

**SINTESIS NANOKRISTAL SELULOSA DARI BATANG UBI KAYU
(*Manihot esculenta* Crantz.) DALAM PEMBUATAN *FILLER* PLASTIK
*BIODEGRADABLE***

Khairunnisa¹, Melfa Aisyah Hutasuhut², Leni Widiarti³

Universitas Islam Negeri Sumatera Utara^{1,2,3}

khairunnisaa212321@gmail.com¹

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis nanokristal selulosa dari batang ubi kayu (*Manihot esculenta* Crantz.) serta mengevaluasi potensinya sebagai *filler* pada plastik *biodegradable*. Metode yang digunakan meliputi isolasi selulosa melalui proses alkalinasi dan *bleaching*, kemudian dilanjutkan dengan hidrolisis menggunakan asam sulfat (H₂SO₄) 10% pada suhu 45 °C selama 60 menit. Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR untuk analisis gugus fungsi, XRD untuk menentukan kristalinitas, dan TEM untuk mengetahui morfologi serta ukuran partikel. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nanokristal selulosa yang diperoleh memiliki rendemen sebesar 78,8%. Analisis FTIR menunjukkan gugus fungsi utama selulosa tetap terdeteksi, sedangkan analisis XRD menunjukkan indeks kristalinitas sebesar 60,73%. Hasil TEM menunjukkan ukuran partikel berada pada rentang 21,43–383,34 nm. Simpulan, nanokristal selulosa dari batang ubi kayu berpotensi digunakan sebagai *filler* pada plastik *biodegradable* karena memiliki ukuran nano dan struktur kristalin yang mendukung peningkatan sifat material ramah lingkungan.

Kata Kunci: Batang Ubi Kayu, Filler, Hidrolisis Asam, Nanokristal Selulosa

ABSTRACT

*This study aimed to synthesize cellulose nanocrystals from cassava stems (*Manihot esculenta* Crantz.) and evaluate their potential as a filler in biodegradable plastics. The method used includes cellulose isolation through alkalization and bleaching processes, followed by hydrolysis using 10% sulfuric acid (H₂SO₄) at 45 °C for 60 minutes. Characterization was carried out using FTIR to analyze functional groups, XRD to determine crystallinity, and TEM to observe morphology and particle size. The results showed that the obtained cellulose nanocrystals had a yield of 78.8%. FTIR analysis indicated that the main functional groups of cellulose were still detected, while XRD analysis showed a crystallinity index of 60.73%. TEM results revealed that the particle sizes ranged from 21.43–383.34 nm. In conclusion, cellulose nanocrystals from cassava stems have the potential to be used as a filler in biodegradable plastics due to their nanoscale size and crystalline structure, which can improve the properties of environmentally friendly materials.*

Keywords: *Acid Hydrolysis, Cassava Stem, Cellulose Nanocrystals, Filler*

PENDAHULUAN

Penggunaan plastik dalam kehidupan sehari-hari terus meningkat karena memiliki berbagai keunggulan, seperti ringan, fleksibel, kuat, dan mudah dibentuk. Sebagian besar plastik yang digunakan saat ini merupakan plastik sintetis berbasis minyak bumi yang bersifat *nondegradable* sehingga sulit terurai secara alami di lingkungan. Proses penguraian plastik tersebut dapat memerlukan waktu sekitar 300–500 tahun hingga terdekomposisi secara sempurna (Khodijah et al., 2023).

Penumpukan limbah plastik di tanah dapat mengganggu keseimbangan ekosistem karena plastik sulit diuraikan oleh mikroorganisme. Kondisi tersebut dapat menurunkan kandungan mineral tanah, mengurangi populasi fauna tanah, serta menghambat sirkulasi oksigen yang berdampak pada pertumbuhan tanaman (Bano et al., 2022). Oleh karena itu, diperlukan material alternatif yang lebih ramah lingkungan sebagai pengganti plastik sintetis konvensional.

Salah satu alternatif yang dapat dikembangkan adalah plastik *biodegradable*, yaitu plastik yang dapat terurai secara alami melalui aktivitas mikroorganisme dan menghasilkan senyawa yang tidak berbahaya bagi lingkungan. Plastik *biodegradable* umumnya dibuat dari bahan terbarukan, seperti pati, selulosa, protein, dan lipid yang berasal dari tumbuhan atau hewan (Rafid et al., 2021). Namun, plastik *biodegradable* masih memiliki keterbatasan pada sifat mekanik dan stabilitasnya dibandingkan dengan plastik konvensional.

Peningkatan kualitas plastik *biodegradable* dapat dilakukan dengan menambahkan bahan pengisi (*filler*) ke dalam matriks polimer. Salah satu *filler* berbasis biomassa yang berpotensi digunakan adalah nanokristal selulosa (*cellulose nanocrystals/CNC*). Nanokristal selulosa memiliki diameter sekitar 1–100 nm dan panjang sekitar 500–2.000 nm serta memiliki sifat mekanik dan stabilitas yang baik. Karakteristik tersebut membuat nanokristal selulosa berpotensi dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi industri, seperti industri kertas, plastik, komposit, dan farmasi (Hertiwi et al., 2020; Hartati et al., 2023).

Nanokristal selulosa dapat diperoleh dari berbagai sumber biomassa lignoselulosa, salah satunya batang ubi kayu (*Manihot esculenta* Crantz.). Batang ubi kayu memiliki kandungan lignoselulosa yang cukup tinggi, yaitu sekitar 39,29% selulosa, 24,34% hemiselulosa, dan 13,42% lignin (Lismeri et al., 2024). Namun, batang ubi kayu pada umumnya hanya dianggap sebagai limbah pertanian dan belum dimanfaatkan secara optimal.

