



**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA  
SECARA HIDROLISIS DENGAN VARIASI  
KONSENTRASI ASAM**

**SKRIPSI**

Oleh

**AGUS WEDI PRATAMA  
NIM 121810301016**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2016**



**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA  
SECARA HIDROLISIS DENGAN VARIASI  
KONSENTRASI ASAM**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh  
**Agus Wedi Pratama**  
**NIM 121810301016**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS JEMBER  
2016**

## PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada :

1. Ibunda Sunnawiyah, Ayahanda Zaini (alm) dan Adik Musrifatus Sholeha tercinta atas doa, dukungan dan motivasi yang diberikan selama ini.
2. Segenap sanak famili baik yang berada di Pulau Garam Madura maupun yang di Jember atas doa, dukungan dan motivasi yang diberikan selama ini.
3. Guru-guruku sejak sekolah dasar sampai perguruan tinggi, Kyai dan dewan asatidz Ponpes Raudhatut Thalibin Kolor Sumenep atas bantuan ilmu, dukungan serta doa selama ini.
4. Almamater Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

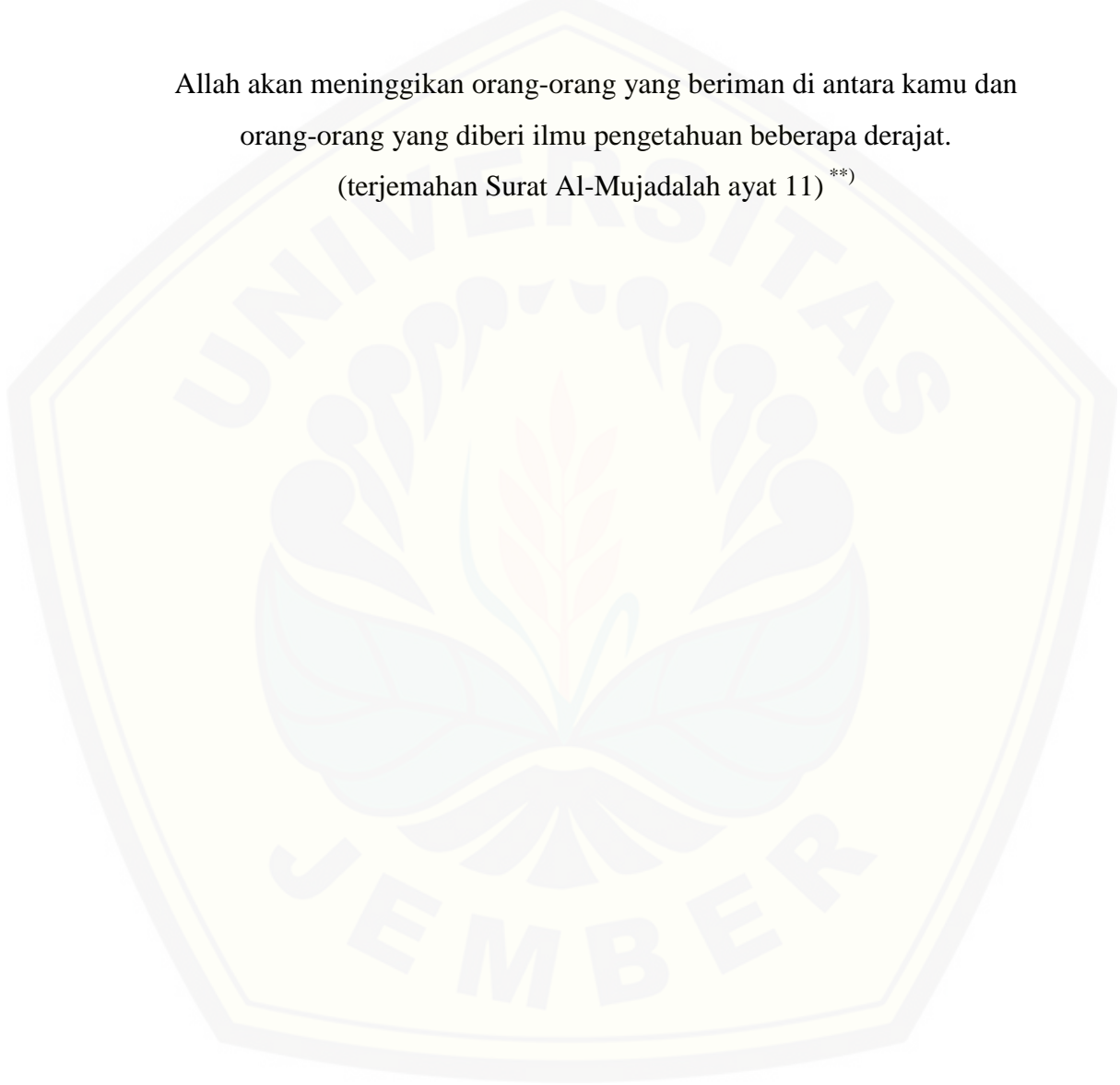
**MOTO**

*“Man Jadda Wajada”* \*)

(Siapa yang bersungguh-sungguh, dia akan berhasil)

Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat.

(terjemahan Surat Al-Mujadalah ayat 11) \*\*)



---

\*) Akbar Zainuddin. 2010. *10 Jalan Sukses Menghidupkan Prinsip Man Jadda Wajada*. Jakarta: Mizan Publika.

\*\*) Departemen Agama Republik Indonesia. 1998. *Al Qur'an dan Terjemahannya*. Semarang: PT Kumudasmoro Grafindo.

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Agus Wedi Pratama

NIM : 121810301016

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa Secara Hidrolisis dengan Variasi Konsentrasi Asam” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, November 2016

Yang menyatakan,

Agus Wedi Pratama  
NIM 121810301016

**SKRIPSI**

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA  
SECARA HIDROLISIS DENGAN VARIASI  
KONSENTRASI ASAM**

Oleh

Agus Wedi Pratama  
NIM 121810301016

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa Secara Hidrolisis dengan Variasi Konsentrasi Asam” karya Agus Wedi Pratama telah diuji dan disahkan pada:


hari, tanggal : SELASA 22 NOV 2016


tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember

Tim Penguji

Ketua (DPU),


Sekretaris (DPA),

  
Dr. Bambang Fijuharto, S.Si., M.Si.  
NIP. 197107031997021001

  
Dwi Indarti, S.Si, M.Si.  
NIP. 197409012000032004

Penguji I,

Penguji II,

  
Dr. Donatus Setyawan P. H., S.Si., M.Si.  
NIP. 196808021994021001

  
Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si.  
NIP. 198008302006042002

Mengesahkan,  
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,



Drs. Sujito, Ph.D.  
NIP. 196102041987111001

## RINGKASAN

**Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa Secara Hidrolisis dengan Variasi Konsentrasi Asam;** Agus Wedi Pratama, 121810301016; 2016: 47 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Nanoselulosa merupakan material yang terbuat dari selulosa yang memiliki ukuran nano dengan diameter sekitar 1-100 nm dan panjangnya 10-100 nm. Dibandingkan dengan selulosa, nanoselulosa memiliki keunggulan sifat diantaranya kekuatan tarik (*Tensile strength*) tinggi (500 Mpa), kristalinitasnya besar, luas permukaannya tinggi dan mudah terdispersi. Pembuatan nanoselulosa dapat dilakukan dengan berbagai metode yaitu secara mekanik, biologi dan kimiawi. Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan nanoselulosa secara kimiawi yaitu hidrolisis asam. Penelitian ini bertujuan untuk membuat nanoselulosa dari selulosa (MCC) dengan metode hidrolisis asam. Dalam penelitian ini dikaji pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap sifat-sifat nanoselulosa yang diperoleh yaitu struktur, kristalinitas, dan jumlah gugus muatan pada nanoselulosa.

Penelitian ini meliputi dua tahapan yaitu: (1) pembuatan nanoselulosa dengan hidrolisis asam dan (2) karakterisasi nanoselulosa. Tahapan pertama dalam penelitian ini dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi asam sulfat (45%, 50%, 55%, dan 60%) dilanjut dengan tahapan ultrasonikasi dan menghasilkan serbuk nanoselulosa (selanjutnya disebut NCC 45, NCC 50, NCC 55 dan NCC 60). Tahapan kedua dilakukan dengan beberapa analisis antara lain yaitu analisis gugus fungsi dengan *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR), kristalinitas menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan analisis morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Penentuan jumlah gugus muatan pada permukaan nanoselulosa dilakukan dengan titrasi konduktometri.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa nanoselulosa yang diperoleh secara fisik tidak ada perbedaan. Namun untuk perlakuan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 60% menghasilkan padatan hitam yang dikarenakan terlalu besarnya konsentrasi asam sulfat yang



digunakan. Hasil analisis FTIR menunjukkan terjadi perubahan struktur pada selulosa setelah hidrolisis dengan masuknya gugus sulfat. Peningkatan konsentrasi asam sulfat membuat nanoselulosa terdispersi dengan permukaan lebih halus pada konsentrasi lebih tinggi. Kristalinitas nanoselulosa semakin meningkat dengan semakin besarnya konsentrasi asam sulfat yang digunakan. Derajat kristalinitas MCC, NCC 45, NCC 50 dan NCC 55 secara berurutan yaitu 80,03%, 92,25%, 94,41%, dan 92,71%. Akan tetapi, terjadi penurunan kristalinitas pada NCC 55 yang dikarenakan konsentrasi asam sulfat lebih besar yang digunakan. Semakin meningkatnya konsentrasi asam sulfat juga mempengaruhi terhadap jumlah gugus muatan pada permukaan nanoselulosa. Jumlah gugus sulfat pada NCC 45, NCC 50 dan NCC 55 secara berurutan adalah 385 mmol/Kg, 547,5 mmol/Kg dan 745 mmol/Kg. Berdasarkan hasil ini menunjukkan bahwa semakin meningkatnya konsentrasi asam sulfat membuat jumlah gugus sulfat semakin besar pula. Berdasarkan material hasil analisis nanoselulosa yang diperoleh, berpotensi untuk digunakan sebagai flokulan dan adsorban.

## PRAKATA

Puji syukur Alhamdulillah ke hadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa Secara Hidrolisis dengan Variasi Konsentrasi Asam”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Kepala Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dan Kepala Laboratorium CDAST Universitas Jember;
4. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. dan Dwi Indarti, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Dosen Pembimbing Anggota, Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si. dan Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si. selaku penguji I dan penguji II;
5. I Nyoman Adiwinata, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah memberikan bimbingan dan motivasi dalam penyelesaian studi di Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
6. Dosen-dosen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember umumnya serta Dosen-dosen Jurusan Kimia khususnya yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan;
7. Teknisi-teknisi laboratorium Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dan Teknisi laboratorium CDAST Universitas Jember;

8. Rekan proyek penelitian NANOSELULOSA TEAM'S yaitu Lia, Nia dan Ayu yang selalu bekerjasama untuk terselesaikannya penelitian dengan baik;
9. Teman-teman Lanthanida 2012 tanpa terkecuali yang selalu memberikan semangat sehingga studi penulis terselesaikan dengan baik.
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Besar harapan penulis, semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk semua pihak. Amin.

