



Isolasi Nanoselulosa Terkarboksilasi dari Limbah Kulit Pisang Ambon Lumut dengan Metode Oksidasi

Ashari Budi Nugraha ^{*a}, Ahmad Nuruddin^b, Bambang Sunendar^a

^a Kelompok Keahlian Teknik Fisika, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Bandung

^b Kelompok Keahlian Material Fungsional Maju, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Bandung

* Corresponding E-mail: asharibn@tf.itb.ac.id

Received 4th February 2021

Accepted 9th March 2021

Published 9th June 2021

Open Access

DOI: 10.35472/jsat.v5i1.413

Abstract: In this study, banana peel from ambon lumut (*Musa acuminata*) was used as source for nanocellulose fibers. Carboxylated nanocellulose was isolated with oxidation method using ammonium persulfate (APS). In order to investigate the effect of temperature towards the characteristics of nanocellulose, temperature for oxidation process was set at three different values: 60 °C, 70 °C, dan 80 °C. Nanostructure of cellulose was observed as a mix of fibers and whiskers from transmission electron microscopy (TEM) images. The diameter of nanocellulose is ranging from 12,1 to 25,1 nm. Data from spectrometry graphs (FTIR) confirms the existence of carboxyl functional groups in nanocellulose samples. X-ray diffraction pattern (XRD) shows that crystallinity index values increase as temperature of oxidation process increases. The highest crystallinity index value of 72,4% was obtained from nanocellulose treated with oxidation temperature of 80 °C. This analysis shows banana peel waste as a potential alternative source for carboxylated nanocellulose.

Keywords: Waste, Banana Peel, Oxidation, Ammonium Persulfate, Carboxylated Nanocellulose

Abstrak: Pada studi ini, kulit pisang ambon lumut (*Musa acuminata*) menjadi sumber serat nanoselulosa. Serat nanoselulosa terkarboksilasi diisolasi dengan metode oksidasi menggunakan amonium persulfat (APS). Parameter temperatur proses oksidasi divariasikan menjadi tiga, yakni 60 °C, 70 °C, dan 80 °C, untuk melihat pengaruh kenaikan temperatur terhadap karakteristik nanoselulosa. Struktur nanoselulosa berupa campuran serat dan whisker dapat diamati pada gambar transmission electron microscopy (TEM) dengan diameter rata-rata berada pada rentang 12,1 – 25,1 nm. Uji spektra (FTIR) memberikan konfirmasi adanya gugus karboksil pada sampel nanoselulosa. Pola difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan peningkatan nilai indeks kristalinitas seiring dengan meningkatnya temperatur proses oksidasi. Nilai indeks kristalinitas terbesar didapatkan pada suhu 80 °C dengan nilai 72,4%. Hasil analisis yang dilakukan memberikan gambaran potensi limbah kulit pisang ambon lumut sebagai sumber alternatif nanoselulosa terkarboksilasi.

Kata Kunci : Limbah, Kulit Pisang, Oksidasi, Amonium Persulfat, Nanoselulosa Terkarboksilasi

Pendahuluan

Pisang merupakan tanaman yang tumbuh subur di daerah tropis dan berasal dari Asia Tenggara. Di Indonesia, pisang merupakan salah satu komoditas hortikultura dengan tingkat produksi yang tinggi. Pada rentang tahun 2008 – 2012, produksi pisang di Indonesia mencapai 32,28% dari total produksi di Asia Tenggara, berada pada peringkat kedua setelah Filipina [1]. Berdasarkan data yang diambil dari Badan Pusat Statistik dan Direktorat Jendral Hortikultuira, selama kurun 5 tahun terakhir pisang cenderung mengalami peningkatan produksi dalam negeri. Dimulai dari 6,13 juta ton pada tahun 2011 hingga 7,3 juta ton pada tahun

2015 [2]. Data yang dipublikasikan oleh Kementerian Pertanian memberikan proyeksi produksi komoditas pisang di Indonesia mencapai 8,1 juta ton pada tahun 2020 [3].

Salah satu dampak dari peningkatan produksi buah pisang adalah peningkatan limbah organik dari buah ini yang berupa kulit pisang. Sayangnya, di Indonesia nilai ekonomis dari limbah kulit pisang ini masih kecil dan pemanfaatannya pun masih terbatas, contohnya sebagai sumber pupuk organik. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya untuk meningkatkan nilai tambah dari limbah kulit pisang. Salah satunya adalah dengan cara mengolah limbah tersebut menjadi material hijau. Kandidat yang menjanjikan sebagai material hijau



adalah selulosa [4] yang secara natural terkandung dalam beragam biomassa termasuk kulit pisang [5]–[7].

Selulosa adalah senyawa polimer organik yang jumlahnya terbanyak di Bumi. Salah satu sumber selulosa adalah serat lignoselulosa yang banyak ditemukan pada tanaman dan tumbuhan. Dibandingkan dengan selulosa, nanoselulosa memiliki beberapa properti unggul yang bisa dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi. Pertama, sifat mekanik dari kristal nanoselulosa yang baik (estimasi kuat tarik 7,5 Gpa) dapat dimanfaatkan dalam pembuatan material nanokomposit untuk meningkatkan sifat mekanik dari komposit [4]. Nanoselulosa juga memiliki sifat kimia yang unik pada permukaannya akibat gugus-gugus fungsi hidroksil. Gugus-gugus fungsi tersebut dapat dimodifikasi dengan gugus lain seperti karboksil untuk mendapatkan struktur derivatif.

