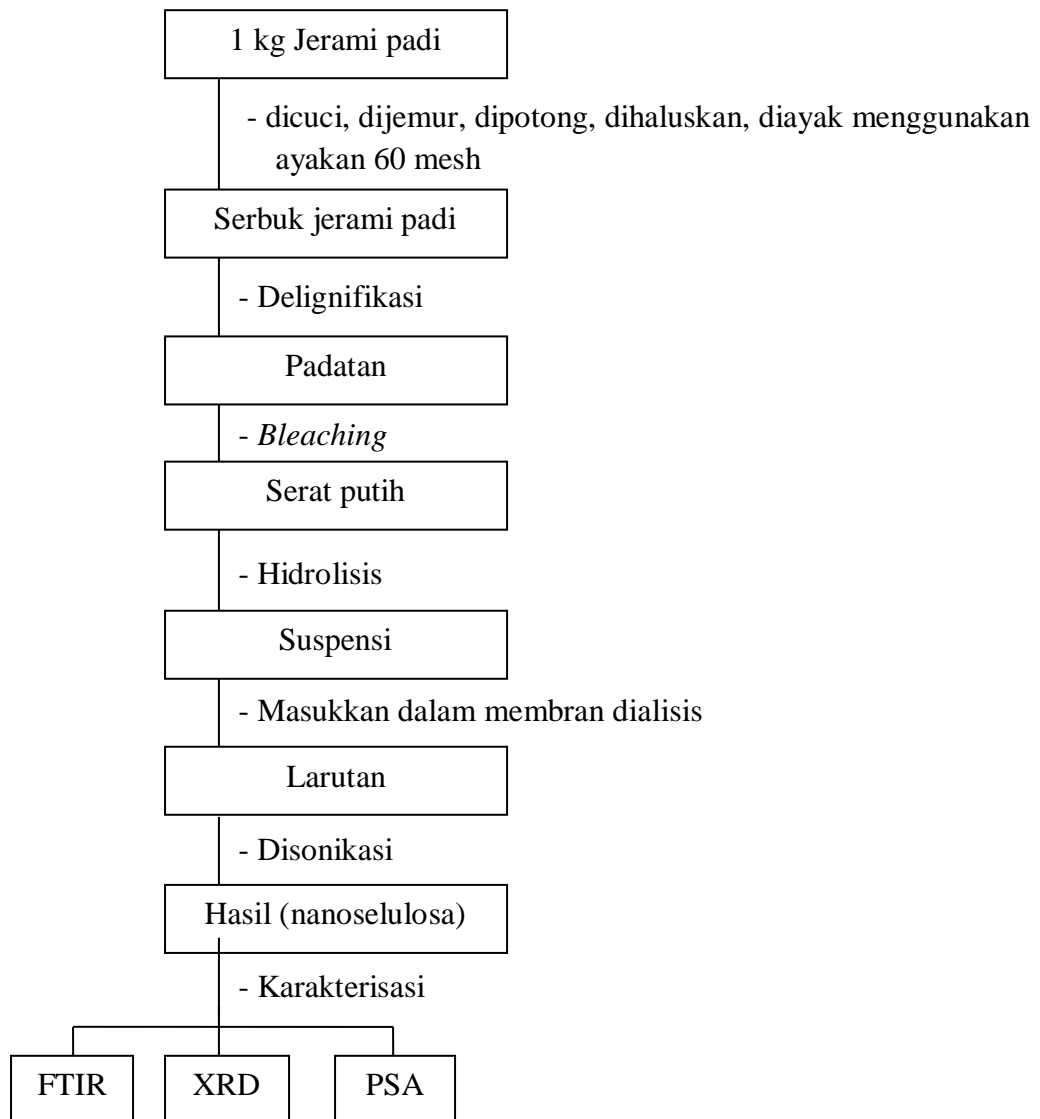
Demikian surat ini dibuat untuk dapat digunakan seperlunya.

Padang, 09 Desember 2019
Kepala

Dr. Nurainas
NIP. 196908141995122001



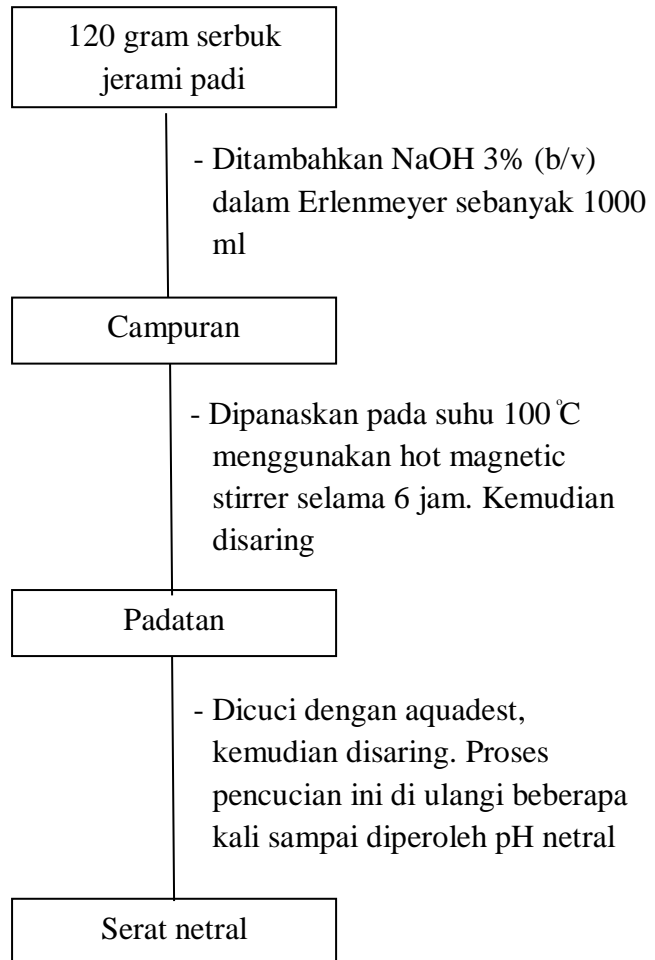
Gambar 11. Surat Identifikasi Tumbuhan Padi (*Oryza sativa L*)