Jember, November 2016

Penulis

**DAFTAR ISI**

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN BIMBINGAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>RINGKASAN</b> .....	vii
<b>HALAMAN PRAKATA</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xiii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xv
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	1
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	3
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	3
<b>1.4 Tujuan Penelitian</b> .....	3
<b>1.5 Manfaat Penelitian</b> .....	4
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
<b>2.1 Polimer</b> .....	5
<b>2.2 Selulosa</b> .....	6
<b>2.3 Sifat Kimia Selulosa</b> .....	8
<b>2.4 Degradasi Polimer</b> .....	9
<b>2.5 Nanoselulosa</b> .....	10
2.5.1 Sifat Fisika Kimia Nanoselulosa .....	11
2.5.2 Isolasi Nanoselulosa .....	11
<b>2.6 Titrasi Konduktometri</b> .....	15
<b>2.7 Scanning Elektron Microcopy (SEM)</b> .....	17

2.8 X-Ray Diffraction (XRD) .....	18
2.9 Fourier Transmission Infra Red (FTIR) .....	19
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN .....</b>	<b>21</b>
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian .....	21
3.2 Alat dan Bahan .....	21
3.2.1 Alat .....	21
3.2.2 Bahan .....	21
3.3 Rancangan Penelitian .....	21
3.4 Prosedur Penelitian .....	22
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>28</b>
4.1 Hasil Preparasi Nanoselulosa .....	28
4.2 Karakterisasi Nanoselulosa .....	33
4.2.1 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR .....	33
4.2.2 Struktur Morfologi dengan SEM .....	35
4.2.3 Derajat Kristallinitas dengan Difraksi X-Ray .....	37
4.2.4 Jumlah Gugus Sulfat dengan Titrasi Konduktometri .....	40
<b>BAB 5. PENUTUP .....</b>	<b>43</b>
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran .....	43
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>44</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>48</b>

**DAFTAR GAMBAR**

	Halaman
2.1 Struktur polimer berdasarkan keteraturan rantai .....	6
2.2 Struktur Selulosa .....	7
2.3 Degradasi selulosa menjadi nanoselulosa .....	13
2.4 Proses produksi nanoselulosa dengan ultrasonikasi .....	14
2.5 Kurva Titrasi Konduktometri .....	16
2.6 Sinar X menumbuk atom .....	18
2.7 Kromatogram XRD selulosa setelah dihidrolis dengan variasi waktu ..	19
3.1 Diagram Penelitian .....	22
3.2 Kurva Titrasi Konduktometri .....	26
4.1 Nanoselulosa .....	30
4.2 Mekanisme reaksi sulfatasi pada selulosa .....	32
4.3 Spektra IR selulosa dan nanoselulosa .....	33
4.4 Spektra IR selulosa dan nanoselulosa pada rentang 600-1500 $\text{cm}^{-1}$ ..	35
4.5 Pola Difraktogram hasil difraksi sinar-X .....	38
4.6 Profil titrasi konduktometri nanoselulosa .....	41

**DAFTAR TABEL**

	Halaman
2.1 Komposisi Kimia dari Material Alam Sumber Selulosa .....	8
4.1 Suspensi selulosa saat hidrolisis asam .....	29
4.2 Kristal Serbuk Nanoselulosa .....	31
4.3 Mode Vibrasi dari Gugus fungsi selulosa dan nanoselulosa .....	34
4.4 Profil Hasil Gambar SEM .....	36
4.5 Rincian perhitungan derajat kristallinitas .....	39
4.6 Densitas muatan dari nanoselulosa .....	42

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Perhitungan Pengolahan Data .....	48
A.1 Pembuatan Larutan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	48
A.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M .....	48
A.3 Pembuatan Larutan NaCl 0,001 M .....	49
A.4 Pembuatan Asam Oksalat 0,01 M .....	49
A.5 Pembuatan Larutan HCl 0,05 M .....	49
A.6 Standarisasi NaOH 0,01 M dengan Asam Oksalat 0,01 M .....	50
A.7 Perolehan Rendemen ( <i>Yield</i> ) Nanoselulosa .....	50
B. Karakterisasi Nanoselulosa .....	52
B.1 Titrasi Konduktometri Nanoselulosa .....	52
B.1.1 Hasil Data Mentah .....	52
B.1.2 Hasil Olahan Data .....	68
B.1.3 Perhitungan Hasil Data .....	68
B.2 Analisis XRD .....	69
B.2.1 Hasil Data Analisis .....	69
B.2.2 Pengolahan Data Hasil Analisis .....	71
B.3 Hasil Spektrum Analisis FTIR .....	73
B.3.1 Spektrum IR untuk MCC .....	73
B.3.2 Spektrum IR untuk NCC 45 .....	74
B.3.3 Spektrum IR untuk NCC 50 .....	74
B.3.4 Spektrum IR untuk NCC 55 .....	75
B.3.5 Spektrum Gabungan NCC 45, NCC 50 dan NCC 55 .....	75



## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Nanoselulosa merupakan material yang terbuat dari selulosa yang memiliki ukuran nano dengan diameter sekitar 1-100 nm dan panjangnya 10-100 nm (Lee *et al*, 2014). Material ini bersifat *thixotropy*, yaitu memiliki viskositas yang tinggi dalam kondisi normal namun dengan pengadukan secara terus-menerus viskositasnya dapat diturunkan (lebih encer). Nanoselulosa memiliki sifat yang unggul yaitu kekuatan tarik (*Tensile strength*) yang mencapai hingga 500 MPa, mirip dengan aluminium. Kekakuannya sekitar 140-220 GPa yang hampir menyaingi *kevlar*, dan rasio kekuatannya 8 kali dari *stainless steel* (Nugroho, 2016).

Dewasa ini nanoselulosa menjadi perhatian para peneliti maupun kalangan industri. Keunggulan nanoselulosa lainnya selain dalam kekuatan mekaniknya juga memiliki luas permukaan yang tinggi sehingga dapat digunakan sebagai *reinforcing nanofiller* pada material komposit. Nanoselulosa juga bersifat *biodegradable* sehingga ramah lingkungan. Berdasarkan keunggulan-keunggulan ini, harga nanoselulosa dapat mencapai US\$20-100 /kg, jauh di atas harga selulosa yang hanya US\$0,6-0,8 /kg. Nanoselulosa dapat diaplikasikan sebagai aerogel, penguat bahan pada komposit, kosmetik, adsorben, pengemulsi minyak di air, *coating agent*, komponen elektronik dan lain sebagainya (Nugroho, 2016).

Nanoselulosa dapat diperoleh dengan cara mendegradasi selulosa. Proses degradasi selulosa menjadi nanoselulosa dapat dilakukan dengan berbagai metode, yakni dengan perlakuan mekanik (homogenisasi dengan tekanan tinggi dan sonifikasi), perlakuan biologi (enzimatik dengan mikroorganisme) dan perlakuan kimiawi (oksidasi dan hidrolisis asam). Dewasa ini, hidrolisis asam banyak dipilih untuk mendegradasi selulosa. Lee *et al* (2014) menyebutkan bahwa perlakuan kimiawi banyak dipilih karena merupakan metode yang sangat efisien dan memerlukan biaya yang ekonomis.

Pembuatan nanoselulosa dengan hidrolisis asam dilakukan dengan menggunakan asam kuat. Prinsipnya, asam kuat yang memiliki sifat oksidator

kuat memecah ikatan  $\beta$ -1,4 glikosidik daerah amorf pada selulosa sehingga menyebabkan pemendekan panjang rantai dan penurunan berat molekul yang kemudian dapat dipisahkan antara daerah kristalin dan amorf dengan perbedaan berat molekul tersebut. Menurut Lee *et al* (2014), karakteristik nanoselulosa dari hidrolisis asam dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya sumber selulosa, jenis asam, konsentrasi asam, waktu reaksi, dan temperatur dari hidrolisis. Tang (2013) membuat nanoselulosa dari mikrokristal selulosa dengan hidrolisis menggunakan asam sulfat selama 90 menit pada  $50^{\circ}\text{C}$  dan menghasilkan nanoselulosa dengan diameter 10-20 nm, kristalinitas 90,38% dan ukuran kristal sebesar 58,99 Å. Tang (2014) membuat nanoselulosa dari mikrokristal selulosa dengan perbandingan mikrokristal dan asam yaitu 1:5 dengan menghasilkan nanoselulosa dengan diameter 10-20 nm, kristalinitas 90,38%.

Asam sulfat adalah jenis asam yang banyak digunakan dalam metode hidrolisis selulosa. Hidrolisis menggunakan asam sulfat menjadikan selulosa bermuatan negatif akibat terjadinya sulfatasi pada selulosa (Klemm *et al.*, 1998). Menurut Hosseinidoust (2015), untuk aplikasi industri obat-obatan adanya muatan pada permukaan nanoselulosa menjadi salah faktor penting yang mempengaruhi kinerja suatu nanopartikel. Banyaknya gugus bermuatan ( $-\text{OSO}_3^-$ ) pada nanoselulosa dipengaruhi oleh waktu hidrolisis dan konsentrasi asam sulfat yang digunakan. Semakin besar konsentrasi asam sulfat yang digunakan, maka akan membuat gugus bermuatan pada nanoselulosa semakin besar, namun demikian apabila konsentrasinya terlalu besar akan menurunkan kekristalannya. Ioelovich (2012) membuat nanoselulosa dari mikrokristal selulosa dengan asam sulfat 57-60 % (w/w) pada suhu  $45-50^{\circ}\text{C}$  menghasilkan nanoselulosa berukuran  $150-200 \times 10-20$  nm. Jika konsentrasi asam sulfat lebih besar dari 63% (w/w) membuat nanoselulosa yang dihasilkan bersifat amorf dengan modulus Young 0,5-0,7 Gpa. Perlakuan mekanik seperti ultrasonikasi setelah hidrolisis juga perlu dilakukan untuk mendispersi suspensi sehingga akan diperoleh nanoselulosa yang berukuran nano (Kargarzadeh, 2012). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Dong *et al* (1998), durasi ultrasonikasi optimum untuk mendapatkan perubahan dimensi

selulosa adalah selama 5 menit dengan menghasilkan nanoselulosa berukuran panjang 182 nm.

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini akan membuat nanoselulosa menggunakan metode hidrolisis asam. Asam yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah asam sulfat karena memiliki sifat oksidator yang kuat dan dengan asam sulfat akan mengalami sulfatasi pada beberapa permukaan dan menghasilkan selulosa yang bermuatan negatif pada permukaannya (Klemm *et al*, 1998). Konsentrasi asam sulfat dalam penelitian ini digunakan sebagai variabel untuk mengkaji sifat-sifat nanoselulosa yang dihasilkan.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap perubahan struktur, kristalinitas dan bentuk partikel nanoselulosa ?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap jumlah gugus bermuatan ( $-\text{OSO}_3^-$ ) pada nanoselulosa ?

## 1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini sebagai berikut:

1. Selulosa yang digunakan adalah selulosa mikrokristalin dari *Aldrich*
2. Hidrolisis selulosa dilakukan dengan suhu 50 °C selama 90 menit.
3. Perbandingan jumlah selulosa dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan 1 : 5 (w/v).

## 1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap terhadap perubahan struktur, kristalinitas dan bentuk partikel nanoselulosa
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap jumlah gugus bermuatan ( $-\text{OSO}_3^-$ ) pada nanoselulosa ?

### **1.5 Manfaat Penelitian**

Penelitian tentang pembuatan nanoselulosa dengan hidrolisis asam diharapkan dapat memberikan informasi mengenai perkembangan pembuatan nanoselulosa sehingga akan menjadi acuan penting bagi peneliti yang bekerja di pembuatan dan modifikasi nanoselulosa.