Untuk mengisolasi nanoselulosa dari serat lignoselulosa, secara umum digunakan metode praperlakuan basa, pemutihan (*bleaching*), dan hidrolisis. Proses praperlakuan basa dilakukan untuk menghilangkan senyawa nonselulosa dari serat lignoselulosa seperti hemiselulosa dan pektin. Proses *bleaching* bertujuan untuk menghilangkan unsur lignin. Pada proses hidrolisis, terjadi pemutusan ikatan antara nanoselulosa kristalin dengan nanoselulosa yang bersifat amorf [8].

Proses hidrolisis yang umum digunakan pada penelitian-penelitian adalah hidrolisis pada kondisi larutan asam. Akan tetapi, beberapa penelitian telah dilakukan untuk mencari proses baru tanpa menggunakan larutan asam, yaitu menggunakan senyawa oksidan. Salah satu senyawa oksidan yang dapat digunakan adalah amonium persulfat (APS) [9]–[11]. APS adalah senyawa garam persulfat yang banyak digunakan sebagai oksidan pada sintesis polimer karena dapat menghasilkan senyawa radikal [9]. Dibandingkan dengan larutan asam sulfat (H_2SO_4) yang umum digunakan pada proses hidrolisis asam, APS memiliki kelebihan yaitu toksisitas jangka panjang yang rendah [10]. Selain mendapatkan struktur nano, proses oksidasi menggunakan APS sekaligus memodifikasi permukaan selulosa dengan gugus karboksil tanpa memerlukan proses tambahan [11].

Pada penelitian ini sumber selulosa adalah kulit pisang ambon lumut (*Musa acuminata* triploid AAA) yang merupakan varietas pisang yang banyak ditemukan di Indonesia. Pengaruh temperatur sebagai salah satu parameter proses oksidasi pada karakteristik

nanoselulosa akan dianalisis. Beberapa karakteristik nanoselulosa yang diamati antara lain adalah morfologi partikel, dimensi partikel, struktur kristal, dan indeks kristalinitas. Penelitian ini diharapkan dapat menggambarkan potensi dari limbah kulit pisang ambon lumut sebagai material hijau.

Metode

Material

Kulit pisang yang digunakan bersumber dari varietas pisang ambon lumut yang termasuk dalam klasifikasi *Musa acuminata* triploid AAA [12]. Bahan kimia yang dipakai yakni kalium metabisulfit (Merck, *analytical grade*), amonium persulfat (Merck, *analytical grade*), natrium hidroksida (Brataco, *technical grade*) dan natrium hipoklorit (*technical grade*).

Preparasi Serbuk

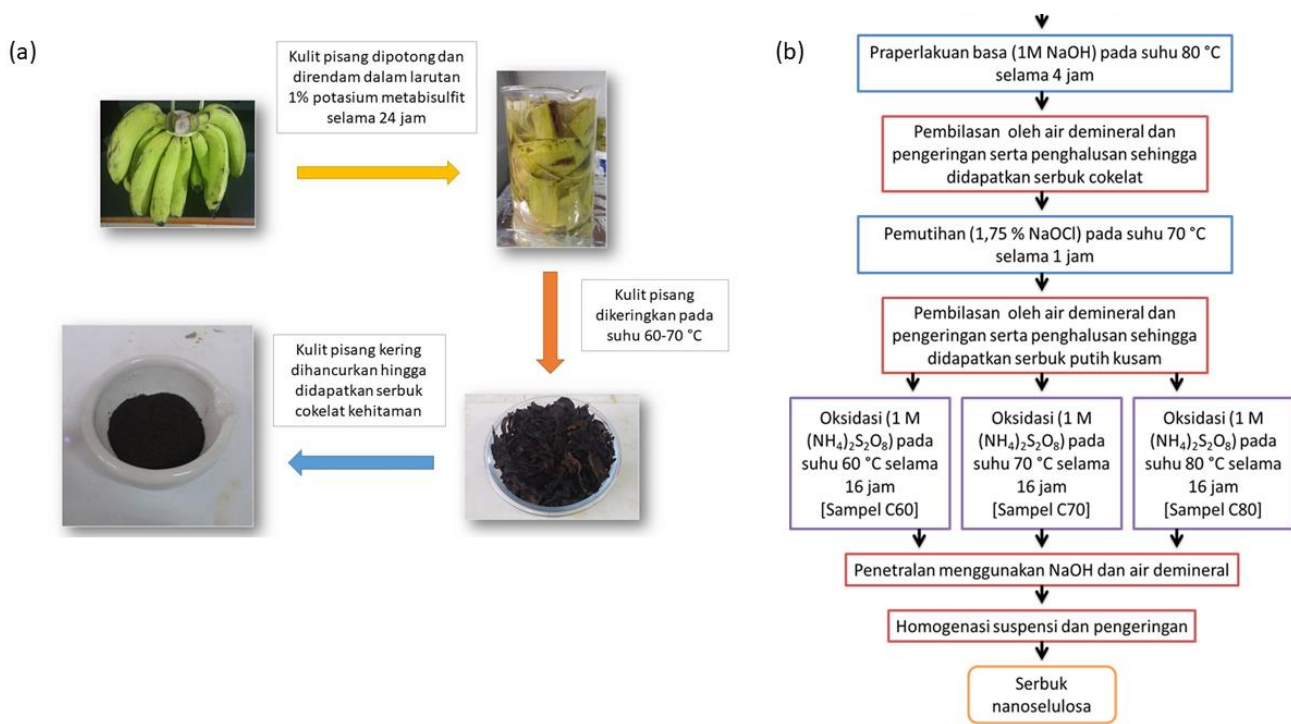
Limbah kulit pisang dipotong kecil, kemudian direndam dalam larutan 1% (w/v) $K_2S_2O_5$ selama 24 jam. Kulit pisang kemudian dikeringkan semalam dalam oven pada temperatur 60 °C. Setelah kulit pisang kering, kulit pisang dihancurkan menggunakan blender kering (CRUZO Electrolux) hingga didapatkan serbuk kulit pisang berwarna hitam.