Lampiran 3. Prosedur Kerja



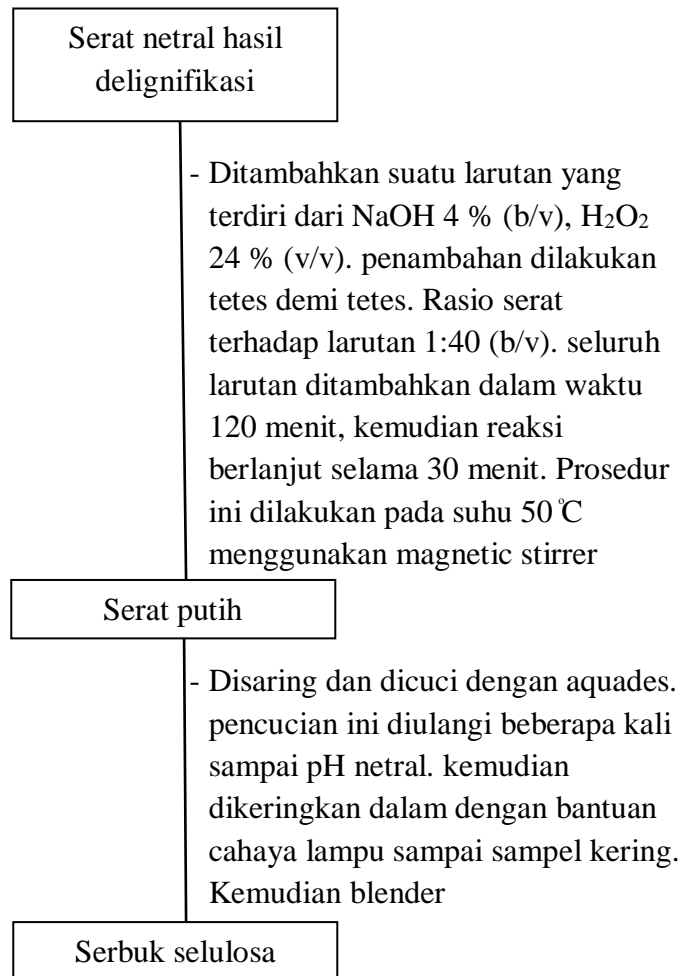
Gambar 12. Skema Alir Penelitian

Lampiran 4. Prosedur Kerja



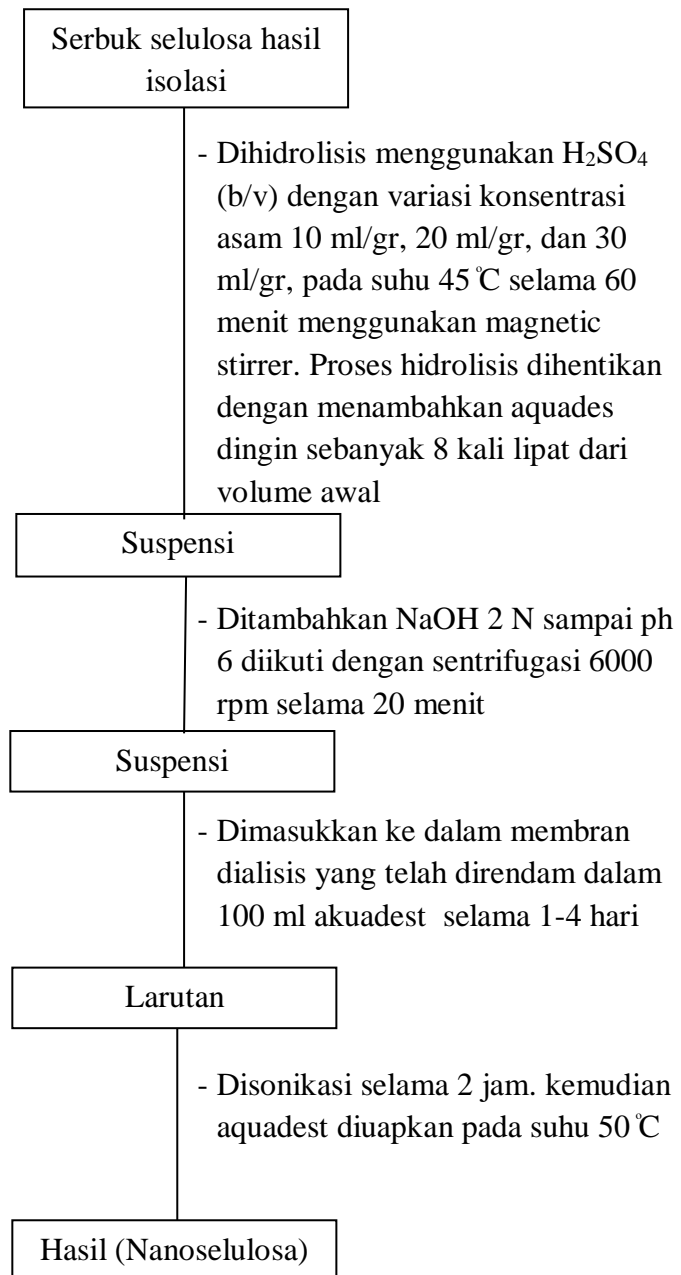
Gambar 13. Skema Kerja Delignifikasi

Lampiran 5. Prosedur Kerja



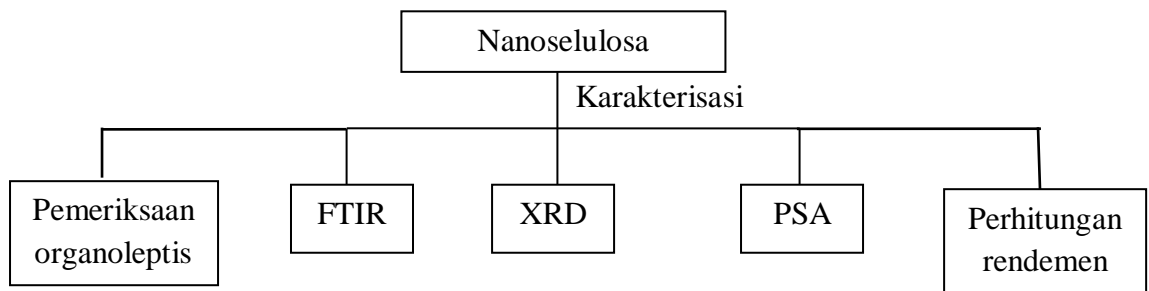
Gambar 14. Skema Kerja *Bleaching*

Lampiran 6. Prosedur Kerja



Gambar 15. Skema Kerja Pembuatan Nanoselulosa

Lampiran 7. Prosedur Kerja



Gambar 16. Skema Kerja Karakterisasi Nanoselulosa

Lampiran 8. Pembuatan Larutan

1. Larutan NaOH 3% (b/v)

Larutan dibuat dari perbandingan massa zat terlarut dengan larutan

Volume larutan yang dibutuhkan = 3000 ml

$$3\% = \frac{m}{3000 \text{ ml}}$$

$$\frac{3 \text{ gram}}{100 \text{ ml}} = \frac{m}{3000 \text{ ml}}$$

$$m = \frac{3 \text{ gram} \times 3000 \text{ ml}}{100 \text{ ml}}$$

$$m = 90 \text{ gram}$$

Massa NaOH yang dibutuhkan adalah 90 gram dalam 3000 ml larutan NaOH

2. Larutan NaOH 4% (b/v)

Larutan dibuat dari perbandingan massa zat terlarut dengan larutan

Volume larutan yang dibutuhkan = 800 ml

$$4\% = \frac{m}{800 \text{ ml}}$$

$$\frac{4 \text{ gram}}{100 \text{ ml}} = \frac{m}{800 \text{ ml}}$$

$$m = \frac{4 \text{ gram} \times 800 \text{ ml}}{100 \text{ ml}}$$