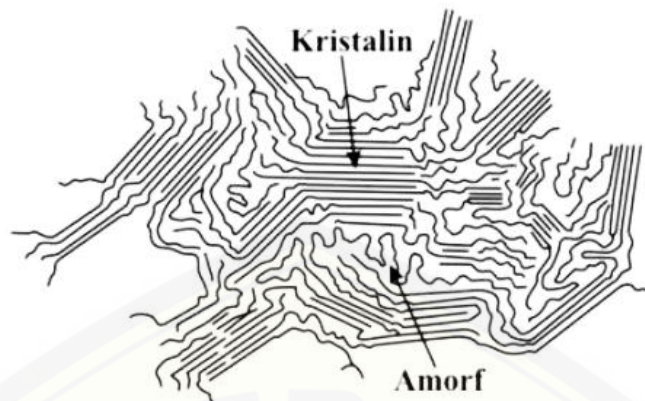
## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Polimer

Akhir-akhir ini polimer menjadi salah satu ‘bahan teknik’ yang penting untuk keperluan konstruksi atau suku cadang, disamping bahan konvensional lainnya seperti logam dan keramik. Sebagai ‘polimer komoditas’, yaitu bahan polimer yang digunakan pada pembuatan barang keperluan konsumen, misalnya untuk peralatan rumah tangga, mainan, alat kantor, dan sebagainya, volume kebutuhannya semakin meningkat. Bahan polimer juga telah dimodifikasi secara fisiko-kimiawi menjadi bahan khusus dengan karakteristik tertentu seperti untuk pembuatan peralatan kesehatan dan komponen elektronika. Bahan polimer khusus termodifikasi ini, yang walaupun volume produksinya kecil, harganya dapat mencapai puluhan kali harga polimer komoditas. Akibat kebutuhan tersebut, industri bahan polimer kini telah berkembang pesat mencapai pertumbuhan sampai 7% per tahun. Industri tersebut telah memperkenalkan berbagai terapan bahan polimer sampai tahun 1980-an, yang pada berbagai penggunaannya, bahan polimer tersebut telah menggantikan peranan bahan-bahan lain. Salah satu contoh, dalam dunia industri pipa distribusi air dan gas, bahan baja, besi, tembaga dan keramik telah digantikan oleh polipropilena dan polivinil klorida yang lebih murah dan mudah diperoleh (Wirjosentono, 1998).

Berdasarkan keteraturan rantainya, polimer dapat dibedakan menjadi polimer kristalin, semikristalin, dan amorf. Polimer kristalin merupakan polimer dengan susunan rantai yang teratur satu terhadap yang lainnya. Hal ini disebabkan oleh adanya ikatan antar rantai yang cukup kuat yaitu ikatan hidrogen. Polimer amorf memiliki susunan rantai acak. Polimer semikristalin memiliki sebagian rantai bersifat kristalin dan sebagian lagi bersifat amorf seperti pada gambar 2.1. Pada umumnya, polimer bersifat semikristalin. Kristalinitas polimer dapat ditentukan secara kuantitatif melalui difraksi sinar X.

Keberadaan struktur kristalin dan amorf menyebabkan suatu polimer dapat memiliki titik leleh ( $T_m$ ) dan titik transisi gelas ( $T_g$ ). Titik leleh adalah suatu temperatur di mana polimer padatan berubah menjadi cair. Titik leleh hanya



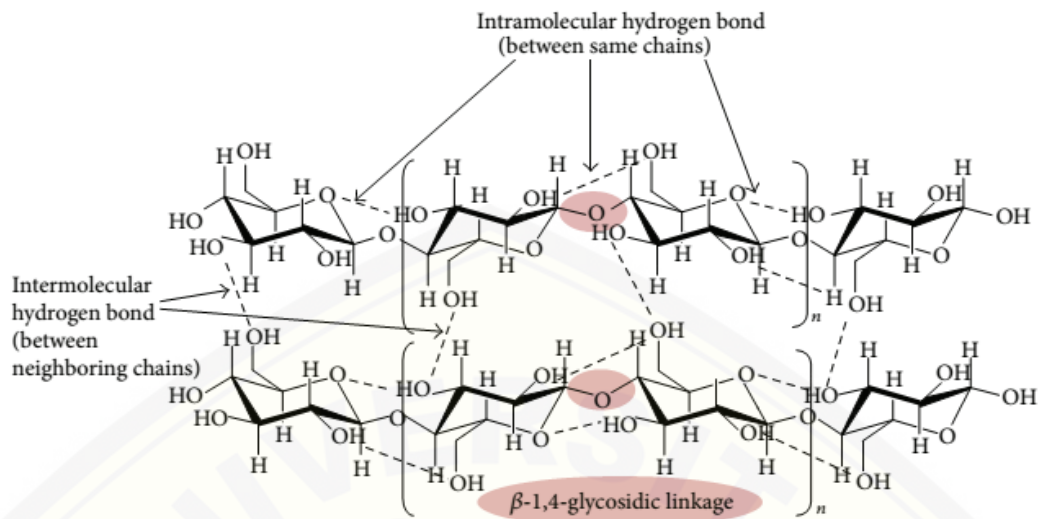
Gambar 2.1 Struktur Polimer Berdasarkan Keteraturan Rantai

dimiliki oleh polimer kristalin sedangkan titik transisi gelas merupakan temperatur di mana bagian polimer yang kaku seperti gelas berubah menjadi elastis seperti karet (Nurhidayati, 2007).

## 2.2 Selulosa

Selulosa adalah polimer alami yang terdiri atas monomer-monomer glukosa yang saling terikat dengan ikatan  $\beta$ -1,4-glikosida dengan rumus  $(C_6H_{10}O_5)_n$  dimana  $n$  merupakan derajat polimerisasi dari selulosa. Struktur selulosa ini yang membuat selulosa bersifat semikristalin yaitu terdapat daerah bagian kristalin dan daerah bagian amorf. Susunan rantai glukosa pada selulosa berupa rantai panjang sejajar, tidak memiliki cabang dan memiliki kecenderungan untuk membentuk ikatan hidrogen antar molekulnya seperti pada gambar 2.2. Hal ini yang menjadi faktor utama di mana semakin panjang rantai glukosa pada selulosa, maka akan semakin kuat serat dari selulosa tersebut serta tahan terhadap pengaruh bahan kimia dan mikroorganisme (Dirga, 2012).

Selulosa merupakan senyawa yang tidak berbau dan berasa, berbentuk padat amorf, berwarna putih. Selulosa memiliki titik leleh  $500 - 518^\circ C$ . Selulosa tidak larut dalam air dingin atau panas, dan pelarut organik. Proses *Swelling* akan terjadi pada selulosa apabila berada pada larutan alkali yang encer, seperti NaOH, larut dalam reagen *Schweitzer* dan larutan  $ZnCl_2$  (*Science Lab*, 2016).



Gambar 2.2 Struktur Selulosa (Lee *et al.*, 2014)

Selulosa merupakan polimer alami yang keberadaannya berada pada tumbuhan. Selulosa pada tumbuhan terdapat di dalam dinding sel pelindung tanaman, terutama pada tangkai, batang, dahan, dan semua bahan kayu. Selnya hidup di dalam jaringan kolenkim. Selulosa juga terdapat pada biji kopi dan serat kulit kacang. Selulosa pada daun, pembuluh *xylem* dan *floem* akan terletak berdampingan dan jaringannya tersusun di tulang daun. Walaupun susunan yang tampak pada daun, kedua jaringan ini akan disatukan dalam berkas-berkas yang direkatkan oleh pektin dan selulosa. Selulosa selain terdapat pada tumbuhan juga terdapat pada hewan. Selulosa pada hewan tingkat rendah terdapat di dalam organisme primitif, seperti rumput laut, flagelata, dan bakteri, misalnya pada bakteri *Acetobacter xylinum*. Nata de coco merupakan sumber selulosa yang diproduksi sebagai hasil proses fermentasi dalam substrat air kelapa dengan menggunakan bakteri *Acetobacter xylinum*. Kelebihan selulosa yang dihasilkan dari nata de coco adalah tidak bercampur dengan lignin dan hemiselulosa (Saxena, 1995).

Keberadaan selulosa di alam biasanya berasosiasi dengan polisakarida jenis lainnya seperti hemiselulosa dan lignin seperti pada tabel 2.1. Selulosa, hemiselulosa dan lignin akan membentuk kerangka utama pembentuk struktur

tumbuhan. Oleh sebab itu, untuk mendapatkan selulosa murni dari tumbuhan perlu dilakukan penghapusan hemiselulosa dan lignin (Zugenmaier *et al*, 2008).

Tabel 2.1 Komposisi Kimia dari Material Alam Sumber Selulosa

Sumber	Komposisi (%)			
	Selulosa	Hemiselulosa	Lignin	Ekstrak
Kayu keras	43-47	25-35	16-24	2-8
Kayu Lunak	40-44	25-29	25-31	1-5
Sisal	73	14	11	2
Tongkol Jagung	45	35	15	5
Batang Jagung	35	25	35	5
Kapas	95	2	1	2

(Zugenmaier *et al*, 2008)

### 2.3 Sifat Kimia Selulosa

Selulosa pada serat tanaman memberikan sebuah keadaan amorf, tetapi juga terasosiasi dengan fase kristalin diantara inter dan intramolekular ikatan hidrogen yang mana selulosa tidak meleleh sebelum mencapai degradasi termal. Selulosa tergabung pada serat yang mana paralel terhadap yang lainnya, dilingkupi dengan lignin dan hemiselulosa. Sifat yang terkandung pada selulosa antara lain sifat mekanik yang baik, densitas yang rendah, dan kemampuan terurai (Zimmerman *et al*, 2005), tergantung pada sifat selulosa yang ditunjukkan. Beberapa tipe dari selulosa (I, II, III, IV, dan V) dan tipe I menunjukkan sifat mekanik yang baik dan diterima dengan baik karena selulosa tipe I memiliki sebuah orientasi rantai paralel, sementara selulosa tipe II memiliki rantai anti paralel (Mandal, 2011).

Menurut Sjostrom (1995), berdasarkan derajat polimerisasinya dan kelarutannya dalam natrium hidroksida, selulosa dibagi menjadi tiga jenis yaitu :

1. Selulosa  $\alpha$  adalah selulosa dengan derajat polimerisasi 600-1500 serta tidak larut dalam 17,5% larutan NaOH. Selulosa  $\alpha$  merupakan selulosa yang paling tinggi tingkat kemurniannya, sehingga banyak digunakan dalam penentuan tingkat kemurnian selulosa.
2. Selulosa  $\beta$  adalah selulosa dengan derajat polimerisasi 15-90 serta larut dalam larutan NaOH 17,5% (basa kuat).



3. Selulosa  $\gamma$  adalah selulosa yang derajat polimerisasinya kurang dari 15 sedangkan kelarutannya juga dapat larut dalam larutan NaOH 17,5% (basa kuat).

Variasi derajat polimerisasi dari selulosa mempunyai pengaruh yang besar dengan reaktivitasnya, di mana gugus hidroksil yang terdapat dalam daerah amorf sangat mudah bereaksi (Sjostrom, 1995).

Selulosa dikenal sebagai polisakarida yang aman sehingga banyak digunakan diberbagai bidang diantaranya bahan dasar pada industri kertas, tekstil, sebagai biomaterial untuk kosmetika dan alat kesehatan karena sifatnya yang unik, seperti mampu mempertahankan air, memiliki kristalin indeks yang tinggi serta elastis. Selain itu, sifat selulosa yang biokompatibel dapat diaplikasikan dalam bidang kesehatan diantaranya dikembangkan sebagai bahan penyerap pada popok dan pembalut serta berpotensi dikembangkan sebagai *scaffold*. Aplikasi lainnya dalam bidang medis adalah sebagai membran tambahan untuk melindungi glukosa oksidasi terimobilisasi dalam biosensor yang digunakan untuk uji kadar gula darah. Sifat selulosa yang elastis, permeabel terhadap udara dan cairan, memiliki kekuatan tarik yang tinggi dapat dimanfaatkan untuk aplikasi tersebut (Bielecki, 2005).