Ekstraksi Selulosa

Serbuk kulit pisang sebanyak 20 gr diberikan praperlakuan basa dengan direndam dalam larutan 1M NaOH pada temperatur 80 °C selama 4 jam. Selanjutnya, endapan berwarna coklat kehitaman dibilas menggunakan air demineral. Partikulat kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C dan dihancurkan dengan menggunakan mortar sehingga didapatkan serbuk berwarna kecokelatan.

Proses selanjutnya adalah *bleaching*. Pada proses ini, serbuk kering yang didapat pada proses sebelumnya dilarutkan dalam 1,75% NaOCl pada temperatur 70 °C selama 1 jam. Selulosa kemudian dibilas menggunakan air demineral. Selanjutnya, selulosa dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C dan dihancurkan menggunakan mortar sehingga didapatkan serbuk berwarna putih.

Rendemen dari selulosa yang didapat dihitung menggunakan rasio berat serbuk selulosa yang didapat



Gambar 1. (a) Alur prosedur preparasi kulit pisang; (b) Alur isolasi nanoselulosa dari serbuk kulit pisang.

setelah proses pemutihan dan berat kulit pisang sebelum proses praperlakuan basa. Dari hasil perhitungan, rendemen selulosa yang didapat dari kulit pisang mencapai 14,5%. Berikut adalah perhitungan (1) yang digunakan:

$$Rendemen\ selulosa = \frac{serbuk\ selulosa\ (gr)}{serbuk\ kulit\ pisang\ (gr)} \times 100\% \quad (1)$$

Isolasi Nanoselulosa

Proses yang digunakan untuk mendapatkan nanoselulosa adalah proses oksidasi menggunakan APS. Sebanyak 2 gr selulosa serbuk dari proses sebelumnya direndam dalam larutan 1M (NH₄)₂S₂O₈ pada variasi temperatur 60 °C, 70 °C, dan 80 °C (masing-masing diberi nama sampel C60, C70, dan C80) selama 16 jam.

Selanjutnya dilakukan penetralan, penyaringan, dan pembilasan nanoselulosa yang didapat dengan NaOH dan air demineral hingga mencapai pH 7. Untuk keperluan karakterisasi, suspensi nanoselulosa dalam air demineral dihomogenasi menggunakan *ultrasonic homogenizer*. Larutan koloid yang didapat kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 60 °C hingga

menjadi serbuk nanoselulosa kering. Diagram alur eksperimen dapat dilihat pada Gambar 1.

Karakterisasi

SEM (HITACHI SU3500, PPNN, ITB) digunakan untuk menginvestigasi struktur mikro dari serbuk kulit pisang dan serbuk selulosa. Serbuk dipreparasi pada *carbon tape* yang kemudian dilapisi menggunakan lapisan emas tipis. Evaluasi struktur dilakukan dengan voltase akselerasi sebesar 5 kV.

TEM (HITACHI HT7700, PPNN, ITB) digunakan untuk mendapatkan data morfologi dan dimensi dari nanostruktur serat selulosa dan nanoselulosa. Pada saat preparasi sampel, serbuk selulosa didispersikan dalam isopropil alkohol kemudian dihomogenasi dengan *homogenizer bath* selama beberapa menit. Selanjutnya suspensi diteteskan pada *carbon-coated copper microgrid* dan dikeringkan. Voltase akselerasi diset sebesar 80 kV. Perangkat lunak ImageJ digunakan untuk menganalisis gambar TEM. Analisis dilakukan untuk mendapatkan nilai rata-rata dari diameter nanoselulosa

yang didapat melalui variasi temperatur proses oksidasi menggunakan APS.

XRD (RIGAKU, Program Studi Teknik Pertambangan, ITB) digunakan untuk mendapatkan informasi mengenai struktur kristal dari selulosa dan nanoselulosa. Proses karakterisasi dilakukan pada rentang 2θ $10^\circ - 55^\circ$. Anoda yang digunakan adalah Cu ($1,5406 \text{ \AA}$). Indeks kristalinitas (I_c) nanoselulosa dihitung menggunakan metode Segal [13] melalui persamaan (2):

$$I_c = \frac{I_a - I_b}{I_b} \times 100\% \quad (2)$$

Dimana I_a adalah puncak yang mendekati $2\theta = 22^\circ$ dan I_b merujuk pada intensitas amorf dari selulosa yang dapat dicari dengan melihat intensitas terendah antara puncak yang mendekati $2\theta = 16^\circ$ dan 22° .

FTIR (SHIMADZU IRPrestige-21, Program Studi Kimia, ITB) digunakan untuk melihat pengaruh praperlakuan basa dan pemutihan pada serbuk kulit pisang serta pengaruh penetralan suspensi nanoselulosa pada struktur permukaan nanoselulosa. Spektrum yang dianalisis berada pada rentang bilangan gelombang $400-4500 \text{ cm}^{-1}$. Resolusi di set pada nilai 4.0 cm^{-1} .

Hasil dan Diskusi

Perubahan Warna Selama Proses Isolasi

Selama proses isolasi nanoselulosa dari kulit pisang, dapat diamati perubahan warna suspensi setelah proses praperlakuan basa dan pemutihan. Serbuk kulit pisang awalnya berwarna cokelat kehitaman. Setelah proses praperlakuan basa, warna suspensi berubah menjadi cokelat yang lebih muda. Pada proses ini larutan basa membantu membuka struktur selulosa dengan melemahkan ikatan antar polimer melalui proses hidrolisis, sehingga membantu pelarutan senyawa pektin dan hemiselulosa. Setelah proses pemutihan, warna suspensi menjadi putih kusam. Hal ini dapat disebabkan penghilangan senyawa lignin dan tanin yang merupakan penyebab warna cokelat pada serbuk kulit pisang melalui oksidasi oleh senyawa aktif HOCl dan ClO^- pada larutan NaOCl [7]. Dusfrane, dkk. menyebutkan bahwa perlakuan basa membantu oksidasi lignin yang menghasilkan gugus-gugus seperti hidroksil, karbonil, dan karboksilik yang hidrofilik sehingga dapat

membantu pelarutan lignin [14]. Perubahan warna endapan dapat dilihat pada **Gambar 2**.