$$m = 32 \text{ gram}$$

Massa NaOH yang dibutuhkan adalah 32 gram dalam 800 ml larutan NaOH

3. Larutan H₂O₂ 24 % (v/v)

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$30\% \times V_1 = 24\% \times 800 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{24\% \times 800 \text{ ml}}{30\%}$$

$$V_1 = 640 \text{ ml}$$

Volume H₂O₂ 30 % yang dibutuhkan untuk membuat larutan H₂O₂ 24 % adalah 640 ml

Lampiran 8. (lanjutan)

4. Larutan H₂SO₄ 64 % (v/v)

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$98 \% \times V_1 = 64 \% \times 300 \text{ ml}$$

$$V_1 = \frac{64 \% \times 300 \text{ ml}}{98 \%}$$

$$V_1 = 196 \text{ ml}$$

Volume H₂SO₄ 98 % yang dibutuhkan untuk membuat larutan H₂SO₄ 64 % adalah 196 ml

5. Larutan NaOH 2 N (b/v)

Volume larutan yang dibutuhkan = 0,3 L

$$N = \frac{\text{gram}}{\text{bobot molekul}} \times \frac{1000 \text{ ml}}{v}$$

$$2 = \frac{\text{gram}}{40} \times \frac{1000 \text{ ml}}{300 \text{ ml}}$$

$$= \frac{24000}{1000}$$

$$= 24 \text{ gram}$$

Massa NaOH yang dibutuhkan untuk membuat NaOH 2 N adalah 24 gram

Lampiran 9. Hasil Isolasi Selulosa



Gambar 17. Hasil Delignifikasi



Gambar 18. Hasil Bleaching

Lampiran 10. Nanoselulosa



Gambar 19. Nanoselulosa

Keterangan :