#### 2.4 Degradasi Polimer

Degradasi adalah proses pemutusan rantai polimer menjadi rantai yang lebih pendek. Secara garis besar, proses degradasi dapat terbagi menjadi *chemical degradation*, *thermal degradation*, dan *biodegradation*. *Chemical degradation* adalah proses degradasi karena pengaruh zat-zat kimia seperti asam, basa, pelarut, dan sebagainya. Sementara *thermal degradation* adalah proses degradasi yang terjadi akibat pengaruh panas, sementara *biodegradation* merupakan degradasi yang terjadi akibat adanya faktor biologis, seperti bakteri dan enzim (Noezar dkk, 2008). Tujuan degradasi selulosa adalah untuk meningkatkan kristanilitasnya dengan menghilangkan bagian amorf dari selulosa tersebut (Surdia, 2000).

Degradasi selulosa ditandai dengan adanya putusnya ikatan rantai utama, sehingga menyebabkan pemendekan panjang rantai dan penurunan bobot molekul.

Reaksi ini juga terjadi pada gugus samping, namun pengaruhnya tidak sebesar bila dibandingkan dengan reaksi pada gugus utama. Perubahan sifat fisik mengakibatkan pembentukan ikatan kimia baru melalui mekanisme ikatan silang sehingga konversi molekul menjadi lebih tinggi (Surdia, 2000).

Menurut El-sakhawy & Hassan (2007), proses degradasi selulosa dapat dilakukan dengan hidrolisis asam. Asam kuat pada dasarnya adalah sebagai oksidator yang akan melepas kandungan air dan mendistribusikan biopolimer dalam lignoselulosa. Pengaruh hidrolisis asam pada kristal selulosa juga dipelajari dan hasilnya menunjukkan bahwa, dengan peningkatan konsentrasi asam, indeks kristalinitas menurun dengan cepat. Selain itu, kehadiran natrium hidroksida menurunkan indeks kristalinitas selulosa karena natrium hidroksida akan membuka dan memecah serat selulosa.

## 2.5 Nanoselulosa

Nanoselulosa adalah suatu material yang dapat diperbarui dalam banyak aplikasi berbeda, seperti dalam bidang kimia, makanan, farmasi, dan lain-lain. Modifikasi nanoselulosa, berbagai fungsi nanomaterial dikaitkan dengan fisika, kimia, dan biologi. Nanopartikel distabilkan dalam suspensi melalui proses hidrolisis dengan asam. Suspensi nanoselulosa dapat dibentuk menjadi suatu fase cairan kristalin. Modifikasi kimia sederhana dalam permukaan nanoselulosa dapat mengalami dispersibilitas dalam pelarut yang berbeda. Nanoselulosa diperoleh dari proses hidrolisis menggunakan asam dari  $\alpha$ -selulosa, diklasifikasikan dalam pembahasan baru nanomaterial. Proses isolasi nanoselulosa memiliki banyak peninjauan, seperti dimensi skala nanometer, tinggi kekuatan spesifik dan modulus, dan besarnya daerah permukaan (Habibi *et al*, 2010).

Nanoselulosa dapat menjadi inovasi polimer dalam penelitian dan aplikasi. Struktur supramolekul yang luar biasa dan karakteristik produk yang luar biasa, molekul yang tinggi dan kristalinitas selulosa yang tinggi dengan kadar air hingga 99% sehingga nanoselulosa memerlukan perhatian yang tinggi dibidang aplikasi selulosa (Samir *et al*, 2004).

### 2.5.1 Sifat Fisika Kimia Nanoselulosa

Partikel nanoselulosa memiliki kombinasi yang menguntungkan dari sifat fisiknya antara lain kekakuan tinggi aksial ( $\pm 150$  GPa), kekuatan tarik tinggi (diperkirakan 7,5 GPa), koefisien ekspansi termal rendah ( $\pm 1$  ppm / K), stabilitas termal sampai dengan 300°C, rasio aspek tinggi (10-100), dan densitas rendah ( $\pm 1.6$ g/cm<sup>3</sup>). Nanoselulosa ini telah berhasil ditambahkan ke berbagai polimer alami dan sintesis dan telah digunakan untuk memodifikasi sifat komposit (mekanik, optik, termal, penghalang) (Nugroho, 2016).

Nanoselulosa dapat diperoleh dari serat asli melalui hidrolisis asam, sehingga menghasilkan nanopartikel yang sangat kristal dan kaku (umumnya disebut sebagai *nanowhiskers*). Ukurannya lebih pendek (100 sampai 1000 nanometer) dibandingkan nanofibril yang diperoleh melalui homogenisasi. Senyawa yang dihasilkan ini kemudian dikenal sebagai selulosa nanokristalin (Nugroho, 2016).

### 2.5.2 Isolasi Nanoselulosa

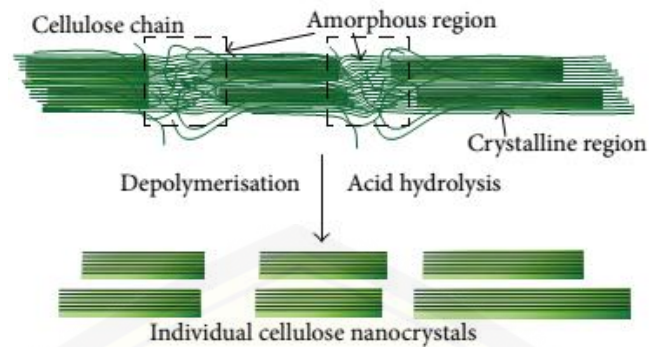
Metode degradasi selulosa menjadi nanoselulosa dapat dilakukan dengan perlakuan mekanik (homogenisasi dengan tekanan tinggi dan sonifikasi), perlakuan biologi (enzimatik dengan mikroorganisme) dan perlakuan kimiawi (oksidasi dan hidrolisis asam). Dewasa ini, hidrolisis asam banyak dilakukan untuk mendegradasi selulosa. Menurut Lee *et al* (2014) menyebutkan bahwa dengan hidrolisis asam akan memecah ikatan  $\beta$ -1,4 glikosidik daerah amorf pada selulosa dan perlakuan dengan hidrolisis asam merupakan proses paling efektif karena membutuhkan energi yang sangat rendah.

Hidrolisis asam merupakan proses utama yang digunakan dalam memproduksi nanoselulosa, di mana susunan blok kecil dilepaskan dari serat selulosa. Selulosa terdiri dari daerah amorf dan daerah kristalin. Daerah amorf memiliki densitas lebih rendah dibandingkan daerah kristalin, sehingga ketika selulosa diberikan perlakuan dengan menggunakan asam keras maka daerah amorf akan putus dan melepaskan daerah kristalin. Menurut Lee *et al* (2014), karakteristik nanoselulosa dari hidrolisis asam dipengaruhi oleh beberapa faktor

diantaranya sumber selulosa, jenis asam, konsentrasi asam, waktu reaksi, dan temperatur dari hidrolisis.

Asam sulfat dan asam klorida sering digunakan dalam produksi nanoselulosa, namun dispersabilitas dari nanoselulosa yang diperoleh dari kedua jenis asam ini berbeda, karena kelimpahan dari gugus sulfat pada permukaan, nanoselulosa yang diperoleh dari hidrolisis menggunakan asam sulfat dapat terdispersi dengan mudah di dalam air sementara nanoselulosa yang diperoleh dari hidrolisis menggunakan asam klorida tidak terdispersi dengan mudah, dan suspensi larutan cenderung terflokulasi (Peng, 2011). Kristal yang dihasilkan dengan menggunakan HCl menunjukkan stabilitas koloid yang rendah dan tidak bermuatan, sedangkan hidrolisis yang dilakukan dengan asam sulfat akan mengalami sulfatasi pada beberapa permukaan dan menghasilkan nanoselulosa yang bermuatan negatif pada permukaannya (Klemm, dkk., 2011).

Penggunaan asam yang berkonsentrasi besar akan mempengaruhi dalam proses hidrolisis asam selulosa. Menurut Hosseinidoust (2015), adanya muatan pada permukaan nanoselulosa menjadi salah faktor penting yang mempengaruhi kinerja suatu nanopartikel. Banyaknya gugus bermuatan ( $-\text{OSO}_3^-$ ) pada nanoselulosa dipengaruhi oleh waktu hidrolisis dan konsentrasi asam sulfat yang digunakan. Semakin besar konsentrasi asam sulfat yang digunakan maka akan membuat gugus bermuatan pada nanoselulosa semakin besar, namun apabila konsentrasinya terlalu besar akan menurunkan kekristalannya. Ioelovich (2012) membuat nanoselulosa dari mikrokristal selulosa dengan asam sulfat 57-60 % (w/w) pada suhu  $45-50^\circ\text{C}$  menghasilkan nanoselulosa berukuran  $150-200 \times 10-20$  nm. Menurutnya, jika konsentrasi asam sulfat lebih besar dari 63% (w/w) membuat nanoselulosa yang dihasilkan bersifat amorf dengan modulus Young 0,5-0,7 Gpa. Adanya hidrolisis asam akan membuat bagian amorf selulosa akan putus dan menyisakan bagian kristalinnya. Mekanisme hidrolisis asam pada selulosa seperti ditunjukkan pada gambar 2.3.



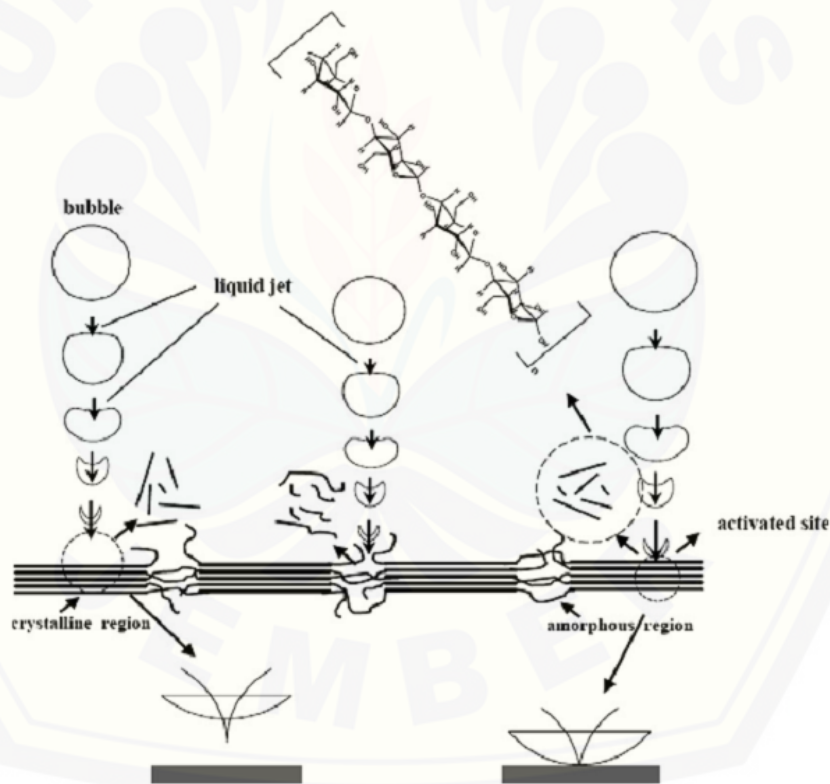
Gambar 2.3 Degradasi Selulosa Menjadi Nanoselulosa (Lee *et al.*, 2014)

Perkembangan inovasi teknologi yang telah dilakukan di dunia pangan sangat pesat, salah satunya pada proses ekstraksi. Inovasi teknologi dibutuhkan dalam proses ekstraksi yang bertujuan untuk memperoleh hasil yang tinggi dalam waktu relatif singkat. Metode yang dapat dijadikan pilihan untuk mencapai tujuan tersebut adalah metode ultrasonik. Metode ultrasonik di bidang pangan masih belum begitu populer, tetapi telah banyak dikembangkan di bidang kimia, biologi dan kedokteran (Keil, 2007).