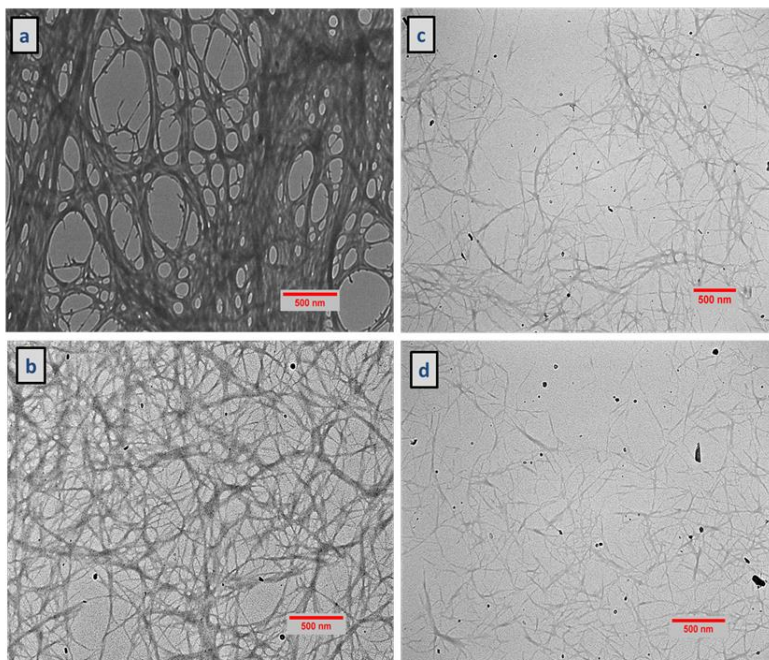
Gambar 2. (a) Warna endapan setelah proses praperlakuan basa. (b) Warna endapan setelah proses pemutihan.

Evaluasi Nanostruktur dari Gambar TEM

Gambar TEM memberikan konfirmasi adanya struktur serat selulosa dan nanoselulosa. Hal ini menunjukkan bahwa proses isolasi serat selulosa dan nanoselulosa berhasil dilakukan. **Gambar 3a** memperlihatkan struktur serat selulosa setelah proses praperlakuan basa dan pemutihan. Serat selulosa membentuk struktur mirip jaring. Teramati pula serat fibril yang masih menyatu dan bertautan satu sama lain menghasilkan serat dengan diameter yang besar dan relatif tidak homogen. Hal ini disebabkan ikatan hidrogen intrafibril oleh gugus $-\text{OH}$ pada permukaan serat selulosa [15].

Proses isolasi nanoselulosa melalui proses oksidasi menggunakan APS pada suhu 60°C (Sampel C60) memperlihatkan perubahan struktur nano yang signifikan seperti pada **Gambar 3b**. Terlihat bahwa telah terjadi defibrilasi dari serat selulosa yang menyatu menjadi serat-serat terpisah yang lebih kecil dengan diameter yang relatif lebih homogen. Pemutusan ikatan glikosidik selulosa dan gugus fungsi $-\text{CH}_2\text{OH}$ dibantu oleh hidrogen peroksida dan spesimen radikal SO_4^- yang berasal dari APS yang terbentuk ketika pemanasan berlangsung [9].

hidrolisis asam dan ultrasonik intensitas tinggi (20 – 35



Gambar 3. Citra TEM dari nanostruktur (a) sampel selulosa, (b) sampel nanoselulosa C60, (c) sampel nanoselulosa C70, dan (d) sampel nanoselulosa C80 setelah dilakukan proses oksidasi menggunakan APS.

Lebih jauh, variasi temperatur pada saat proses oksidasi menggunakan APS memberikan perubahan struktur nano pada serat nanoselulosa seperti yang teramati pada **Gambar 3c** memperlihatkan struktur dari serat dari sampel C70. Jelas terlihat pengurangan diameter dari serat dibandingkan dengan sampel C60. Selain itu, mulai terlihat nanoselulosa dengan bentuk *whisker* yang memiliki aspek rasio lebih kecil dibandingkan fiber. Sampel C80 (**Gambar 3d**) memperlihatkan struktur serat selulosa yang lebih terdispersi dibandingkan sampel C70. Morfologi nanoselulosa berupa fiber dilaporkan oleh Pelissari dkk. [7], Tibolla dkk. [16], dan Khawas dan Deka [6].

Diamater dari serat nanoselulosa dengan variasi parameter temperatur pada proses oksidasi dikalkulasi dengan bantuan perangkat lunak ImageJ. Diameter rata-rata serat selulosa berada pada rentang 12,1 nm hingga 24,1 nm dengan sampel C60 memberikan nilai diameter yang paling besar. Tabulasi data diameter dapat dilihat pada **Tabel 1**. Nilai dari diamater rata-rata yang didapat pada penelitian ini bersesuaian dengan kalkulasi yang didapat oleh Pelissari dkk. [7] yang menggunakan hidrolisis asam dan homogenasi tekanan tinggi (10,9 – 22,6 nm) dan Khawas dan Deka [6] yang menggunakan

nm) untuk isolasi nanoselulosa.