- I (NS1) = nanoselulosa yang dihasilkan dari penambahan asam sulfat sebanyak 10 ml/ gr selulosa
- II (NS2) = nanoselulosa yang dihasilkan dari penambahan asam sulfat sebanyak 20 ml/ gr selulosa
- III (NS3) = nanoselulosa yang dihasilkan dari penambahan asam sulfat sebanyak 30 ml/ gr selulosa

Lampiran 11. Perhitungan Rendemen

1. Hasil Isolasi Selulosa

$$\begin{aligned}\text{Rendemen} &= \frac{\text{berat sampel hasil isolasi selulosa}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \\ &= \frac{14,84 \text{ gram}}{120 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 12,36 \%\end{aligned}$$

2. Hasil Pembuatan Nanoselulosa

Perhitungan rendemen

1. NS1

$$\begin{aligned}\text{Rendemen} &= \frac{\text{berat serbuk nanoselulosa yang dihasilkan}}{\text{berat sampel hasil isolasi selulosa}} \times 100\% \\ &= \frac{0,407 \text{ gram}}{4,946 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 8,22 \%\end{aligned}$$

2. NS2

$$\begin{aligned}\text{Rendemen} &= \frac{\text{berat serbuk nanoselulosa yang dihasilkan}}{\text{berat sampel hasil isolasi selulosa}} \times 100\% \\ &= \frac{0,019 \text{ gram}}{4,946 \text{ gram}} \times 100 \% \\ &= 0,38 \%\end{aligned}$$

3. NS3

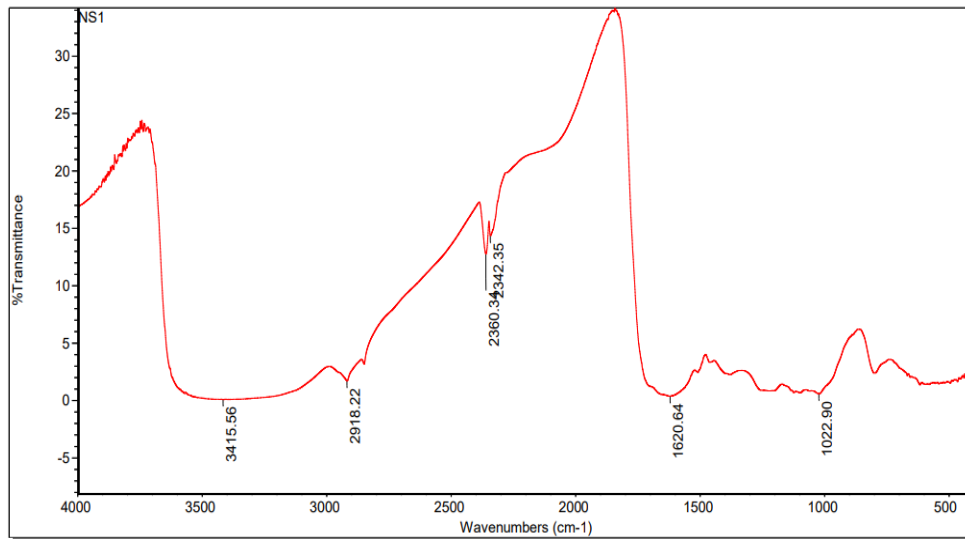
$$\begin{aligned}\text{Rendemen} &= \frac{\text{berat serbuk nanoselulosa yang dihasilkan}}{\text{berat sampel hasil isolasi selulosa}} \times 100\% \\ &= \frac{0,016 \text{ gram}}{4,946 \text{ gram}} \times 100\% \\ &= 0,32 \%\end{aligned}$$

Lampiran 11. (lanjutan)

Tabel 2. Hasil Perhitungan Rendemen

Penambahan asam (ml/gr)	Berat serbuk hasil isolasi selulosa (gr)	Berat serbuk nanoselulosa (gr)	Hasil rendemen (%)
10 (NS1)	4,946	0,407	8,22
20 (NS2)	4,946	0,019	0,38
30 (NS3)	4,946	0,016	0,32