Metode ultrasonikasi merupakan salah satu metoda sintesa nanopartikel yang sudah banyak digunakan oleh peneliti dan industri untuk sintesa nanomaterial (Paul, 2006). Hal ini karena adanya pengaruh dari pecahnya gelembung kavitasi yang terbentuk akibat gelombang ultrasonik, sehingga menimbulkan dapat memutus ikatan  $\alpha$ -glikosida pada daerah amorf selulosa seperti pada gambar 2.4. Menurut Sahroni (2013) perlakuan ultrasonikasi dapat memberikan efek terhadap struktur selulosa, seperti ukuran, kristalinitas, dan titik leleh. Li dkk., (2012) menggunakan metode mekanik dengan cara ultrasonikasi untuk memperoleh nanoselulosa. Ukuran nanoselulosa yang dihasilkan dengan daya ultrasonikasi pada saat sintesis sebesar 1500W adalah 50-250 x 10-20 nm. Menurutnya, adanya penambahan durasi waktu dalam ultrasonikasi menyebabkan penurunan ukuran dari nanoselulosa yang dihasilkan.

Karakteristik nanoselulosa yang dihasilkan dengan perlakuan ultrasonikasi dipengaruhi oleh waktu dan suhu saat ultrasonikasi. Menurut Li dkk (2012) durasi waktu dalam proses ultrasonikasi selulosa sangat mempengaruhi ukuran selulosa.

Semakin lama durasi waktu dalam ultrasonikasi akan menyebabkan penurunan ukuran nanoselulosa yang dihasilkan. Apabila terlalu kecil ukuran selulosa yang dihasilkan akan menyebabkan kekristalan nanoselulosa juga menurun, karena semakin sedikitnya ikatan hidrogen pada nanoselulosa. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Dong *et al* (1998), durasi ultrasonikasi optimum untuk mendapatkan perubahan dimensi selulosa adalah selama 5 menit dengan menghasilkan nanoselulosa berukuran panjang 182 nm. Selain waktu ultrasonikasi, suhu saat ultrasonikasi juga berpengaruh terhadap nanoselulosa yang dihasilkan. Menurut Lee *et al* (2014), penggunaan suhu yang terlalu tinggi saat proses ultrasonikasi menyebabkan terjadinya desulfatasi dari gugus sulfat pada selulosa sehingga saat dilakukan ultrasonikasi dilakukan di dalam *icebath*.



Gambar 2.4 Proses Produksi Nanoselulosa dengan Ultrasonikasi (Li dkk, 2012)

Beberapa keunggulan pada penggunaan teknologi ultrasonik dalam aplikasinya untuk berbagai macam pati dan polisakarida adalah : 1) proses ultrasonik tidak membutuhkan penambahan kimia dan bahan tambahan lain, 2)

prosesnya cepat dan mudah, yang berarti prosesnya tidak memerlukan biaya yang tinggi, 3) prosesnya tidak mengakibatkan perubahan yang signifikan pada struktur kimia, partikel, dan senyawa-senyawa bahan yang digunakan. Hal-hal yang mempengaruhi kemampuan ultrasonik untuk menimbulkan efek kavitasi yang diaplikasikan pada produk pangan antara lain, karakteristik ultrasonik seperti frekuensi, intensitas, amplitudo, daya karakteristik produk (seperti viskositas, tegangan permukaan) dan kondisi sekitar seperti suhu dan tekanan (Williams, 1983).

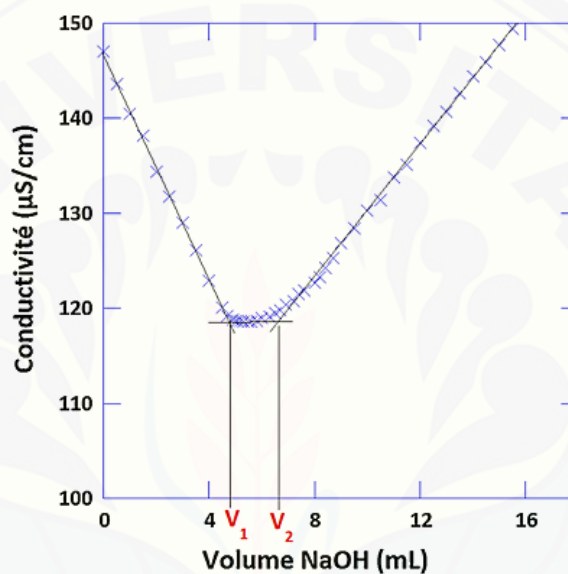
## 2.6 Titrasi Konduktometri

Titration konduktometri merupakan metode analisa kuantitatif yang didasarkan pada perbedaan harga konduktansi masing-masing ion. Proses konduktometri di dalamnya diperlukan sel konduktometrinya, yaitu alat mengukur tahanan sel. Namun titrasi ini kurang bermanfaat untuk larutan dengan konsentrasi ionik yang terlalu tinggi (Muizliana, 2010).

Titration konduktometri digunakan untuk menentukan daya hantar larutan sampel setelah ditambahkan titran. Dasar pengukuran dari metode titrasi ini jika perbedaannya antara konduktansi cukup besar sebelum dan sesudah penambahan reagen (larutan pentiter). Penggunaan titrasi konduktometri akan mendapatkan beberapa kemudahan yang mungkin tidak didapatkan jika menggunakan titrasi lainnya, misal tidak menggunakan indikator, karena dalam titrasi konduktometri ini hanya mengukur daya hantar larutan. Sehingga di dalam titrasi konduktometri ini tidak perlu mencari titik ekuivalen dengan melihat adanya perubahan warna. Walaupun demikian masih banyak kelemahan-kelemahan dalam titrasi konduktometri ini. Titrasi konduktometri hanya terbatas untuk larutan yang tergolong ke dalam larutan elektrolit saja. Sedangkan untuk larutan non elektrolit tidak dapat menggunakan titrasi konduktometri (Sukardjo, 1989).

Titration konduktometri merupakan salah satu dari sekian banyak macam-macam titrasi. Titrasi konduktometri ini tidak terlalu berbeda jauh dari titrasi-titrasi yang lainnya, yang membedakan biasanya hanya terdapat bagaimana cara untuk mengetahui titik ekivalen dari larutan itu. Titrasi konduktometri ini lebih

mudah jika dibandingkan dengan titrasi lainnya, walaupun ada kelemahan tetapi juga ada kelebihan. Titik ekuivalen dapat kita ketahui dari daya hantar dari larutan yang kita ukur, jika daya hantar sudah konstan berarti titrasi sudah mencapai ekuivalen. Titrasi ini juga tidak perlu menggunakan indikator. Titrasi konduktometri dapat dilakukan untuk menentukan kadar ion, dengan syarat ion tersebut terlibat dalam reaksi kimia sehingga terjadi penggantian satu jenis ion dengan yang lain yang berarti terjadi perubahan konduktivitas.



Gambar 2.5 Kurva Titrasi Konduktometri (Romdhane *et al*, 2014)

Gugus bermuatan pada koloid nanoselulosa hasil hidrolisis menggunakan asam sulfat dapat ditentukan dengan menggunakan titrasi konduktometri (Beck, 2014). Koloid nanoselulosa yang bermuatan negatif dititrasi dengan menggunakan larutan natrium hidroksida dan diukur konduktivitasnya selama dilakukan titrasi. Konduktivitas koloid nanoselulosa semakin berkurang dengan ditamhkannya larutan natrium hidroksida karena  $\text{Na}^+$  dikonsumsi untuk menetralkan gugus sulfat pada nanoselulosa dan kemudian kembali naik ketika volume NaOH melebihi yang dibutuhkan untuk menetralkan gugus sulfat seperti kurva yang ditunjukkan pada gambar 2.5 (Abitbol, 2013).



## 2.7 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Prinsip yang mendasari SEM adalah elektron. Dalam SEM, digunakan sinyal elektron BSEs (*Backscattered Electrons*) dan Ses (*Secondary Electrons*). Perbedaan spesimen dan topografi permukaan dipengaruhi terus-menerus, pengangkutan, dan tempat keluarnya sinyal elektron. Gambar dibentuk sebagai hasil SEM dan variasi-variasi intensitas sinyal elektron dikumpulkan berupa elektron beam dengan daerah scan (Stokes, 2008).

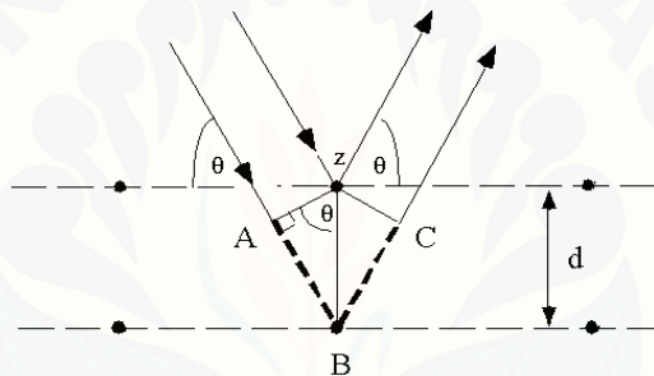
*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan alat yang dapat membentuk bayangan permukaan. Struktur permukaan suatu benda dapat dipelajari dengan mikroskop elektron pancaran karena jauh lebih mudah untuk mempelajari struktur permukaannya secara langsung. Prinsip dasarnya, SEM menggunakan sinyal yang dihasilkan elektron untuk dipantulkan atau berkas sinar elektron sekunder. SEM menggunakan prinsip scanning dengan prinsip utamanya adalah berkas elektron diarahkan pada titik-titik permukaan spesimen. Gerakan elektron diarahkan dari satu titik ke titik lain pada permukaan spesimen. Apabila seberkas sinar elektron ditembakkan pada permukaan spesimen maka sebagian elektron itu akan dipantulkan kembali dan sebagian lagi akan diteruskan. Apabila permukaan spesimen tidak rata, banyak lekukan, lipatan atau lubang-lubang maka tiap bagian permukaan itu akan memantulkan elektron dengan jumlah dan arah yang berbeda dan jika ditangkap *detector* akan diteruskan ke sistem layer dan akan diperoleh gambaran yang jelas dari permukaan spesimen dalam bentuk tiga dimensi (Nur, 1997).

Resolusi untuk TEM berkisar 0,1 nm, sedangkan untuk SEM resolusi maksimum paling baik 1 nm. Perbedaan utama antara SEM dan TEM ditinjau dari aspek teknologi adalah ketebalan spesimen yang digunakan. Ketebalan spesimen harus berukuran kecil antara 10-100 nm. Spesimen SEM dapat menggunakan ketebalan dalam satuan cm, yang dianalisa dengan SEM dan dikomparasikan dengan TEM, dalam hal ini, ultimasi resolusi kemampuan TEM tidak merupakan suatu syarat kebutuhan (Stokes, 2008).

## 2.8 X-Ray Diffraction (XRD)

Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) berperan penting dalam proses analisis padatan kristalin. XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000).

*X-Ray Diffraction* (XRD) digunakan untuk mengetahui nilai parameter kisi, struktur kristal dan derajat kekristalan. Derajat kekristalan adalah besaran yang menyatakan banyaknya kandungan kristal dalam suatu materi dengan membandingkan luasan kurva puncak dengan total luasan amorf dan Kristal.