Berdasarkan uraian tersebut, pemanfaatan limbah biomassa sebagai bahan baku material ramah lingkungan masih belum optimal. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menyintesis dan mengarakterisasi nanokristal selulosa dari batang ubi kayu (*Manihot esculenta* Crantz.) serta mengevaluasi potensinya sebagai *filler* dalam pembuatan plastik *biodegradable*.

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada November–Desember 2024 di Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Sumatera Utara (UIN-SU). Karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Universitas Islam Negeri Sumatera Utara. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Gadjah Mada (UGM), sedangkan karakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM) dilakukan di *Nanoscience and Nanotechnology Research Center* Institut Teknologi Bandung (ITB).

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gunting, pisau, blender, gelas beker, gelas ukur, batang pengaduk, oven, *hot plate*, *magnetic stirrer*, timbangan analitik, pH meter, corong kaca, sentrifugator, *ball mill*, spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffractometer* (XRD), dan *Transmission Electron Microscope* (TEM).

Bahan yang digunakan meliputi batang ubi kayu (*Manihot esculenta* Crantz.), natrium hipoklorit (NaOCl), akuades, aluminium foil, *plastic wrap*, sarung tangan, natrium hidroksida (NaOH), asam sulfat (H₂SO₄), hidrogen peroksida (H₂O₂), asam asetat glasial, dan kertas saring.

Metode

Penelitian ini menggunakan metode eksperimental yang dilaksanakan di laboratorium. Tahapan penelitian diawali dengan preparasi batang ubi kayu, kemudian dilanjutkan dengan pembuatan nanokristal selulosa. Nanokristal selulosa yang dihasilkan dikarakterisasi melalui perhitungan rendemen, analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR), analisis *X-Ray Diffraction* (XRD), dan analisis *Transmission Electron Microscopy* (TEM). Data hasil karakterisasi dianalisis secara deskriptif dengan pendekatan kuantitatif serta disajikan dalam bentuk gambar, tabel, dan uraian.

Prosedur Penelitian

Preparasi Awal Serbuk Batang Ubi Kayu (*Manihot esculenta* Crantz.)

Batang ubi kayu dikupas dan dicuci hingga bersih, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari selama kurang lebih tujuh hari. Sampel yang telah kering dipotong menjadi bagian-bagian kecil, kemudian dihaluskan menggunakan blender hingga diperoleh serbuk halus. Tahap preparasi tersebut dilakukan untuk memperkecil ukuran partikel sehingga mempermudah proses isolasi selulosa dan meningkatkan efisiensi perolehan rendemen pada tahap selanjutnya (Nawangsari, 2019).

Isolasi Selulosa dari Serbuk Batang Ubi Kayu (*Manihot esculenta* Crantz.) Alkalinasi

Tahap alkalinasi dilakukan dengan mengekstraksi serbuk batang ubi kayu menggunakan 150 mL larutan NaOH 17,5% pada suhu 80 °C selama tiga jam disertai pengadukan konstan pada kecepatan 500 rpm. Proses ini dilakukan untuk mengisolasi α -selulosa dalam bentuk residu padatan. Residu yang diperoleh kemudian disaring dan dicuci menggunakan akuades hingga mencapai pH netral, yaitu pH 7 (Muljani et al., 2023).

Bleaching

Residu hasil alkalinasi direaksikan dengan larutan NaOCl 2,5% (v/v) dan larutan penyangga asetat yang dibuat dari 2,7 g NaOH dan 7,5 mL asam asetat glasial dalam 100 mL akuades. Campuran kemudian dipanaskan pada suhu 75–80 °C selama dua jam disertai pengadukan pada kecepatan 590 rpm. Sampel hasil *bleaching* dicuci menggunakan akuades hingga mencapai pH netral.

Sampel selanjutnya direaksikan kembali dengan larutan H₂O₂ 7% (v/v) dan NaOH 4% (b/v) pada suhu 70 °C selama dua jam. Setelah proses tersebut, sampel dicuci menggunakan akuades hingga mencapai pH netral, kemudian didekantasi dan disaring. Sampel yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 50 °C hingga mencapai berat konstan.

Sintesis Nanokristal Selulosa

Sintesis nanokristal selulosa melalui proses hidrolisis asam dilakukan dengan mengacu pada metode Lusiana (2019). Sebanyak 5 g selulosa hasil isolasi dihidrolisis menggunakan 100 mL larutan H₂SO₄ 10% pada suhu 45 °C selama 60 menit. Setelah proses hidrolisis, suspensi ditambahkan air suling dan dibiarkan mengendap selama satu malam.

Suspensi selanjutnya disentrifugasi pada kecepatan 10.000 rpm selama 20 menit. Endapan yang diperoleh dicuci menggunakan air suling dan disentrifugasi kembali secara berulang hingga mencapai pH netral. Suspensi hasil pencucian kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 30 °C selama dua hari untuk memperoleh nanokristal selulosa. Proses hidrolisis asam dilakukan untuk menghilangkan bagian amorf selulosa sehingga menyisakan bagian kristalin yang membentuk nanokristal selulosa.

Karakterisasi Nanokristal Selulosa

Perhitungan Rendemen

Perhitungan rendemen dilakukan untuk mengetahui persentase nanokristal selulosa yang diperoleh terhadap massa selulosa yang digunakan. Rendemen dihitung menggunakan Persamaan (1).

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{berat serbuk nanoselulosa yang dihasilkan}}{\text{berat sampel hasil isolasi selulosa}} \times 100\% \quad (1)$$

Analisis FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)

Analisis gugus fungsi dilakukan menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dengan metode *Attenuated Total Reflectance* (ATR). Analisis ini dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dan perubahan gugus fungsi pada sampel. Sampel ditempatkan pada kristal ATR, kemudian spektrum inframerah diukur menggunakan instrumen FTIR. Spektrum yang diperoleh dianalisis berdasarkan posisi dan intensitas pita serapan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada sampel selulosa dan nanokristal selulosa.

Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi struktur kristal dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi pola difraksi dan menentukan indeks kristalinitas sampel. Sampel ditempatkan pada *sample holder*, kemudian dianalisis menggunakan difraktometer sinar-X dengan sumber radiasi Cu K α pada panjang gelombang $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Pengukuran dilakukan pada rentang sudut 2θ yang telah ditentukan melalui perangkat lunak pengontrol instrumen.

Data yang diperoleh berupa sudut difraksi (2θ) dan intensitas difraksi. Pola difraksi dianalisis secara kualitatif menggunakan metode *search-match* dengan membandingkan pola difraksi sampel terhadap basis data standar *Powder Diffraction File* (Rendra, 2021). Indeks kristalinitas dihitung menggunakan Persamaan (2).

$$\text{Crl (\%)} = \frac{\text{Luas fraksi kristal}}{\text{Luas fraksi kristal} + \text{Luas fraksi amorf}} \times 100\% \quad (2)$$

TEM (*Transmission Electrone Microscope*)

Karakterisasi morfologi dan ukuran partikel sampel dilakukan menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM). Sampel didispersikan dalam pelarut, kemudian ditetaskan pada *grid* TEM dan dikeringkan. Sampel selanjutnya dianalisis menggunakan TEM HT7700 pada kondisi vakum dengan tegangan yang disesuaikan untuk memperoleh citra partikel. Citra yang dihasilkan dianalisis menggunakan perangkat lunak ImageJ untuk menentukan distribusi ukuran partikel (Nuraini, 2019).

HASIL PENELITIAN

Rendemen Nanokristal Selulosa

Rendemen nanokristal selulosa dihitung berdasarkan perbandingan antara berat serbuk nanokristal selulosa yang dihasilkan dan berat sampel hasil isolasi selulosa. Nilai rendemen yang diperoleh menggambarkan tingkat efektivitas proses sintesis nanokristal selulosa serta jumlah produk akhir yang berhasil dihasilkan dari bahan baku yang digunakan. Hasil perhitungan rendemen nanokristal selulosa disajikan pada Tabel 1 berikut.

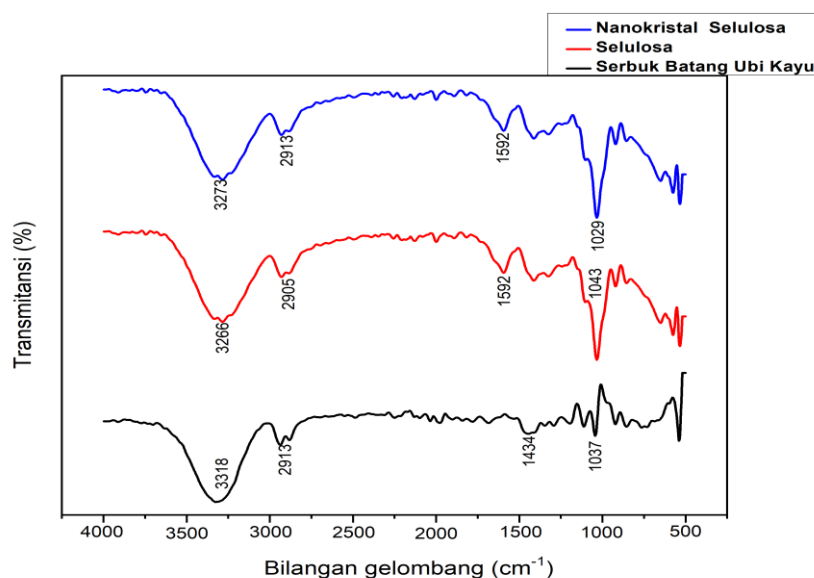
Tabel 1. Rendemen Hasil Isolasi Nanokristal Selulosa

Konsentrasi H ₂ SO ₄ (%)	Massa Selulosa (g)	Nanoselulosa yang Diperoleh (g)	Rendemen (%)
10	5	3,94	78,8

Berdasarkan Tabel 1, proses isolasi menggunakan H₂SO₄ dengan konsentrasi 10% menghasilkan nanokristal selulosa sebanyak 3,94 g dari massa awal selulosa sebesar 5,00 g. Rendemen nanokristal selulosa yang diperoleh sebesar 78,80%.

Analisis Gugus Fungsi Menggunakan Fourier Transform Infrared

Analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan terhadap serbuk batang ubi kayu, selulosa hasil isolasi, dan nanokristal selulosa. Spektrum FTIR ketiga sampel disajikan pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Spektra FTIR Serbuk Batang Ubi Kayu, Selulosa dan Nanokristal Selulosa

Berdasarkan Gambar 1, serbuk batang ubi kayu, selulosa hasil isolasi, dan nanokristal selulosa menunjukkan pola serapan pada beberapa bilangan gelombang. Perbandingan bilangan gelombang dan gugus fungsi yang teridentifikasi pada ketiga sampel disajikan pada Tabel 2 berikut.