Gambar uji TEM dan hasil kalkulasi diameter serat memberikan indikasi yang jelas bahwa peningkatan temperatur pada saat proses oksidasi memberikan pengaruh pada morfologi serat nanoselulosa berupa pengurangan diameter dan struktur yang lebih terdispersi. Peningkatan temperatur dapat membantu senyawa oksidan untuk melakukan penetrasi pada struktur serat selulosa dan memotong ikatan glikosidik

Tabel 1. Diameter rata-rata dan indeks kristalinitas dari serat nanoselulosa hasil proses oksidasi APS dengan tiga variasi temperatur.

Sampel	Temperatur	Diameter Rata-Rata	SD	Ic
C60	60 °C	25,1 nm	6,7	60,89 %
C70	70 °C	16,9 nm	3,9	67,90 %
C80	80 °C	12,1 nm	3,8	72,40 %

antara rantai amorf dan rantai kristal selulosa serta memotong ikatan hidrogen intrafibril [9].

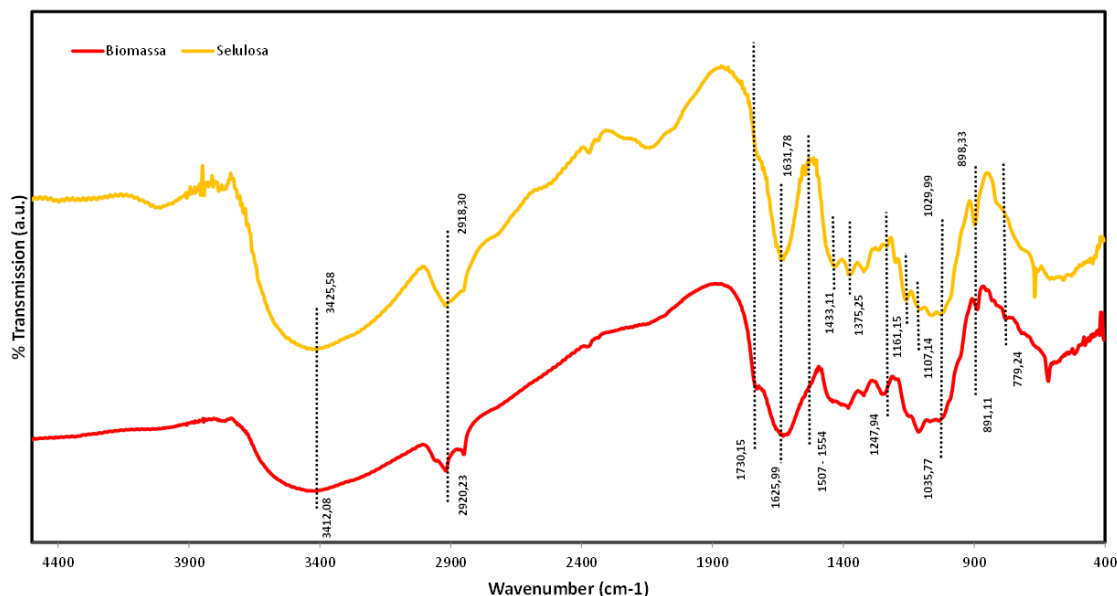
Analisis Spektra FTIR

Analisa spektra dari FTIR memberikan gambaran mengenai perubahan komposisi pada struktur kulit pisang, selulosa, dan nanoselulosa. **Gambar 4** memperlihatkan profil spektrum dari serbuk kulit pisang dan selulosa setelah melalui proses praperlakuan basa dan pemutihan.

Puncak pada bilangan gelombang sekitar 3400 cm^{-1} disebabkan oleh vibrasi gugus O-H pada struktur selulosa. Terlihat bahwa profil puncak pada spektra selulosa lebih tajam dibandingkan pada kulit pisang. Hal ini dapat disebabkan berkurangnya ikatan hidrogen pada struktur selulosa dan gugus O-H dari komponen polimer selain selulosa setelah proses praperlakuan basa dan pemutihan. Puncak $2918 - 2920\text{ cm}^{-1}$ disebabkan oleh vibrasi C-H pada struktur selulosa dan hemiselulosa [7]. Puncak $1625 - 1631\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan vibrasi

$1433,11\text{ cm}^{-1}$ pada spektra selulosa diakibatkan oleh vibrasi penekukan H-C-H dan O-C-H [18], sedangkan puncak $1375,25\text{ cm}^{-1}$ dipengaruhi oleh vibrasi defomasi asimetrik C-H yang ada pada struktur selulosa [19]. Puncak 1028 cm^{-1} dapat disebabkan vibrasi penguluran gugus C-O dari selulosa [17] atau vibrasi gugus C-O-C dari cincin piranosa [6]. Elanthikkal dkk. [20] juga menyebutkan bahwa perubahan intensitas puncak ini dapat menunjukkan perubahan konten dari selulosa pada sampel. Puncak $89 - 898\text{ cm}^{-1}$ diakibatkan oleh rantai glikosidik antara unit glukosa yang terdapat pada selulosa [15]. Leung dkk. [10] menyebutkan bahwa puncak sekitar nilai 1429 cm^{-1} , 1163 cm^{-1} , 1111 cm^{-1} , dan 897 cm^{-1} mengindikasikan selulosa tipe β . Analisa FTIR ini memberikan konfirmasi bahwa proses praperlakuan basa dan pemutihan berhasil yang dilakukan berhasil mengisolasi selulosa dari kulit pisang ambon lumut.