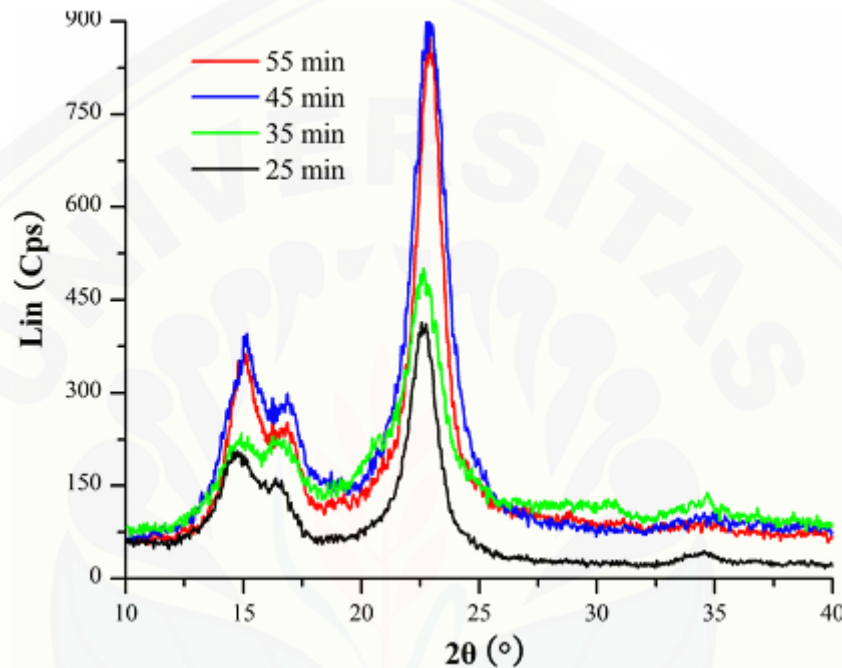
Gambar 2.6. Sinar X Menumbuk Atom (Lestari, 2009)

Sinar-X berinteraksi dengan elektron di dalam atom. Ketika foton sinar-X menumbuk elektron seperti pada gambar 2.6, beberapa foton akan dihamburkan dengan arah yang berbeda dari arah datangnya seperti halnya bola biliard yang saling bertumbukkan. Gelombang difraksi dari atom yang berbeda-beda dapat saling berinterferensi maksimal yang tajam (puncak-puncak) dengan kesimetrian sama yang menggambarkan distribusi atom-atom. Pengukuran pola difraksi akan menggambarkan distribusi atom di dalam analit atau bahan (Lestari, 2009).

Puncak-puncak pola difraksi sinar-X berhubungan dengan jarak antar bidang. Jika sinar-X dilewatkan pada atom-atom yang tersusun secara teratur dan periodik seperti diilustrasikan pada gambar secara dua dimensi di mana jarak antar bidang adalah  $d$ , maka difraksi dapat dituliskan sebagai :

$$2 d \sin \theta = \lambda$$

Persamaan tersebut dikenal sebagai hukum Bragg. Pada persamaan,  $\lambda$  merupakan panjang gelombang sinar-X,  $\theta$  adalah sudut hamburan dan  $n$  adalah orde difraksi (Lestari, 2009). Kromatogram mikrokrystal selulosa dan nanoselulosa berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sun (2015) ditunjukkan pada gambar 2.7.



Gambar 2.7 Kromatogram XRD Selulosa Setelah di Hidrolisis dengan Variasi Waktu (Sun, 2015)

### 2.9 Fourier Transmission Infra Red (FTIR)

Spektroskopi Infra Red (IR) adalah salah satu teknik identifikasi yang dapat digunakan untuk analisis senyawa secara kuantitatif dan kualitatif. Analisis kualitatif dilakukan untuk menentukan struktur polimer dan kopolimer sedangkan analisis kuantitatif ditentukan berdasarkan hukum Lambert Beer (Skoog, 1998).

Ketika molekul dikenai radiasi infra merah, energi yang diserap menyebabkan kenaikan dalam amplitudo getar atom-atom yang saling terikat dalam molekul tersebut sehingga terjadilah vibrasi (Fessenden, 1986). Analisis IR didasarkan pada perubahan vibrasi dari atom-atom tersebut. Umumnya vibrasi diklasifikasikan sebagai vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur menyangkut konstanta vibrasi antara dua atom sepanjang sumbu ikatan, sedangkan vibrasi

tekuk terjadi karena berubahnya sudut antara dua ikatan. Vibrasi tekuk dibagi menjadi empat tipe yaitu *scissoring*, *rocking*, *wagging*, dan *twisting* (Khopkar, 1990). Suatu ikatan akan menghasilkan pita serapan pada panjang gelombang yang khas. Namun apabila sebuah ikatan dapat mengalami vibrasi ulur maupun vibrasi tekuk maka pita serapan yang muncul akan berbeda. Pita serapan pada panjang gelombang tersebut disesuaikan dengan jenis vibrasinya. Pita serapan khas yang diperoleh dapat digunakan untuk identifikasi gugus fungsi suatu senyawa (Skoog, 1998).

Pengukuran IR akan menghasilkan spektrum infra merah. Daerah antara 1400-4000  $\text{cm}^{-1}$  di dalam spektrum merupakan daerah yang khusus berguna untuk identifikasi gugus-gugus fungsional. Korelasi antara suatu pita dan suatu gugus fungsional tidak dapat ditarik dengan cermat namun setiap senyawa memiliki pita serapan yang unik di sini. Oleh karena itu, bagian spektrum yang unik ini dinamakan daerah sidik jari (Fessenden, 1986).

Metoda FTIR memiliki keunggulan dibanding IR biasa. Keunggulannya adanya rasio sinyal terhadap noise yang lebih rendah, dapat mendeteksi sinyal-sinyal lemah vibrasi molekul, jumlah sampel yang diperlukan sedikit serta dapat mendeteksi sampel pada absorbansi yang tinggi (Khopkar, 1990).

## BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas MIPA dan Laboratorium *Center for Development of Advanced Science and Technology* (C-DAST) Universitas Jember.

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Mei 2016 sampai Juli 2016.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah beaker glass 50 mL, 250 mL dan 500 mL; labu ukur 1000 mL, 100 mL dan 50 mL; Erlenmeyer 25 mL, 50 mL dan 100 mL; pipet volume 5 mL; pipet mohr 1 mL dan 10 ml; pipet tetes; labu leher tiga 100 mL dan 1000 mL; Buret 50 mL; Kondensor refluks; Selang; Neraca Analitis; Kertas Saring; Termometer; *Hot Plate Stirrer*; Oven; Buret; Sentrifugator (Merk HITACHI CR21GIII); Tabung gas nitrogen; Seperangkat ultrasonik (Merk SONIFIER 250); Seperangkat alat Konduktometer; Seperangkat alat FTIR (Merk Shimadzu); Seperangkat alat SEM (Merk FEI, Type: Inspect-S50); dan Seperangkat alat XRD (Merk PANanalytical, Type: E'xpert Pro).

#### 3.2.2 Bahan

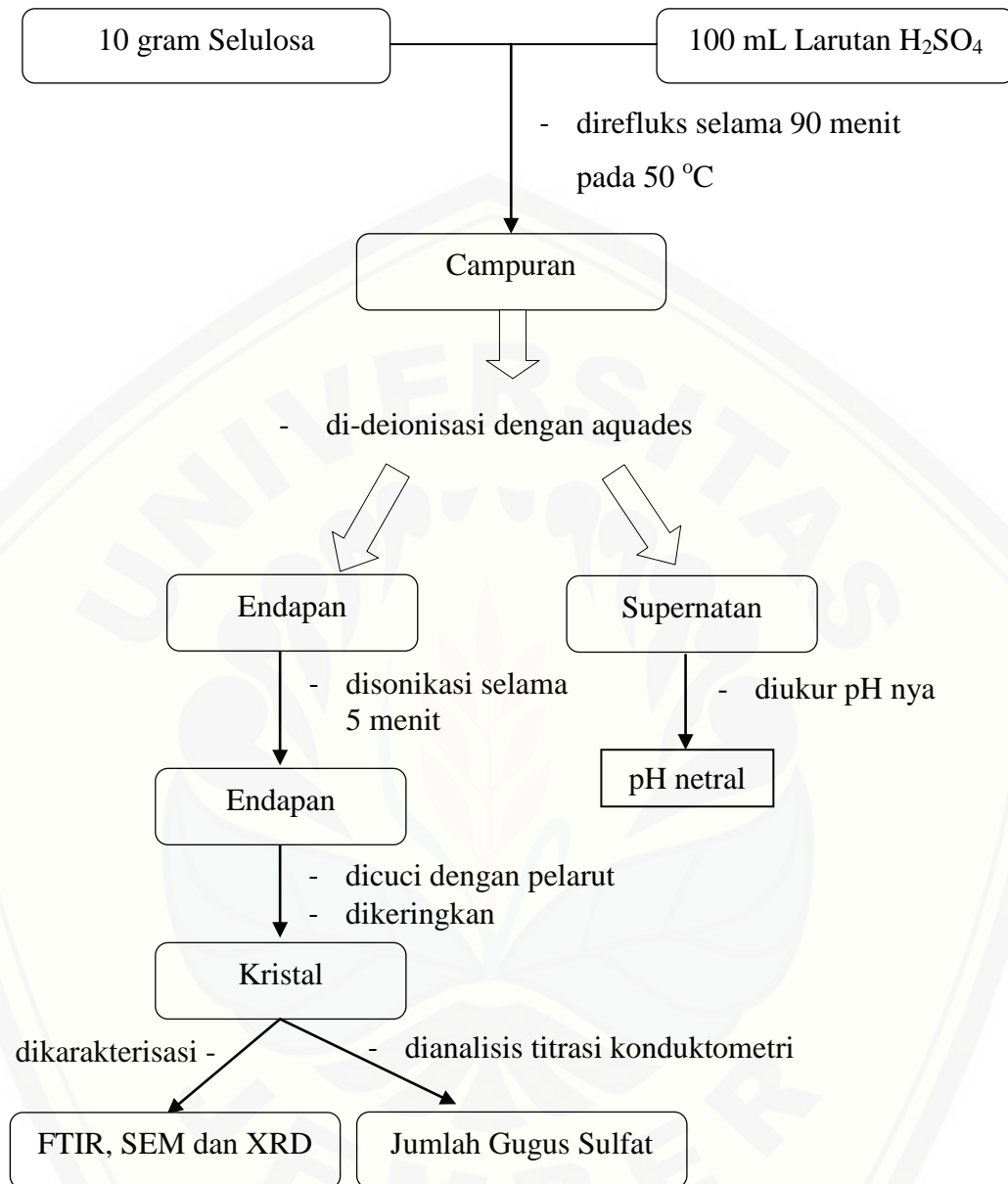
Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah Mikrokrystal Selulosa (*Aldirch*), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98% (pa. merck), HCl 37% (merck), Etanol (merck), Aseton (merck), Heksan (merck), Kristal NaCl (merck), Kristal NaOH (merck), Kristal Asam Oksalat (merck), Kristal Phenolphtalen (merck), dan aquades.

### 3.3 Rancangan Penelitian

#### 3.3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dibagi dalam dua tahap: tahap hidrolisis selulosa dan karakterisasi nanoselulosa. Secara keseluruhan, tahapan penelitian ini digambarkan dalam skema gambar 3.1.