Tabel 2. Spektra FTIR Serbuk Batang Ubi Kayu, Hasil Isolasi dan Nanokristal Selulosa

Serapan Panjang Gelombang (cm ⁻¹)			
Serbuk Batang Ubi Kayu	Selulosa	Nanokristal Selulosa	Gugus Fungsi
3318	3266	3273	O-H (<i>stretching</i>)
2913	2905	913	C-H (<i>Aldehyd</i>)
1434	1592	1592	CH ₃ (<i>bending</i>) C=C

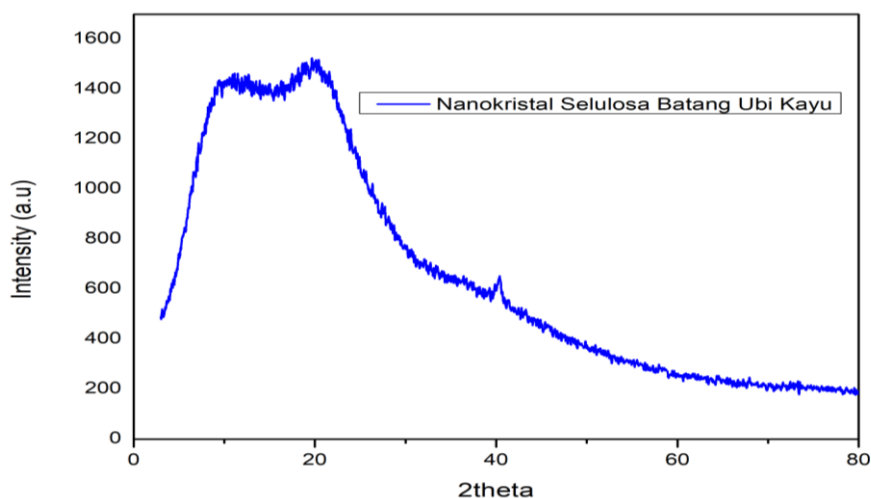
1037	1043	1029	C-O
------	------	------	-----

Analisa menggunakan FTIR digunakan untuk menunjukkan bahwa selulosa telah terisolasi, dengan membandingkan spektra FTIR serbuk batang ubi kayu dengan spektra FTIR selulosa yang telah diisolasi. Analisa dengan FTIR ini juga bertujuan untuk memastikan tidak adanya perubahan senyawa selama proses pembuatan selulosa menjadi nanokristal selulosa. Hasil analisis FTIR disajikan pada tabel 2.

Berdasarkan hasil interpretasi spektrum FTIR pada tabel 2 menunjukkan bahwa gugus fungsi utama selulosa tetap terdeteksi pada sampel selulosa dan nanokristal selulosa, yaitu gugus O-H, C-H, C=C, dan C-O pada bilangan gelombang sekitar 3318–3273 cm^{-1} , 2913–2905 cm^{-1} , 1592–1434 cm^{-1} , dan 1029–1043 cm^{-1} . Kesamaan pola spektrum antara selulosa dan nanokristal selulosa menunjukkan bahwa proses hidrolisis tidak menyebabkan perubahan signifikan pada struktur kimia selulosa, meskipun masih terdeteksi sedikit hemiselulosa dan lignin akibat proses *bleaching* yang belum sepenuhnya optimal.

Analisa Kristalinitas dengan XRD (X-ray Diffractometer)

Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk memperoleh pola difraksi dan menentukan indeks kristalinitas nanokristal selulosa. Data hasil karakterisasi diolah menggunakan perangkat lunak Origin 2019. Difraktogram XRD nanokristal selulosa disajikan pada Gambar 2 berikut.



Gambar 2. Difraktogram XRD Nanokristal Selulosa

Berdasarkan Gambar 2, pada pola XRD yang terbentuk memiliki 3 puncak difraksi yaitu $2\theta = 11,12^\circ$, $20,22^\circ$ dan $40,29^\circ$. Semua nanokristal selulosa menunjukkan puncak difraksi kristal maksimum terletak di sudut $2\theta = 20,22^\circ$, hal ini mengindikasikan bahwa kristal yang diperoleh adalah struktur kristalin selulosa. Hidrolisis asam menyebabkan terpecahnya bagian kristalin dan amorf sehingga meninggalkan bagian kristalin tunggal (Hartati *et al.*, 2023). Semua pola difraksi

disekitar $2\theta = 40,29^\circ$ memperlihatkan puncak kristal selulosa yang rendah, hal ini menunjukkan bahwa asam sulfat mampu mempertahankan wilayah kristal yang berada pada sudut puncak yang lemah.

Hasil perhitungan indeks kristalinitas nanokristal selulosa disajikan pada Tabel 3 berikut.

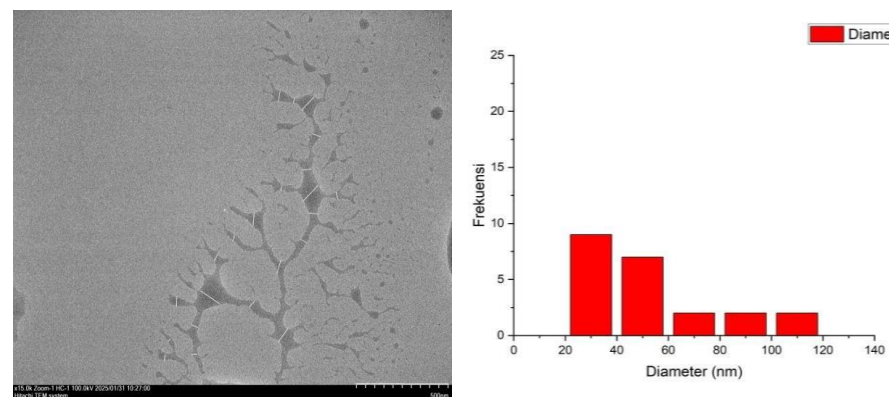
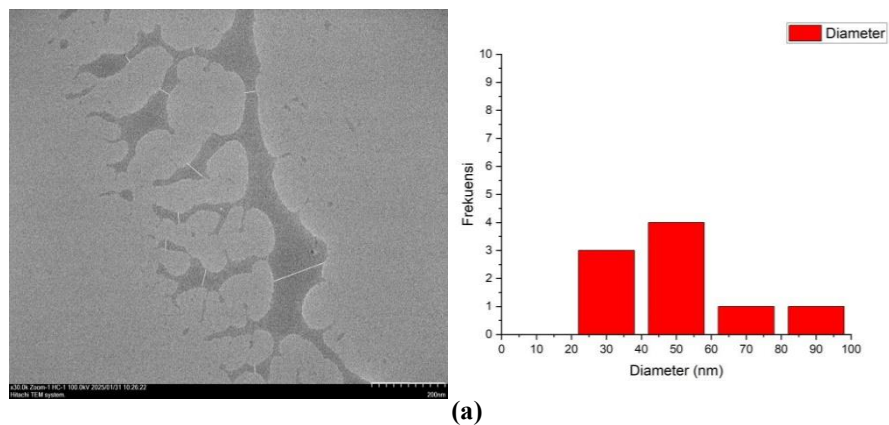
Tabel 3. Indeks Kristalinitas Nanokristal Selulosa