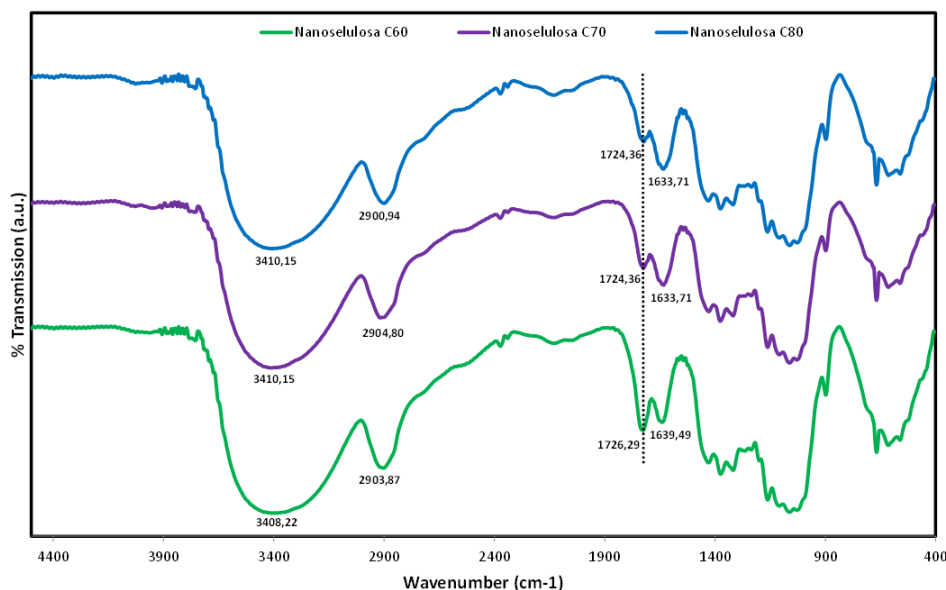
Gambar 5 menunjukkan spektra dari sampel nanoselulosa C60, C70, dan C80. Profil puncak spektra nanoselulosa yang mirip dengan spektra selulosa



Gambar 4. Spektra FTIR dari biomassa kulit pisang dan selulosa.

kerangka aromatik pada struktur serat [17]. Puncak

menunjukkan bahwa struktur selulosa tidak banyak



Gambar 5. Spektra FTIR dari sampel nanoselulosa C60, C70, dan C80.

berubah setelah dilakukan isolasi nanoselulosa dengan proses oksidasi menggunakan APS. Yang menarik untuk diamati adalah puncak pada rentang 1600 – 1800 cm^{-1} . Seperti yang dijelaskan oleh dan Leung dkk. [11] dan Lam dkk. [12], proses isolasi nanoselulosa menggunakan APS memberikan perubahan pada gugus di permukaan selulosa dan sebagian gugus hidroksil termodifikasi menjadi gugus karboksil. Puncak 1724 – 1726 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus karboksil pada sampel nanoselulosa. Intensitas dari puncak tersebut terlihat mengalami penurunan dari sampel C60 (yang tertinggi) hingga sampel C80 (yang terendah).

Penetralkan yang dilakukan setelah oksidasi oleh APS menggunakan larutan NaOH mengubah sebagian gugus karboksil menjadi COONa. Hal ini menyebabkan pergeseran puncak gugus karbonil dari sekitar 1700 cm^{-1} menjadi 1613 cm^{-1} [11]. Dikarenakan suspensi C80 yang lebih terdispersi, interaksi ion Na^+ dengan gugus COOH menjadi lebih banyak, sehingga gugus karboksil yang bereaksi menjadi COONa menjadi lebih banyak pula. Oleh karena itu, intensitas puncak di sekitar 1700 cm^{-1} menjadi semakin rendah seiring dengan struktur serat nanoselulosa yang semakin terdispersi.

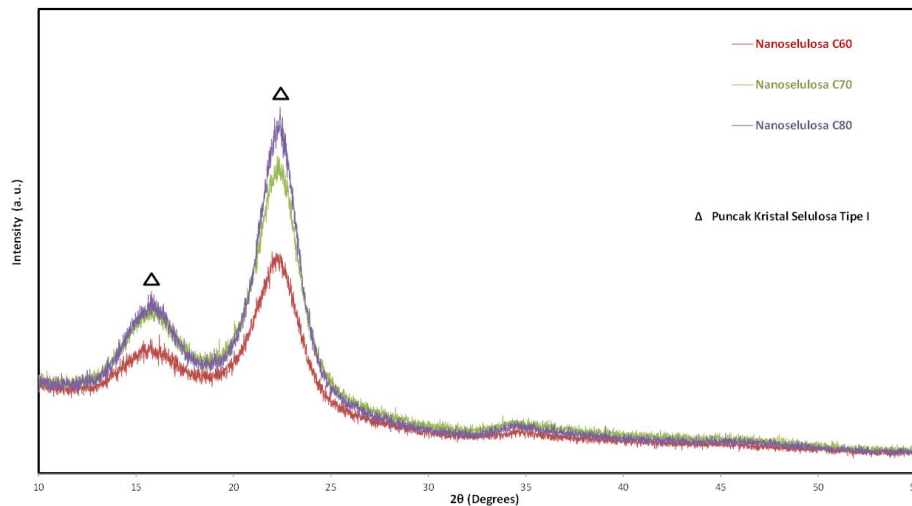
Selain itu, penurunan intensitas pada spektra kulit pisang dapat diamati di puncak 1730,15 cm^{-1} (vibrasi grup ester asetil dan uronik atau rantai ester dari grup karboksil asam ferulic dan p-coumaric dari lignin),

puncak 1507 – 1554 cm^{-1} (vibrasi gugus C=C pada cincin aromatik lignin), puncak 1247,94 cm^{-1} (cincin guaiacyl dengan penguluran C=O), dan 779,24 cm^{-1} (deformasi C-H) [21], [22]. Penurunan intensitas pada puncak-puncak tersebut menunjukkan bahwa penghilangan sebagian besar lignin berhasil dilakukan saat proses *bleaching*.