### 3.3.2 Diagram Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Penelitian

## 3.4 Prosedur Penelitian

### 3.4.1 Pembuatan Nanoselulosa

Pembuatan nanoselulosa dilakukan dalam beberapa tahapan, diantaranya pembuatan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 45%; 50%; 55%; dan 60% dari larutan induk. Proses selanjutnya yaitu hidrolisis selulosa menggunakan variasi konsentrasi larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sehingga diperoleh nanoselulosa.

a. Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  45%; 50%; 55% dan 60%.

➤ Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  45%

Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  45% dilakukan dengan mengambil larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%) sebanyak  $46 \pm 0,5$  mL. Larutan asam sulfat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

➤ Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50%

Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  50% dilakukan dengan mengambil larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%) sebanyak  $51 \pm 0,5$  mL. Larutan asam sulfat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

➤ Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  55%

Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  55% dilakukan dengan mengambil larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%) sebanyak  $56 \pm 0,5$  mL. Larutan asam sulfat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

➤ Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  60%

Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  60% dilakukan dengan mengambil larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%) sebanyak  $61 \pm 0,5$  mL. Larutan asam sulfat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

b. Hidrolisis asam

Larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dengan variasi konsentrasi 45%; 50%; 55%; dan 60% sebanyak 100 mL dimasukan ke dalam labu leher tiga bersih dan diaduk pada  $50^\circ\text{C}$  menggunakan pengaduk magnetik. Selanjutnya, ditambahkan 10 gram serbuk selulosa ke dalam labu leher tiga berisi larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  untuk dihidrolisis selama 90 menit dengan pengadukan. Campuran hasil dari hidrolisis kemudian ditambahkan aquades sebanyak 500 mL. Selanjutnya, campuran yang dihasilkan disentrifugasi pada 10.000 rpm selama 10 menit pada  $25^\circ\text{C}$  untuk memisahkan dari fasa cairnya. Bagian supernatannya diukur pH nya menggunakan pH meter

sementara bagian endapan ditambahkan aquades kembali dan disentrifugasi diperoleh endapan dan supernatan. Bagian supernatannya diukur pH nya kembali dengan pH meter. Proses pencucian ini dilakukan hingga pH supernatan mendekati netral. Setelah proses pencucian, bagian suspensi nanoselulosa selanjutnya diultrasonikasi selama 5 menit menggunakan sonikator (Tang, 2013).

Nanoselulosa kering didapatkan dengan dilakukan pencucian suspensi nanoselulosa terlebih dahulu menggunakan etanol, aseton dan heksan secara berurutan. Setiap pencucian dengan pelarut, pemisahan dilakukan dengan proses sentrifugasi. Langkah selanjutnya yaitu dikeringkan pada  $50^{\circ}\text{C}$  selama semalam, kemudian didinginkan hingga suhu kamar dan ditimbang beratnya. Pengeringan dilakukan sampai berat konstan (Ioelovich, 2012).

#### 3.4.2 Titrasi Konduktometri

Titration konduktometri dilakukan untuk menentukan jumlah gugus sulfat pada permukaan nanoselulosa. Tahapan yang dilakukan adalah preparasi bahan yaitu pembuatan larutan NaCl 0,001M, larutan HCl 0,05M, larutan NaOH 0,01M dan asam oksalat 0,05M. Proses selanjutnya adalah standarisasi larutan NaOH menggunakan asam oksalat. Tahap akhir yaitu titrasi konduktometri nanoselulosa menggunakan larutan NaOH.

##### a. Preparasi Bahan

Prosedur penentuan jumlah gugus fungsi pada nanoselulosa memerlukan beberapa larutan tambahan, antara lain :

##### ➤ Larutan NaOH 0,01 M

Pembuatan larutan NaOH 0,01 M dilakukan dengan menimbang 0,403 gram NaOH, selanjutnya NaOH dimasukkan dalam gelas kimia dan dilarutkan dengan akuades. Setelah NaOH terlarut kemudian diencerkan larutan hingga 100 mL dalam labu ukur, kemudian pindahkan ke dalam gelas kimia dan diambil sebanyak 10 mL dengan pipet dan diencerkan dengan akuades hingga 100 mL dalam labu ukur.

##### ➤ Larutan NaCl 0,001 M

Pembuatan NaCl 0,001M dilakukan dengan menimbang 0,034 gram kristal



NaCl. Langkah selanjutnya, kristal dimasukkan ke dalam gelas kimia dan dilarutkan dengan sedikit akuades hingga larut sempurna. Setelah larut, larutan NaCl dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas.

➤ Larutan HCl 0,05 M

Pembuatan larutan HCl 0,05M dilakukan dengan mengambil larutan HCl (98%) sebanyak 0,4 mL dengan pipet mohr 1 mL. Larutan asam klorida dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

➤ Larutan asam oksalat 0,01 M

Pembuatan asam oksalat 0,01 M dilakukan dengan menimbang 0,063 gram kristal asam oksalat, kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia dan dilarutkan dengan sedikit akuades hingga larut sempurna. Larutan asam oksalat yang telah larut dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas.

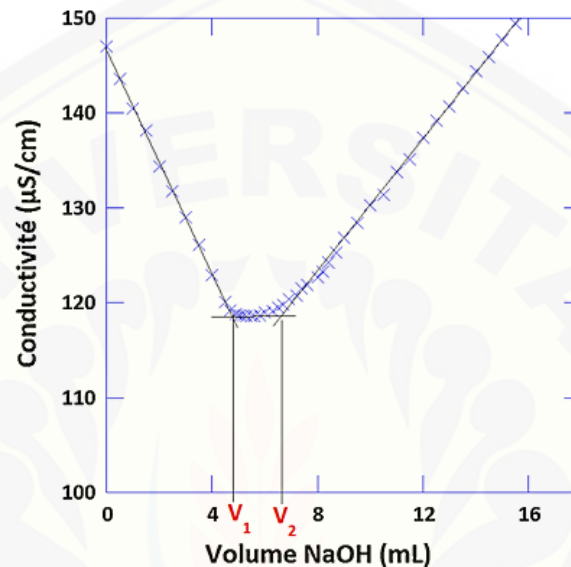
b. Standarisasi larutan NaOH

Larutan NaOH 0,1 M dimasukkan ke dalam buret 50 mL, selanjutnya dimasukkan 10 mL asam oksalat 0,01 M kedalam erlenmeyer. Ditambahkan sebanyak 3 tetes indikator phenolphthalein ke dalam larutan asam oksalat. Larutan asam oksalat kemudian dititrasi dengan larutan NaOH 0,01 M sedikit demi sedikit hingga larutan titrat mengalami perubahan warna dari tidak berwarna menjadi berwarna merah muda. Proses standarisasi larutan NaOH dilakukan dengan tiga kali pengulangan (triplo).

c. Titrasi konduktometri nanoselulosa

Sebanyak 1 gram nanoselulosa serbuk dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan kemudian ditambahkan 50 mL larutan NaCl 0,001 M. Larutan dimasukkan kedalam labu ukur 500 mL, kemudian ditambahkan larutan NaCl 0,001 M hingga tanda batas. Larutan yang dihasilkan kemudian dipindahkan ke dalam labu leher tiga 1L dan ditambahkan 5 mL larutan HCl 0,05 M. Larutan

diukur konduktivitasnya menggunakan Konduktometer (*Thermo Scientific Orion bintang 4*) sambil diaduk dengan pengaduk stirer, kemudian ditambahkan larutan NaOH 0,01M yang sudah distandarisasi ke dalam larutan sebanyak 0,5 mL pada awal titrasi dan 0,3 mL ketika mendekati titik belok. Pengukuran dilakukan secara duplo di bawah tekanan gas nitrogen pada suhu kamar (Romdhane *et al*, 2014).



Gambar 3.2 Kurva Titrasi Konduktometri (Romdhane *et al*, 2014)

Konsentrasi gugus bermuatan kemudian dihitung dari kurva titrasi seperti pada gambar 3.2 menggunakan persamaan berikut:

$$mmol/Kg = \frac{C \times (V_1)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

dimana, C adalah konsentrasi larutan NaOH (mmol/L); m adalah berat kering sampel CNC (kg); V<sub>1</sub> adalah volume larutan NaOH dikonsumsi pada titik persimpangan pertama (L); (Romdhane *et al*, 2014).

### 3.4.3 Karakterisasi Nanoselulosa

#### a. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Morfologi nanoselulosa dapat diketahui dengan mikroskop elektron yaitu SEM. Data yang diperoleh dari analisis SEM ini akan memberikan suatu informasi mengenai ukuran partikel panjang maupun lebarnya. Prosedur

penggunaan SEM diawali dengan merekatkan sampel dengan stab yang terbuat dari logam spesimen palladium. Pemotretan dilakukan setelah memilih bagian tertentu dari objek (sampel) dan perbesaran yang diinginkan sehingga diperoleh foto yang baik dan jelas.

b. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Nanoselulosa yang dihasilkan dilakukan identifikasi gugus fungsi menggunakan instrumen FTIR. Sampel nanoselulosa dicetak di atas kaca sehingga diperoleh serbuk nanoselulosa. Sampel berbentuk padatan dibuat pelet. Pelet KBr dibuat dengan menggerus sampel dan kristal KBr (0.1-2.0 % berdasar berat) sehingga merata kemudian diberi tekanan sampai diperoleh pelet. Pelet siap untuk dianalisis. Bilangan gelombang yang dipergunakan adalah 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  (Nurnayani, 2014).

c. *X-Ray Diffraction* (XRD)

Kristalinitas nanoselulosa diukur menggunakan *X-ray diffractometer* (Philips PW40), menggunakan radiasi  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ) pada 40 kV and 35 mA. Radiasinya diukur pada rentang  $2\theta = 5-40^\circ$ , dengan laju scan  $2^\circ/\text{min}$ . Indeks kristalinitas (Crl) diukur menggunakan persamaan :

$$Crl = \frac{\text{Luas Fraksi Kristal}}{\text{Luas Fraksi Kristal} + \text{Luas Fraksi Amorf}} \times 100 \% \dots\dots(2)$$

dimana luas fraksi kristal adalah hasil kali intensitas dan lebar puncak komponen kristalin (200) refleksi ( $2\theta = 22.5^\circ$ ) dan luas fraksi amorf adalah hasil kali intensitas dan lebar puncak komponen amorf (110) refleksi ( $2\theta = 16^\circ$ ) (Maddahy, 2012).

## BAB 5. PENUTUP

### 5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dalam penelitian ini adalah :

1. Hidrolisis selulosa dengan asam sulfat menghasilkan perubahan struktur rumus kimia pada selulosa dengan masuknya gugus sulfat pada rantai selulosa. Peningkatan konsentrasi asam sulfat meningkatkan kristalinitas nanoselulosa dengan bentuk permukaan lebih halus pada konsentrasi asam yang tinggi. Derajat kristalinitas MCC, NCC 45, NCC 50, dan NCC 55 secara berurutan adalah 80,03%, 92,25%, 94,41%, dan 92,71%.
2. Peningkatan konsentrasi asam sulfat untuk menghidrolisis selulosa menghasilkan jumlah gugus sulfat pada permukaan nanoselulosa semakin meningkat pula yaitu pada NCC 45, NCC 50 dan NCC 55 secara berurutan adalah 385 mmol/Kg, 547,5 mmol/Kg dan 752,5 mmol/Kg.