Lampiran 12. Hasil Karakterisasi FTIR

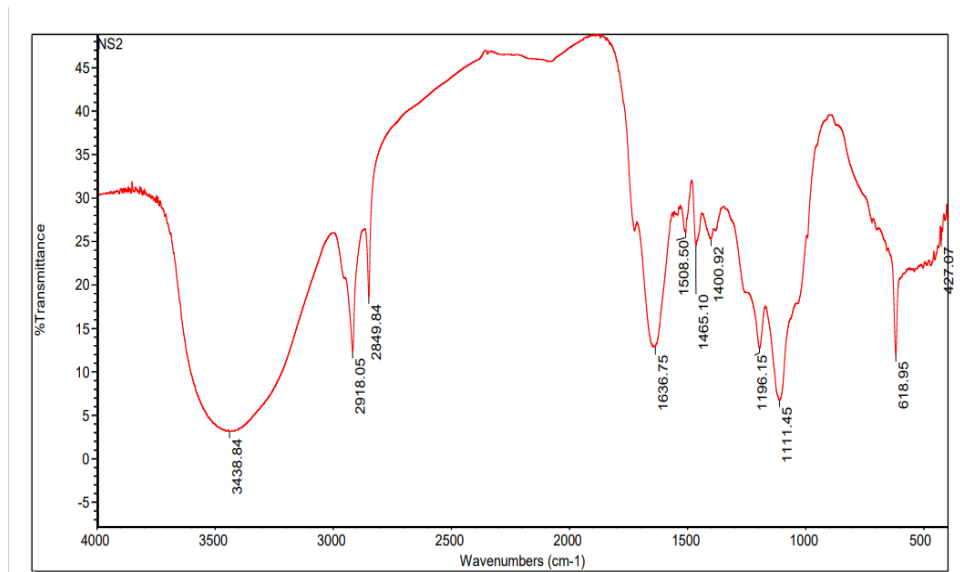


Gambar 20. Spektrum FTIR NS1

Keterangan :

- Bilangan gelombang 3415,56 cm⁻¹ = gugus fungsi -OH
- Bilangan gelombang 2918,22 cm⁻¹ = gugus fungsi C-H
- Bilangan gelombang 1620,61 cm⁻¹ = gugus fungsi O-H
- Bilangan gelombang 1022,90 cm⁻¹ = gugus fungsi C-O

Lampiran 12. (lanjutan)

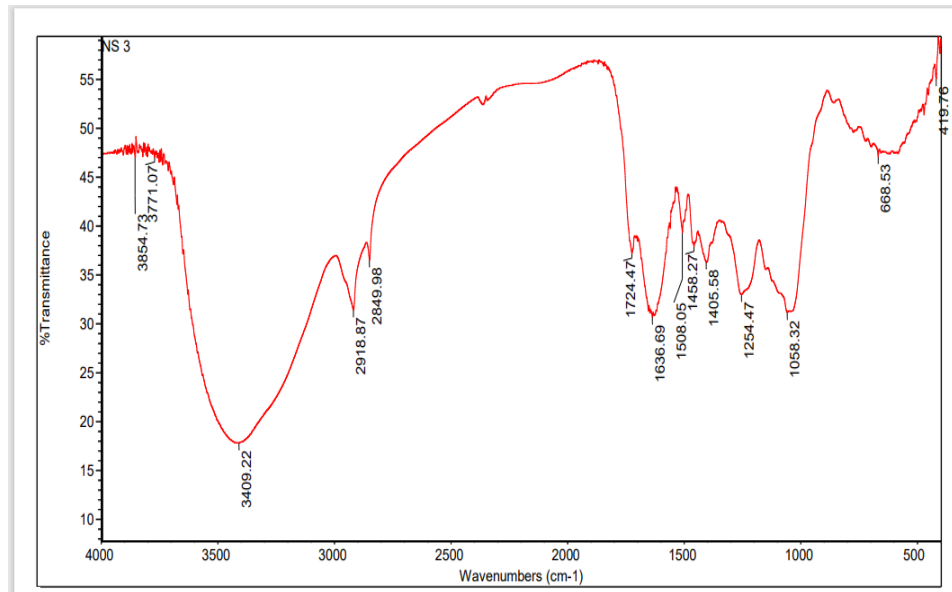


Gambar 21. Spektrum FTIR NS2

Keterangan :

- Bilangan gelombang 3438,84 cm⁻¹ = gugus fungsi -OH
- Bilangan gelombang 2918,22 cm⁻¹ = gugus fungsi C-H
- Bilangan gelombang 1636,75 cm⁻¹ = gugus fungsi O-H
- Bilangan gelombang 1465,10 cm⁻¹ = gugus fungsi CH₂
- Bilangan gelombang 1111,45 cm⁻¹ = gugus fungsi C-O

Lampiran 12. (lanjutan)

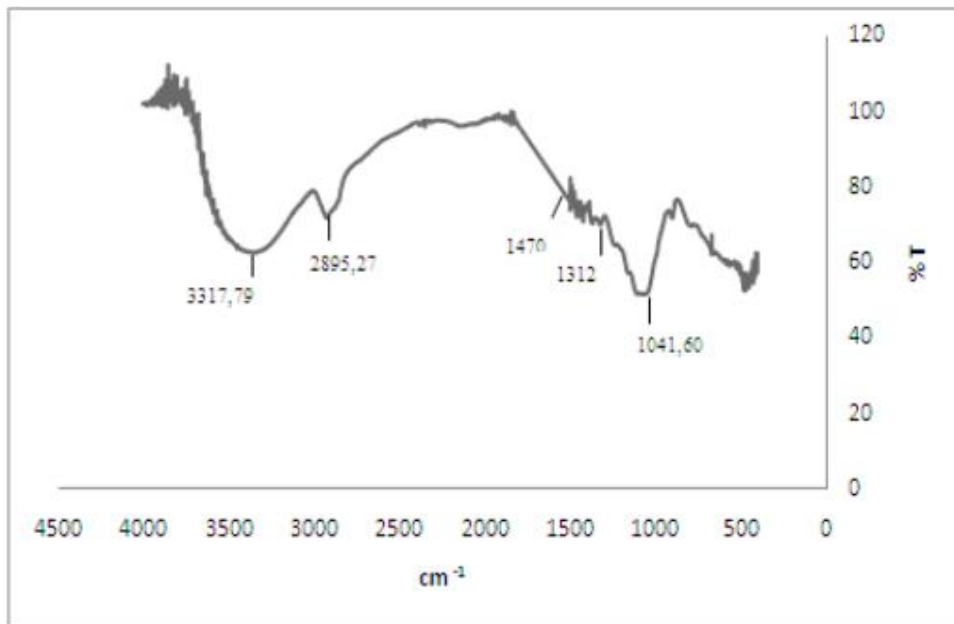


Gambar 22. Spektrum FTIR NS3

Keterangan :