Analisis Uji Karakterisasi XRD

Data dari pengujian XRD memberikan informasi mengenai struktur kristal dari sampel nanoselulosa yang diperoleh. Dari Gambar 6, terlihat puncak yang ditandai oleh simbol Δ .

Puncak 2 θ di kisaran nilai 16° dan 22° dapat diamati pada sampel selulosa dan nanoselulosa. Puncak-puncak tersebut menunjukkan bahwa selulosa dan nanoselulosa yang berhasil diisolasi memiliki struktur kristal selulosa tipe I [23] yang secara umum ditemukan pada selulosa yang berasal dari sumber natural seperti bakteri dan lignoselulosa. Hal ini bersesuaian dengan pernyataan Leung dkk. [10] pada bagian analisa data FTIR yang mengindikasikan struktur kristal selulosa tipe I. Dari data struktur kristal tersebut, dapat disimpulkan pula bahwa proses isolasi nanoselulosa melalui oksidasi



Gambar 6. Pola XRD dari sampel selulosa dan nanoselulosa C60, C70, dan C80.

menggunakan tidak mengubah struktur dari kristal selulosa.

Informasi lain yang dapat diambil adalah nilai indeks kristalinitas (I_c) dari sampel nanoselulosa. Nilai I_c didapat dikalkulasi melalui metode Segel. Untuk sampel nanoselulosa C60, C70, dan C80 masing-masing memiliki nilai I_c sebesar 60,89%, 67,90%, dan 72,40%. Tabulasi data indeks kristalinitas dapat dilihat pada **Tabel 1**. Dari nilai I_c yang didapat, jelas terlihat bahwa terjadi peningkatan kristalinitas antara selulosa sebelum proses oksidasi menggunakan APS dengan sampel nanoselulosa yang didapat. Data ini bersesuaian dengan hasil yang didapat oleh Pelissari dkk. [7] dan Khawas dan Deka [6] yang menggunakan hidrolisis asam untuk isolasi nanoselulosa dari kulit pisang.

Selain itu terlihat pula pengaruh dari peningkatan suhu pada proses oksidasi menggunakan APS terhadap kristalinitas. Sampel C80 memiliki nilai kristalinitas terbesar diikuti oleh sampel C70 dan C60. Dapat disimpulkan bahwa peningkatan suhu saat proses oksidasi membantu senyawa oksidan menjadi lebih efektif saat memotong rantai selulosa amorf. Namun demikian, perlu dicermati bahwa peningkatan kristalinitas dari suhu 60 °C ke 70 °C lebih besar dibandingkan peningkatan kristalinitas dari suhu 70 °C ke 80°C. Dapat dikatakan untuk kondisi proses oksidasi 1M APS dan lama proses 16 jam, suhu oksidasi 80°C adalah suhu yang optimal untuk mendapatkan

nanoselulosa dari kulit pisang dengan nilai I_c yang relatif tinggi.

Kesimpulan

Isolasi nanoselulosa terkarboksilasi dari serat kulit pisang ambon lumut berhasil dilakukan. Nanoselulosa yang didapat setelah proses oksidasi pada temperatur 60 – 80 °C memiliki diameter rata-rata 12,1 – 25,1 nm. Spektra FTIR memberikan konfirmasi terjadinya modifikasi permukaan partikel nanoselulosa oleh gugus karboksil. Hasil uji XRD menunjukkan nanoselulosa memiliki struktur kristal tipe I.

Pengaruh kenaikan temperatur pada saat proses oksidasi menggunakan APS dapat terlihat pada morfologi dari nanoselulosa. Peningkatan temperatur mengubah morfologi nanoselulosa dari fiber menjadi *whisker*. Selain itu, peningkatan temperatur membantu meningkatkan dispersitas dari struktur nanoselulosa, sehingga mempermudah proses modifikasi permukaan nanoselulosa. Kenaikan temperatur juga menyebabkan peningkatan nilai I_c dari sampel nanoselulosa. Nilai I_c tertinggi ditunjukkan oleh sampel C80 sebesar 72,40%. Hasil analisa data-data karakterisasi menunjukkan bahwa kulit pisang ambon lumut berpotensi menjadi sumber alternatif untuk mendapatkan nanoselulosa yang terkarboksilasi.

Konflik Kepentingan

Penulis menyatakan tidak ada konflik kepentingan dalam penulisan artikel ini.

Penghargaan

Penulis ingin berterima kasih atas dukungan dari Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi (PPNN) ITB dalam melakukan karakterisasi material yang diperlukan pada penelitian ini.