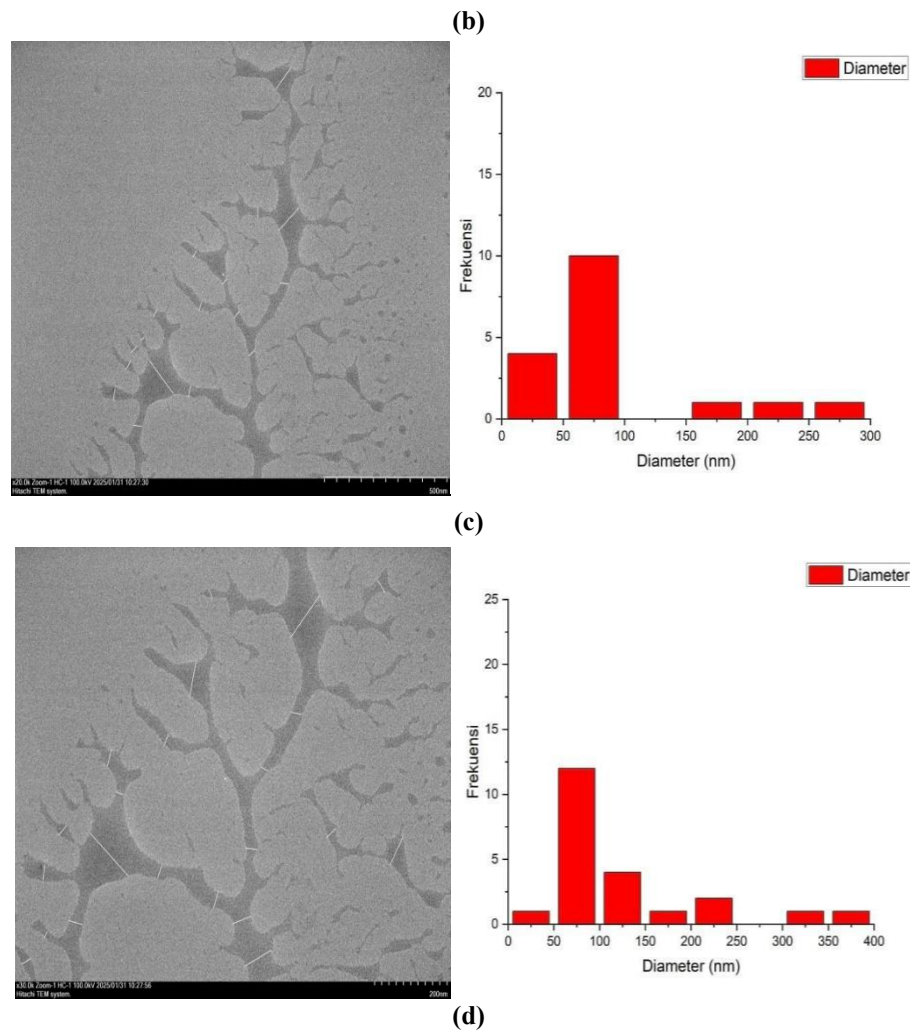
Nama Sampel	Indeks Kristalinitas (%)
Nanokristal Selulosa Batang Ubi Kayu	60,73

Hasil perhitungan nilai indeks kristalinitas nanokristal selulosa didapatkan nilai seperti pada tabel 4.2 yaitu 60,73%. Nilai 60,73% termasuk kategori sedikit lebih rendah untuk nanokristal selulosa, karena biasanya rentang kristalinitas mikro selulosa berada pada kisaran 65-85% (Lismeri et al., 2020).

Analisa Morfologi dan Ukuran dengan TEM (*Transmission Electrone Microscope*)

Sampel yang sudah kering dianalisis menggunakan TEM HT7700 dengan pembesaran 15.000 x dan 30.000 x. Perubahan perbesaran tersebut bertujuan untuk mengetahui perbedaan partikel yang dianalisis dimana semakin besar perbesaran akan mengetahui partikel secara jelas, semakin kecil perbesaran maka partikel yang teranalisis semakin kecil. Hasil pengamatan dapat dilihat pada Gambar 3.





Gambar 3. Hasil Karakterisasi TEM dan Distribusi Ukuran Nanokristal Selulosa dengan perbesaran 30.000 x (a), Perbesaran 15.000 x (b), Perbesaran 20.000 x (c), Perbesaran 10.000 x (d)

Proses hidrolisis NCC dengan menggunakan asam sulfat diperoleh gambar serat dari sampel batang ubi kayu yang kemudian dianalisis menggunakan perangkat lunak *ImageJ*. Berdasarkan Gambar 3, dapat diketahui bahwa hasil TEM pada gambar (a) perbesaran 30.000 x menunjukkan morfologi partikel yang berbentuk seperti bercabang-cabang yang saling melekat bersama dan distribusi ukuran tampak tidak seragam dan terlihat adanya variasi ukuran yang cukup luas mulai dari 27,70-253,38 nm dan puncak distribusi berada pada rentang 53,05 nm.