- Bilangan gelombang 3409,22 cm⁻¹ = gugus fungsi -OH
- Bilangan gelombang 2918,87 cm⁻¹ = gugus fungsi C-H
- Bilangan gelombang 1636,69 cm⁻¹ = gugus fungsi O-H
- Bilangan gelombang 1405,58 cm⁻¹ = gugus fungsi CH₂
- Bilangan gelombang 1058,32 cm⁻¹ = gugus fungsi C-O

Lampiran 12. (lanjutan)

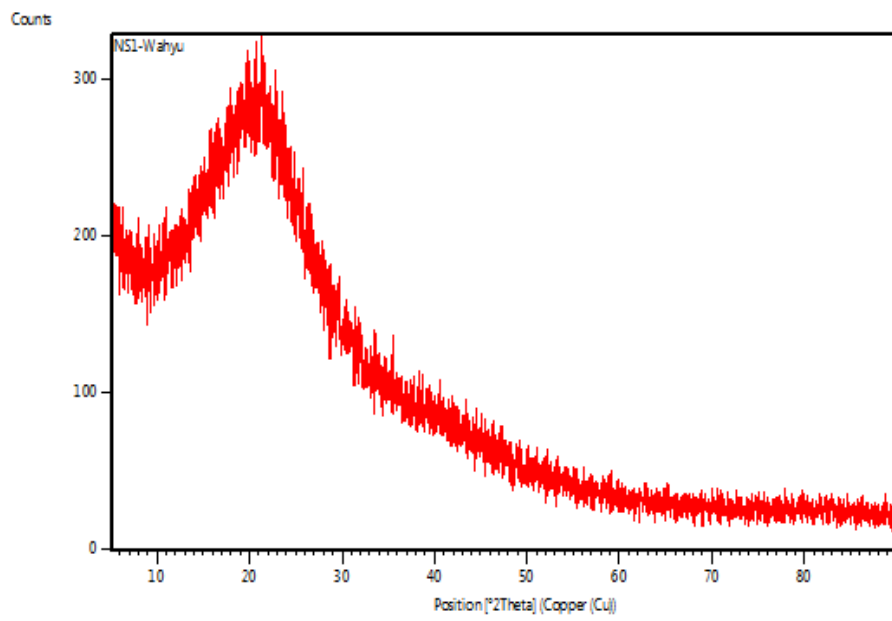


Gambar 23. Spektrum FTIR Jerami Padi (Sopiah *et al.*, 2015)

Keterangan :

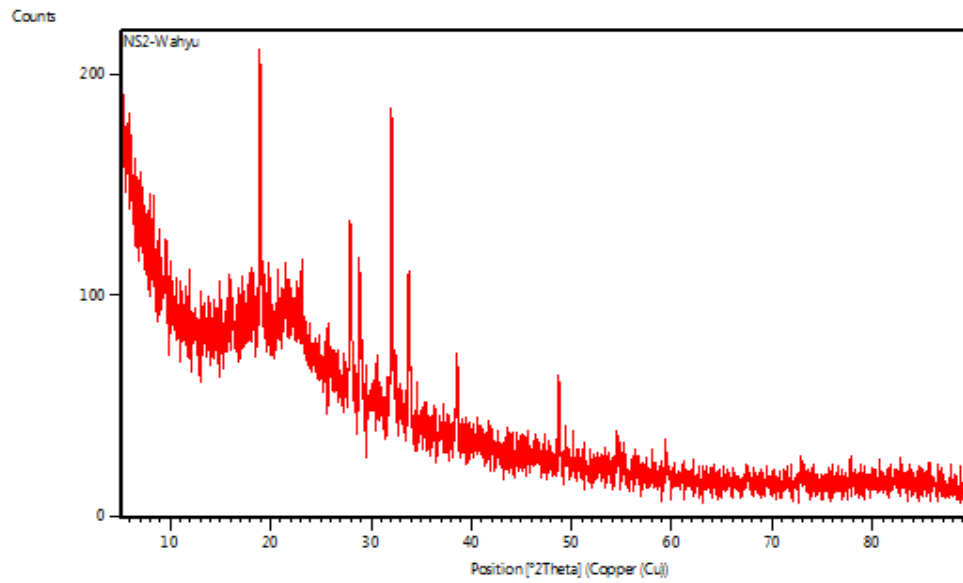
- Bilangan gelombang 3317,79 cm⁻¹ = gugus fungsi -OH
- Bilangan gelombang 2895,27 cm⁻¹ = gugus fungsi C-H
- Bilangan gelombang 1470 cm⁻¹ = gugus fungsi CH₂
- Bilangan gelombang 1041,60 cm⁻¹ = gugus fungsi C-O