Daftar Pustaka

- [1] "Outlook Komoditas Pisang." Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian, 2014, Accessed: Jan. 10, 2021. [Online]. Available: <http://epublikasi.setjen.pertanian.go.id/arsip-outlook/76-outlook-hortikultura/300-outlook-komoditas-pisang-2014>.
- [2] "Produksi Pisang Menurut Provinsi, 2013-2017." Badan Pusat Statistik dan Direktorat Jenderal Hortikultura, Accessed: Jan. 10, 2021. [Online]. Available: [https://www.pertanian.go.id/Data5tahun/HortiATAP2017\(.pdf\)/Pr%20duksi%20Pisang.pdf](https://www.pertanian.go.id/Data5tahun/HortiATAP2017(.pdf)/Pr%20duksi%20Pisang.pdf).
- [3] "Outlook Komoditas Pisang." Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian, 2016, Accessed: Jan. 10, 2021. [Online]. Available: <http://epublikasi.setjen.pertanian.go.id/arsip-outlook/76-outlook-hortikultura/424-outlook-pisang-2016>.
- [4] M. T. Postek, Ed., *Production and applications of cellulose nanomaterials*. Peachtree Corners, Ga: TAPPI Press, 2013.
- [5] B. Deepa et al., "Structure, morphology and thermal characteristics of banana nano fibers obtained by steam explosion," *Bioresource Technology*, vol. 102, no. 2, pp. 1988–1997, Jan. 2011, doi: 10.1016/j.biortech.2010.09.030.
- [6] P. Khawas and S. C. Deka, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from culinary banana peel using high-intensity ultrasonication combined with chemical treatment," *Carbohydrate Polymers*, vol. 137, pp. 608–616, Feb. 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.11.020.
- [7] F. M. Pelissari, P. J. do A. Sobral, and F. C. Menegalli, "Isolation and characterization of cellulose nanofibers from banana peels," *Cellulose*, vol. 21, no. 1, pp. 417–432, Feb. 2014, doi: 10.1007/s10570-013-0138-6.
- [8] M. Börjesson and G. Westman, "Crystalline Nanocellulose — Preparation, Modification, and Properties," in *Cellulose - Fundamental Aspects and Current Trends*, M. Poletto and H. L. Ornaghi, Eds. InTech, 2015.
- [9] K. Zhang, P. Sun, H. Liu, S. Shang, J. Song, and D. Wang, "Extraction and comparison of carboxylated cellulose nanocrystals from bleached sugarcane bagasse pulp using two different oxidation methods," *Carbohydrate Polymers*, vol. 138, pp. 237–243, Mar. 2016, doi: 10.1016/j.carbpol.2015.11.038.
- [10] A. C. W. Leung et al., "Characteristics and Properties of Carboxylated Cellulose Nanocrystals Prepared from a Novel One-Step Procedure," *Small*, vol. 7, no. 3, pp. 302–305, 2011, doi: <https://doi.org/10.1002/sml.201001715>.
- [11] E. Lam et al., "Green Strategy Guided by Raman Spectroscopy for the Synthesis of Ammonium Carboxylated Nanocrystalline Cellulose and the Recovery of Byproducts," *ACS Sustainable Chem. Eng.*, vol. 1, no. 2, pp. 278–283, Feb. 2013, doi: 10.1021/sc3001367.
- [12] R. V. Valmayor, International Network for Improvement of Banana and Plantain, and Asia and the Pacific Office, *Banana cultivar names and synonyms in Southeast Asia*. Los Baños, Philippines: INIBAP, Asia and the Pacific Office, 2000.
- [13] L. Segal, J. J. Creely, A. E. Martin, and C. M. Conrad, "An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer," *Textile Research Journal*, vol. 29, no. 10, pp. 786–794, Oct. 1959, doi: 10.1177/004051755902901003.
- [14] A. Dufresne, J.-Y. Cavaillé, and M. R. Vignon, "Mechanical behavior of sheets prepared from sugar beet cellulose microfibrils," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 64, no. 6, pp. 1185–1194, 1997, doi: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4628\(19970509\)64:6<1185::AID-APP19>3.0.CO;2-V](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4628(19970509)64:6<1185::AID-APP19>3.0.CO;2-V).
- [15] B. Deepa et al., "Utilization of various lignocellulosic biomass for the production of nanocellulose: a comparative study," *Cellulose*, vol. 22, no. 2, pp. 1075–1090, Apr. 2015, doi: 10.1007/s10570-015-0554-x.
- [16] H. Tibolla, F. M. Pelissari, and F. C. Menegalli, "Cellulose nanofibers produced from banana peel by chemical and enzymatic treatment," *LWT - Food Science and Technology*, vol. 59, no. 2, Part 2, pp. 1311–1318, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.lwt.2014.04.011.
- [17] J. Zhuang, M. Li, Y. Pu, A. Ragauskas, and C. Yoo, "Observation of Potential Contaminants in Processed Biomass Using Fourier Transform Infrared Spectroscopy," *Applied Sciences*, vol. 10, no. 12, p. 4345, Jun. 2020, doi: 10.3390/app10124345.
- [18] M. Cheng et al., "Efficient extraction of carboxylated spherical cellulose nanocrystals with narrow distribution through hydrolysis of lyocell fibers by using ammonium persulfate as an oxidant," *J. Mater. Chem. A*, vol. 2, no. 1, pp. 251–258, Nov. 2013, doi: 10.1039/C3TA13653A.
- [19] Y. Hu, L. Tang, Q. Lu, S. Wang, X. Chen, and B. Huang, "Preparation of cellulose nanocrystals and carboxylated cellulose nanocrystals from borer powder of bamboo," *Cellulose*, vol. 21, no. 3, pp. 1611–1618, Jun. 2014, doi: 10.1007/s10570-014-0236-0.
- [20] S. Elanthikkal, U. Gopalakrishnanapicker, S. Varghese, and J. T. Guthrie, "Cellulose microfibrils produced from banana plant wastes: Isolation and characterization," *Carbohydrate Polymers*, vol. 80, no. 3, pp. 852–859, May 2010, doi: 10.1016/j.carbpol.2009.12.043.
- [21] B. M. Cherian, L. A. Pothan, T. Nguyen-Chung, G. Mennig, M. Kottaisamy, and S. Thomas, "A Novel Method for the Synthesis of Cellulose Nanofibril Whiskers from Banana Fibers and Characterization," *J. Agric. Food Chem.*, vol. 56, no. 14, pp. 5617–5627, Jul. 2008, doi: 10.1021/jf8003674.
- [22] R. Zuluaga, J. L. Putaux, J. Cruz, J. Vélez, I. Mondragon, and P. Gañán, "Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features," *Carbohydrate Polymers*, vol. 76, no. 1, pp. 51–59, Mar. 2009, doi: 10.1016/j.carbpol.2008.09.024.
- [23] M. F. Rosa et al., "Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior," *Carbohydrate Polymers*, vol. 81, no. 1, pp. 83–92, May 2010, doi: 10.1016/j.carbpol.2010.01.059.