Gambar (b) perbesaran 15.000 x menunjukkan morfologi partikel dengan bentuk bercabang yang saling melekat dan dalam jumlah yang banyak dengan distribusi ukuran yang tidak seragam dan variasi yang cukup luas mulai dari 21,43-118,89 nm. Gambar (c) perbesaran 20.000 x dengan distribusi ukuran yang tidak seragam dan variasi yang cukup luas mulai dari 27,45-265,93 nm.

Gambar (d) perbesaran 10.000 x menunjukkan morfologi partikel dengan bentuk bercabang yang saling melekat dan dalam jumlah yang banyak dengan

distribusi ukuran yang lebih besar, tidak seragam dan variasi ukuran yang cukup luas mulai dari 49,93-383,34 nm. Menurut penelitian Nurdin et al., (2024) dimensi dari nanopartikel selulosa akan bervariasi sesuai dengan bahan baku dan konsentrasi asam yang digunakan, juga berpengaruh pada pemutusan rantai selulosa selama hidrolisis asam. Hal ini sejalan dengan penelitian Hidayat et al., (2022) menghasilkan nanoselulosa dari tandan kosong kelapa sawit (tkks) sebagai bahan penguat dengan *asam sulfat* (H_2SO_4) konsentrasi 45% dengan ukuran 64-580 nm, ini menunjukkan bahwa ukuran nanoselulosa yang diperoleh dipengaruhi oleh konsentrasi *asam sulfat* (H_2SO_4) yang digunakan yang dimana semakin tinggi konsentarsi yang digunakan maka ukuran nanoselulosa yang dihasilkan semakin kecil.

PEMBAHASAN

Rendemen Nanokristal Selulosa

Berdasarkan Tabel 1, hasil menunjukkan bahwa setiap tahapan preparasi, mulai dari proses delignifikasi menggunakan alkali hingga proses *bleaching* menggunakan alkali hidrogen peroksida, berkontribusi terhadap rendemen nanokristal selulosa yang diperoleh, yaitu sebesar 78,8%.

Tingginya rendemen yang diperoleh dipengaruhi oleh beberapa tahapan preparasi yang dilakukan. Tahap pertama, yaitu proses delignifikasi menggunakan larutan alkali, berperan dalam menghilangkan komponen nonselulosa, seperti lignin dan sebagian hemiselulosa yang terdapat pada struktur dinding sel tanaman. Penghilangan komponen tersebut menyebabkan fraksi selulosa menjadi lebih dominan sehingga meningkatkan potensi terbentuknya nanokristal selulosa pada tahap selanjutnya.

Tahap berikutnya, yaitu proses *bleaching* menggunakan alkali hidrogen peroksida (H_2O_2), berfungsi untuk memurnikan selulosa dengan mengoksidasi sisa lignin dan senyawa berwarna lainnya. Proses *bleaching* tersebut menghasilkan selulosa yang lebih murni sehingga memudahkan proses hidrolisis dalam membentuk struktur kristalin selulosa. Semakin tinggi tingkat kemurnian selulosa, semakin besar peluang terbentuknya nanokristal selulosa dengan rendemen yang tinggi.

Nilai rendemen sebesar 78,8% menunjukkan bahwa sebagian besar selulosa berhasil dipertahankan selama proses preparasi. Rendemen yang relatif tinggi tersebut juga dapat dipengaruhi oleh kondisi proses, seperti konsentrasi reagen, suhu, dan waktu reaksi yang digunakan selama tahap delignifikasi, *bleaching*, dan hidrolisis. Kondisi proses yang tidak terlalu kuat dapat menyebabkan bagian amorf selulosa belum sepenuhnya terdegradasi sehingga massa produk akhir yang diperoleh menjadi lebih besar.

Analisis Gugus Fungsi Menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Berdasarkan Gambar 1, pola spektrum menunjukkan adanya pergeseran bilangan gelombang pada beberapa puncak serapan serta kemunculan puncak serapan baru pada sampel selulosa dan nanokristal selulosa. Menurut Wijaya et al. (2021), kemunculan gugus C=C yang diduga berasal dari senyawa lignin disebabkan oleh proses *bleaching* yang belum optimal pada saat isolasi selulosa dari batang ubi kayu.

Hasil penelitian ini sesuai dengan Lusiana (2019) yang menghasilkan nanoselulosa dari bunga pinus melalui hidrolisis menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi 10% pada suhu 45 °C selama 45 menit. Hasil analisis FTIR menunjukkan kemunculan gugus fungsi C=C pada bilangan gelombang 1.638,2 cm⁻¹. Spektrum selulosa dan nanoselulosa memiliki serapan pada bilangan gelombang yang sama dan tidak menunjukkan perbedaan yang signifikan. Hal ini sejalan dengan penelitian Nurdin et al. (2024) yang menyatakan bahwa hidrolisis menggunakan asam sulfat tidak mengubah gugus fungsional selulosa, meskipun masih terdeteksi sedikit hemiselulosa dan sisa lignin akibat proses *bleaching* yang kurang optimal.

Berdasarkan hasil interpretasi spektrum FTIR pada Tabel 2, selulosa berhasil diisolasi dan dikonversi menjadi nanokristal selulosa tanpa perubahan yang signifikan pada gugus fungsionalnya. Serbuk batang ubi kayu dicirikan oleh serapan pada bilangan gelombang 3.318 cm⁻¹ yang mengindikasikan vibrasi peregangan O–H (*stretching*), 2.913 cm⁻¹ yang mengindikasikan C–H aldehyd, 1.434 cm⁻¹ yang mengindikasikan CH₃ *bending*, dan 1.037 cm⁻¹ yang mengindikasikan C–O.