Lampiran 13. Hasil Karakterisasi XRD



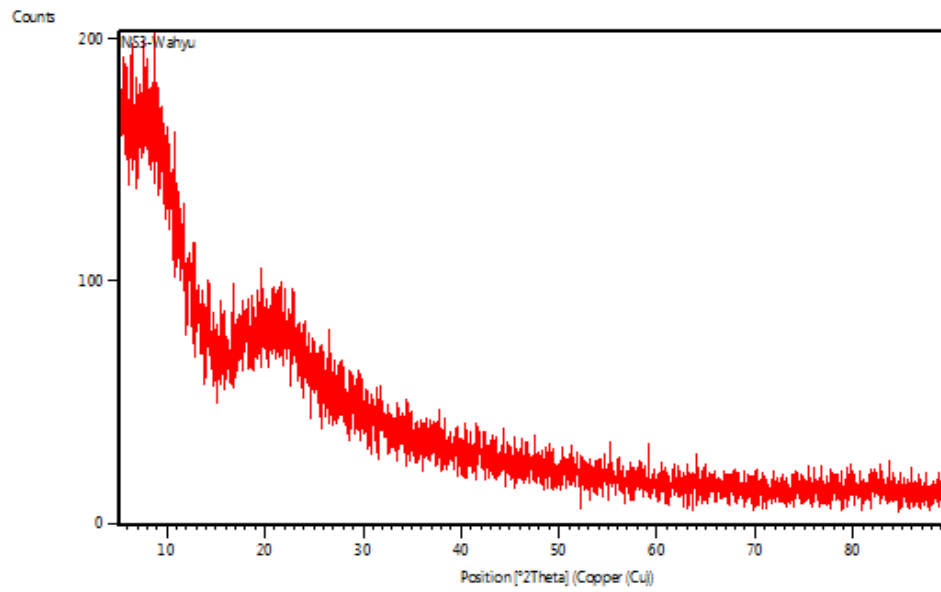
Gambar 24. Pola Difraksi Sinar X NS1

Lampiran 13. (lanjutan)



Gambar 25. Pola Difraksi Sinar X NS2

Lampiran 13. (lanjutan)



Gambar 26. Pola Difraksi Sinar X NS3

Tabel 3. Hasil Perhitungan Derajat Kristalinitas

Sampel	I _{max}		I _o		Derajat kristalinitas (%)
	2θ	Int.	2θ	Int.	
NS1	21,4°	100	17,9°	32,03	67,97
NS2	23,1°	26,64	19,0°	85,88	68,97
NS3	21,0°	81,18	18,1°	100	18,82

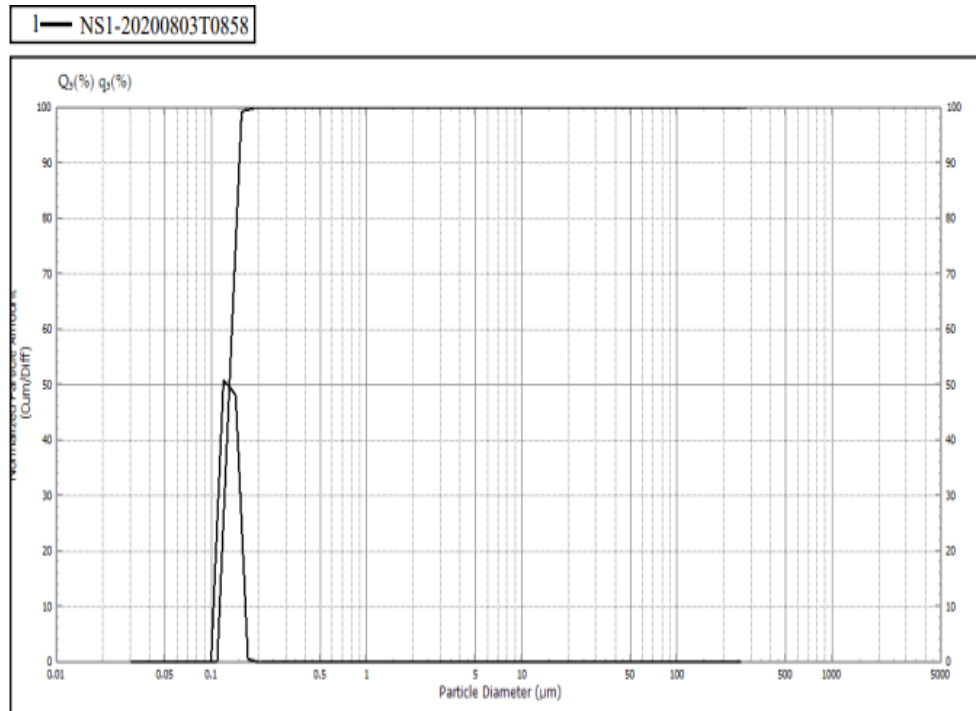
Perhitungan Derajat

$$\begin{aligned} 1. \text{ NS1} &= \frac{I_{max}-I_o}{I_{max}} \times 100\% \\ &= \frac{100-32,03}{100} \times 100\% \\ &= 67,97\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2. \text{ NS2} &= \frac{I_{max}-I_o}{I_{max}} \times 100\% \\ &= \frac{85,88-26,64}{85,88} \times 100\% \\ &= 68,97\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 3. \text{ NS3} &= \frac{I_{max}-I_o}{I_{max}} \times 100\% \\ &= \frac{100-81,18}{100} \times 100\% \\ &= 18,82\% \end{aligned}$$