Sampel selulosa yang diperoleh melalui proses isolasi alkalinasi dan *bleaching* dicirikan oleh serapan pada bilangan gelombang 3.266 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus fungsi O–H *stretching*, 2.905 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus fungsi C–H aldehyd, 1.592 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus fungsi C=C, dan 1.043 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus fungsi C–O.

Sampel nanokristal selulosa dicirikan oleh serapan pada bilangan gelombang 3.327 cm⁻¹, 2.913 cm⁻¹, 1.592 cm⁻¹, dan 1.029 cm⁻¹ yang masing-masing mengindikasikan gugus fungsi O–H *stretching*, C–H aldehyd, C=C, dan C–O. Pada spektrum FTIR nanokristal selulosa juga terdapat serapan pada bilangan gelombang 1.029 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus C–O dari hemiselulosa. Hal tersebut mengindikasikan bahwa masih terdapat hemiselulosa dalam nanokristal selulosa sehingga konsentrasi asam yang digunakan tidak mengubah komposisi gugus selulosa secara signifikan (Lusiana, 2019).

Analisis Kristalinitas Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Berdasarkan Tabel 3, nilai kristalinitas yang relatif rendah mengindikasikan bahwa proses penghilangan lignin, hemiselulosa, dan daerah amorf selulosa pada batang ubi kayu belum sepenuhnya optimal. Indeks kristalinitas menggambarkan jumlah mikrofibril yang terorganisasi dalam bentuk kristal. Indeks kristalinitas juga

menunjukkan keberhasilan tahapan penghilangan hemiselulosa dan lignin (Suciwati et al., 2022).

Lusiana (2019) dalam penelitiannya mengenai pembuatan nanoselulosa dari bunga pinus melalui hidrolisis menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi 10% pada suhu 45 °C selama 45 menit memperoleh puncak difraksi kristal maksimum pada sudut $2\theta = 22^\circ$.

Pola difraksi di sekitar $2\theta = 34^\circ$ memperlihatkan puncak kristal selulosa dengan intensitas yang rendah. Hal tersebut sejalan dengan penelitian Nugraha et al. (2021) yang menyatakan bahwa puncak-puncak tersebut menunjukkan nanoselulosa hasil isolasi memiliki struktur kristal nanoselulosa tipe I. Meskipun nilai kristalinitasnya lebih rendah dibandingkan dengan selulosa komersial, hasil tersebut masih berpotensi untuk dikembangkan dalam aplikasi *filler*. Daerah kristalin dapat memberikan kontribusi positif terhadap sifat mekanik, kekakuan, dan homogenitas campuran ketika dikompositkan dengan matriks polimer.

Analisis Morfologi dan Ukuran Menggunakan *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

Hasil pengukuran TEM pada nanokristal selulosa batang ubi kayu dianalisis pada rentang skala 200–500 nm. Berdasarkan pengukuran menggunakan perangkat lunak ImageJ, ukuran partikel terkecil yang diperoleh adalah 21,43 nm, sedangkan ukuran partikel terbesar adalah 383,34 nm. Hasil tersebut menunjukkan bahwa sebagian partikel telah berada dalam rentang ukuran nano, sedangkan sebagian lainnya memiliki ukuran lebih besar daripada 100 nm. Proses hidrolisis asam mampu menurunkan dimensi serat dari ukuran mikrometer menjadi ukuran yang lebih kecil.

Lusiana (2019) menghasilkan nanoselulosa dari bunga pinus melalui hidrolisis menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi 10% pada suhu 45 °C selama 45 menit. Diameter nanoselulosa yang diperoleh berada pada rentang 11,48–125,59 nm, 8,11–229,88 nm, 5,73–60 nm, dan 9,58–195,46 nm, dengan ukuran rata-rata masing-masing sebesar 15,35 nm, 12,24 nm, 17,42 nm, dan 10,06 nm. Distribusi ukuran nanoselulosa tersebut tidak merata dan ukuran nanoselulosa yang dihasilkan tidak seragam.

Nanokristal selulosa memiliki dimensi yang lebih kecil dan sifat mekanik yang lebih baik dibandingkan dengan selulosa biasa. Nanokristal selulosa juga memiliki tingkat kekuatan yang cukup tinggi (Amirudin et al., 2024). Fath et al. (2022) meneliti pengaruh selulosa nanokristal dari serat buah kelapa sawit yang dihidrolisis menggunakan H_2SO_4 dengan konsentrasi 50% pada suhu 45 °C selama 45 menit sebagai bahan pengisi bioplastik berbasis pati biji alpukat. Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa butiran selulosa nanokristal tersebar secara merata dan mengisi permukaan bioplastik.

SIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, batang ubi kayu (*Manihot esculenta* Crantz.) berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis nanokristal selulosa melalui proses alkalinasi, *bleaching*, dan hidrolisis menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi 10% pada suhu 45 °C selama 60 menit. Proses tersebut menghasilkan rendemen nanokristal selulosa sebesar 78,8%. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa gugus fungsi selulosa tetap terdeteksi. Analisis XRD menunjukkan indeks kristalinitas sebesar 60,73%, sedangkan analisis TEM menunjukkan distribusi ukuran partikel sebesar 21,43–383,34 nm. Nanokristal selulosa yang dihasilkan berpotensi dikembangkan sebagai *filler* dalam pembuatan plastik *biodegradable*.