Lampiran 14. Hasil Karakterisasi PSA

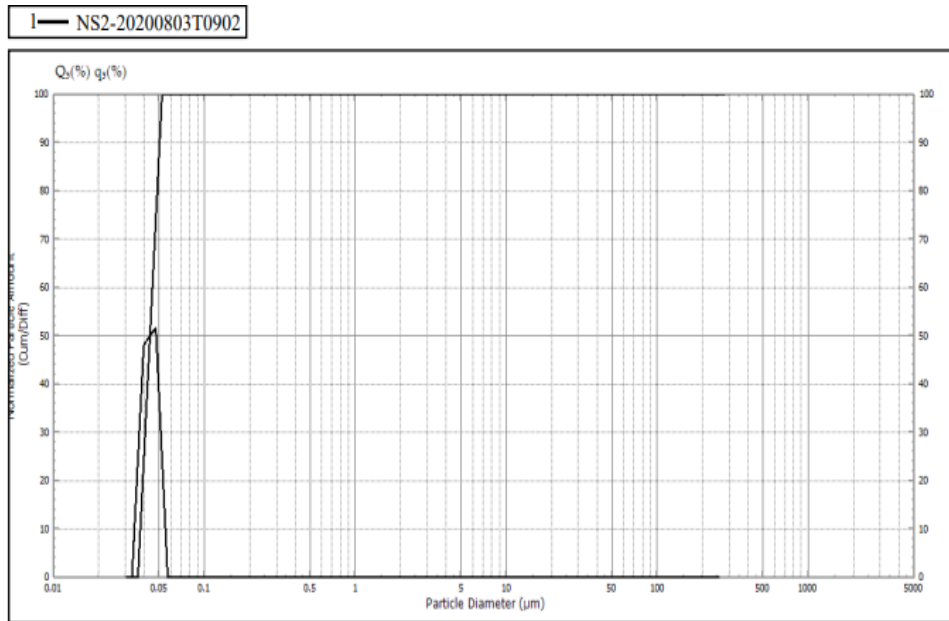


Gambar 27. Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel NS1

Keterangan :

- Ukuran nanoselulosa : 108-187 nm
- Ukuran rata-rata nanoselulosa : 129 nm

Lampiran 14. (lanjutan)

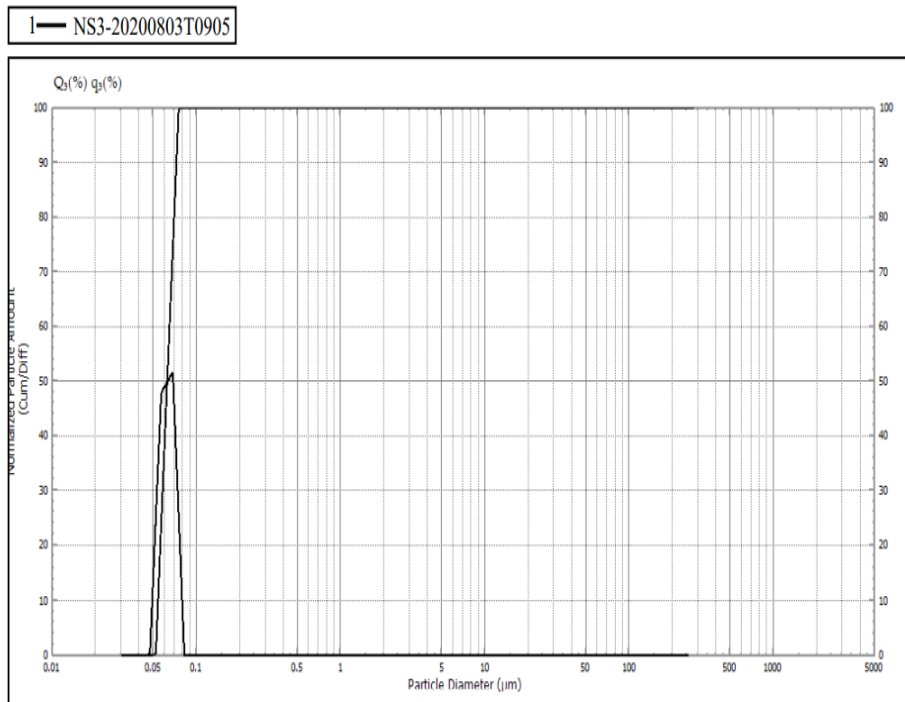


Gambar 28. Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel NS2

Keterangan :

- Ukuran nanoselulosa : 43-52 nm
- Ukuran rata-rata nanoselulosa : 43 nm

Lampiran 14. (lanjutan)



Gambar 29. Ukuran Dan Distribusi Ukuran Partikel NS3

Keterangan :

- Ukuran nanoselulosa : 52-75 nm
- Ukuran rata-rata nanoselulosa : 63 nm