DAFTAR PUSTAKA

- Amirudin, S., Tamrin, & Rejeki, S. (2024). Metode sintesis nanoselulosa: Kajian pustaka. *Jurnal Riset Pangan*, 2(1), 89–96.
- Bano, V. O., Jongu, A. U. L., Wulang, V. A., Hida, A. Y. A., Kahi, E. B., Tangu, Y. Y., Cita, M. L., Marambaawang, D., & Ndjoeroemana, Y. (2022). Optimalisasi sampah jerigen menjadi produk berdaya guna di Pantai Londa Empat Kabupaten Sumba Timur. *SWARNA: Jurnal Pengabdian kepada Masyarakat*, 1(3), 311–316. <https://doi.org/10.55681/swarna.v1i3.134>
- Fath, M. T. A., Lubis, M., Ayu, G. E., & Dalimunthe, N. F. (2022). Pengaruh selulosa nanokristal dari serat buah kelapa sawit sebagai pengisi dan kalium klorida sebagai agen pendispersi terhadap sifat fisik bioplastik berbasis pati biji alpukat (*Persea americana*). *Jurnal Teknik Kimia USU*, 11(2), 89–94. <https://doi.org/10.32734/jtk.v11i2.9239>
- Hartati, N., Kurniawan, E., Trisna, M., & Noviarni, I. (2023). Isolasi, karakterisasi, dan aplikasi nanokristal selulosa: Review. *JSSIT: Jurnal Sains dan Sains Terapan*, 1(2), 29–38. <https://doi.org/10.30631/jssit.v1i2.19>
- Hertiwi, L. R., Afni, A. N., Lailiyah, N., & Sanjaya, I. G. M. (2020). Ekstraksi dan karakterisasi nanoselulosa dari limbah kulit bawang merah. *JEDCHEM: Journal Education and Chemistry*, 2(1), 77–81.
- Hidayat, S., Meidinariasty, A., & Junaidi, R. (2022). Film nanokomposit berbasis termoplastik pati singkong-polivinil alkohol dengan nanoselulosa tandan kosong kelapa sawit (TKKS) sebagai bahan penguat. *Jurnal Pendidikan dan Teknologi Indonesia*, 2(10), 413–423. <https://doi.org/10.52436/1.jpti.225>
- Khodijah, S., & Tobing, J. M. L. (2023). Tinjauan plastik biodegradable dari limbah tanaman pangan sebagai kantong plastik mudah terurai. *TEKNOTAN: Jurnal Industri Teknologi Pertanian*, 17(1), 21–26. <https://doi.org/10.24198/jt.vol17n1.3>
- Lismeri, L. (2020). Preparasi dan karakterisasi mikrokristalin selulosa dari limbah ubi kayu. *Jurnal Teknologi dan Inovasi Industri*, 1(1). <https://doi.org/10.23960/jtii.v1i1.11>

- Lismeri, L., Rizky, A. A., Azhar, & Darni, Y. (2024). Pengaruh konsentrasi dan variasi zat pemutih terhadap preparasi mikrokristal selulosa dari batang ubi kayu. *Journal of Chemical Process Engineering*, 9(1). <https://doi.org/10.33096/jcpe.v9i1.81>
- Lusiana, S. E. (2019). *Pengembangan metode sintesis nanoselulosa menggunakan selulosa dari residu bunga Pinus merkusii Jungh. & de Vriese* [Tesis magister, Universitas Brawijaya].
- Muljani, S., Candra, A., & Faiqoh, I. (2023). Sintesis dan karakterisasi selulosa kristal dari batang tembakau. *Jurnal Teknik Kimia*, 17(2), 46–51. https://doi.org/10.33005/jurnal_tekkim.v17i2.3780
- Nawang Sari, D. (2019). Isolasi dan karakterisasi selulosa mikrokristal dari ampas tebu (*Saccharum officinarum* L.). *Pharmacon: Jurnal Farmasi Indonesia*, 16(2), 67–72. <https://doi.org/10.23917/pharmacon.v16i2.9150>
- Nugraha, A. B., Nuruddin, A., & Sunendar, B. (2021). Isolasi nanoselulosa terkarboksilasi dari limbah kulit pisang ambon lumut dengan metode oksidasi. *Journal of Science and Applicative Technology*, 5(1), 236–244. <https://doi.org/10.35472/jsat.v5i1.413>
- Nuraini, R. T. (2019). *Pengaruh variasi H₂SO₄ pada pembentukan nanosilika berbasis batu apung* [Skripsi sarjana, Universitas Lampung]. <https://digilib.unila.ac.id/57343/>
- Nurdin, W. M., Irmawati, Alwan, L. O. M., & Haeruddin. (2024). Karakterisasi nanoselulosa dari tandan kosong aren (*Arenga pinnata*) sebagai filler dalam pembuatan tisu. *Jurnal Sains dan Kesehatan*, 6(1), 31–37. <https://doi.org/10.25026/jsk.v6i1.2156>
- Rafid, A. Z., Ardhyana, H., & Pratiwi, V. M. (2021). Tinjauan pengaruh penambahan jenis filler terhadap sifat mekanik dan biodegradasi pada bioplastik pati singkong. *Jurnal Teknik ITS*, 10(2), D49–D54. <https://doi.org/10.12962/j23373539.v10i2.64030>
- Rendra, Y. A. (2021). *Pengaruh variasi suhu larutan asam sitrat terhadap karakteristik silika daun bambu dengan metode leaching* [Skripsi sarjana, Universitas Lampung]. <https://digilib.unila.ac.id/68125/>
- Suciyati, S. W., Manurung, P., Junaidi, & Situmeang, R. (2022). Efek variasi konsentrasi NaOH pada pembentukan struktur selulosa *Cladophora* sp. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*, 10(1), 11–24. <https://doi.org/10.23960/jtaf.v10i1.280>
- Wijaya, G. H., Sutiarno, S., Karokaro, P., Syafriadi, Pariaman, G., & Riyanto, A. (2021). Pengaruh variasi ion Ag⁺ terhadap pembentukan biofoam antibakteri berbasis pati singkong dan selulosa batang jagung. *Phi: Jurnal Pendidikan Fisika dan Fisika Terapan*, 7(2), 49–61. <https://doi.org/10.22373/p-jpft.v7i2.13369>