### 5.2 Saran

Penelitian lebih lanjut dalam penyempurnaan penelitian ini dapat berupa penambahan variabel misalnya pengaruh variasi komposisi asam sulfat dan selulosa karena variabel tersebut dapat mempengaruhi sifat fisik nanoselulosa yang dihasilkan. Selain itu juga diperlukan pengujian TEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengamati struktur dengan resolusi yang lebih tinggi yang tidak sekedar dipermukaan, namun struktur pada lapisan yang lebih dalam.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abitbol, T., Kloser, E., Gray, D. 2013. Estimation of the surface sulfur content of cellulose nanocrystal prepared by sulfuric acid hydrolysis. *Springer Science. Cellulose*. Vol 20 (2): 785-794.
- Arnoult, M; Dargent, E; Mano, JF. 2007. Mobile Amorphous Phase Fragility in Semi-crystalline Polymers : Comparison of PET and PLLA. *Journal of Polymer Elsevier*. Vol 48 (4):1012 – 1019.
- Aulia, F. 2012. Studi Penyediaan Nanokristal Selulosa Dari Tandan Kosong Sawit (TKS). *Skripsi*. Medan: USU.
- Beck, S., Methot, M., Bouchard, J. 2014. General Procedure for determining cellulose nanocrystal sulfate half-ester content by conductometry titration. *Springer Science. Cellulose*. Vol 22 (1): 101-116.
- Bielecki, S., Krystynowicz, A., Turkewicz, M. And Kallnowska, H. 2005. Bacterial Cellulose. Polysaccharides and Polyamides in the Food Industry, A.Steinbuchel, S.K. Rhee (Eds.), Willey-VCH verlag, Weinheim, Germany. 31-85.
- Bondenson, A. and Kristina, O. 2006. Optimization of the Isolation of Nanocrystals from Microcrystalline Cellulose by Acid Hydrolysis. *Journal of cellulose*. Vol 13 (2): 171-180.
- Cowd, M. A. 1991. *Kimia Polimer*. Bandung: Penerbit ITB.
- Dodd, J. W. 1987. *Thermal Methods*. New York: John Willey and Sons, Inc.
- Dong, X. M., Revol, J., Gray, D. 1998. Effect of microcrystallite preparation conditions on the formation of colloid crystals of cellulose. 0969-0239 *Blackie Academic & Professional. Cellulose*. Vol 5 (1): 19-32.
- El-sakhawy, M. and Hassan, M. L. 2007. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues. *Carbohydrate Polymers*. Vol 67 (1): 1-10.
- Fessenden, Ralf J. dan Joan S. 1986. *Kimia Organik jilid 3*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Habibi, Y., L. A., Lucia and O.J. Rojas. 2010. Cellulose Nanocrystal: Chemistry Self-Assembly and Application. *Chemical Reviews*. Vol 110 (6): 3479–3500.

- Hosseinidoust, Z., Alam, N., Sim, G., Tufenkji, N. 2015. Cellulose nanocrystals with tunable surface charge for nanomedicine. View Article Online. *Nanoscale*. Vol 7 (40): 16647-16657.
- Ioelovich, M. 2012. Optimal Condition for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Nanoscience and Nanotechnology*. Vol 2 (2): 9-13.
- Keil, F. J. 2007. Modeling of Process Esterification. *Ultrasonic Vs. Microwave Extraction Intensification of Active Principles from Medicinal Plants*.
- Khopkar, SM. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*, A. Saptorahardjo (penerjemah). Jakarta: Penerbit UI.
- Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., dan Wagenknecht, W. 1998. Comprehensive Cellulose Chemistry. Volume 2: Functionalization of Cellulose. *Weinheim : Wiley-VCH Verlag GmbH*. Hal. 2-3.
- Lee, H. V., S. B. A. Hamid, S. K. Zain. 2014. Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose : Structure and Chemical Process. Review Article. *Scientific World Journal 2014*. Vol 27 (2014): 631013.
- Lestari, A. 2009. *Sintesis Dan Karakterisasi Komposit Apatit-Kitosan Dengan Metode In-Situ Dan Ex-Situ*. Bogor: IPB.
- Li, W., Yue, J., Liu, S. 2012. Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly(vinyl alcohol) composites. *Ultrasonic Sonochemistry*. Vol 19: 479-485.
- Maddahy, N. K., Ramezani, O., and Kermanian, H. 2012. Production of Nanocrystalline Cellulose from Sugarcane Bagasse. *Proceedings of the 4th International Conference on Nanostructures (ICNS4)* 12-14 March Kish Island, I. R. Iran.
- Mandal, A. And C. Debrabrata. 2011. Isolation of Nanocellulose from Waste Sugarcane Bagasse (SCB) and its Characterization. Department of Polymer Science and Technology, Calcutta University. *Carbohydrate Polymers*. Vol 86: 1291– 1299.
- Muizliana, Choir. 2010. *Percobaan 5 Konduktometri* <http://choalialmu89.blogspot.com/2010/10/percoban5konduktometri.html> [diakses pada 7 Maret 2016].
- Noezar, I., V.S. Praptowidodo, R. Nugraheni, M.H. Nasution. 2008. *Biodegradable Polymer dari Asam Laktat*. Bandung: ITB.

- Nugroho, W. 2014. Pembuatan Cellulose Powder dari Ampas Tebu dengan Variasi Konsentrasi dan Volume Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Skripsi*. Yogyakarta: UGM.
- Nur, C. 1997. *Pengaruh Radiasi Sinar Gamma dan Rapat Massa serta Sifat Mekanisme HDPE dan LDPE*. Medan: Lembaga Penelitian USU.
- Nurbayani, A. 2014. Waktu Optimum Isolasi Nanokristalin Selulosa Bakterial Dari Limbah Kulit Nanas. *Skripsi*. Bandung: UPI.
- Peng, B., N. Dhar, and K.C. Tam. 2011. Chemistry and Applications of Nanocrystalline Cellulose and Its Derivatives: A Nanotechnology Perspective. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*. Vol 89 (5): 1191-1205.
- Rowe, R.C., Sheskey, P.J., dan Quinn, M.E. 2009. Handbook of Pharmaceutical Excipients. Edisi keenam. London: *Pharmaceutical Press*. Hal. 129 – 133, 136-138.
- Samir, M. A. S. A., F. Alloin, J. Sanchez and A. Dufresne. 2004. Cross-Linked Nanocomposite Polymer Electrolytes Reinforced With Cellulose Whiskers. *Macromolecules*. Vol 37 (13): 4839–4844.
- Sarah M. Andrew. 2000. *Dialysis and Concentration of Protein Solution*. New York: John Willey and Sons, Inc.
- Saxena, I. M. and Brown, R. M .Jr. 1995. Identification of a Second Cellulose Synthase Gene (acsAll) in *Acetobacter xylinum*. *Journal of Bacteriology*. Vol 177 (18): 5276-5283.
- Science Lab*. 2016. *Cellulose MSDS*. [serial online] [www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9927490](http://www.sciencelab.com/msds.php?msdsId=9927490) [7 Maret 2016]
- Silverstein, T. and Zhang, Y. 1998. Sugar Dehydration without Sulfuric Acid: No More Choking Fumes in the Classroom. *Journal of Chemical Education*. Vol 75 (6): 748.
- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu Dasar–Dasar dan Penggunaannya*. Edisi 2. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Skoog, D. 1998. *Principles Instrumental Analysis*. 5th edition. New York: John Wiley and Sons.
- Smallman. 2000. *Metalurgi Fisik Modern & Rekayasa Material Edisi Keenam*. (alih bahasa: Ir. Sriati Djaprie, M. Met). Jakarta: Erlangga.

- Stokes, D. J. 2008. *Principles and Practice of Variable Pressure/ Environmental*. New York: John Willey and Sons, Inc.
- Sukardjo. 1989. *Kimia Fisika*. Yogyakarta: Bina Aksara.
- Sumardjo, D. 2008. *Pengantar Kimia*. Jakarta: EGC.
- Surdia, T, M.S. Met. E. 2000. *Pengetahuan Bahan Teknik*. Jakarta: PT. Pradya Paramita.
- Tang, L., Huang, B., Lu, Q., Wang, S., Ou, W., Lin, W., Chen, X. 2013. Ultrasonication-assisted manufacture of cellulose nanocrystals esterified with acetic acid. *Bioresource Technology*. Vol 127 (1): 100–105.
- Vasconelos, Cunha, G., Mazur, Lago, G., Edson G., Rezende, Cerquiera, M., Costa, Leali, M. 2010. Evaluation of Crystallization Kinetics of Poly (Ether-Ketone-Ketone) and Poly (Ether-Ether-Ketone) by DSC. *Journal of Aerospace Technology and Management*. Vol 2 (2): 155 – 162.
- William, A. R.. 1983. Ultrasound: Biological Effects and Potential Hazards. *Journal of Clinical Ultrasound*. Vol. 13 (1): 73.
- Wirjosentono, B. 1998. *Analisis dan Karakterisasi Polimer*. Medan: USU Press.
- Xiang, Q., Y.Y. Lee, P.O. Pettersson, and R.W.Torget. 2006. Heterogenous Aspects of Acid Hydrolysis of cellulose. *App. Biochem. And Biotechnol*. Vol 105 (1): 505-514.
- Zimmerman, T.T. and Geiger,T. 2005. Processing and Characterization of Nanofibrillated Cellulose/Layerd Silicate Systems. *J Mater Sci*. Vol 47 (10): 4370–4382.
- Zugeinmaier, P. 2008. *Crystalline Cellulose and Derivatives Characterization and Structures*. Germany: Clausthal-Zellerfeld.



**LAMPIRAN****LAMPIRAN A. PERHITUNGAN PENGOLAHAN DATA****A.1 Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**

- Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 45 %

Pengenceran H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari induk (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%), volume yang diambil 46 mL :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$98 \% \cdot 46 \text{ mL} = M_2 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 45 \%$$

- Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50 %

Pengenceran H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari induk (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%), volume yang diambil 51 mL :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$98 \% \cdot 51 \text{ mL} = M_2 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 50 \%$$

- Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 55%

Pengenceran H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari induk (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%), volume yang diambil 56 mL :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$98 \% \cdot 56 \text{ mL} = M_2 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 55 \%$$

- Pembuatan Larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 60%

Pengenceran H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari induk (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%), volume yang diambil 61 mL :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$98 \% \cdot 61 \text{ mL} = M_2 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 60 \%$$

**A.2 Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M**

Diketahui : Mr NaOH = 40 g/mol

Massa kristal NaOH = 0,403 gram

$$n = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{0,403 \text{ g}}{40 \text{ g/mol}} = 0,0101 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{0,0101 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 0,101 \text{ M}$$

Selanjutnya, dilakukan pengenceran, volume yang diambil 10 mL :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$0,101 \text{ M} \cdot 10 \text{ mL} = M_2 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,0101 \text{ M}$$

### A.3 Pembuatan Larutan NaCl 0,001 M

Diketahui : Mr NaCl = 68,5 g/mol

Massa kristal NaOH = 0,034 gram

$$n = \frac{\text{massa}}{\text{Mr}} = \frac{0,034 \text{ g}}{68,5 \text{ g/mol}} = 0,00049 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{0,00049 \text{ mol}}{0,5 \text{ L}} = 0,00098 \text{ M}$$

### A.4 Pembuatan Larutan Asam Oksalat (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 0,01 M

Diketahui : BM C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O = 126 g/mol

$$M = \frac{n}{V}$$

$$n = 0,01 \text{ mol/L} \times 0,05 \text{ L} = 0,0005 \text{ mol}$$

$$m = n \times \text{BM} = 0,0005 \text{ mol} \times 126 \text{ g/mol} = 0,063 \text{ g}$$

Larutan C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,01 M dibuat dengan menimbang 0,063 g kristal C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yang dilarutkan dalam 50 mL aquades.

### A.5 Pembuatan Larutan HCl 0,05 M

Diketahui :  $\rho = 1,18 \text{ g/mL}$

BM = 36,5 g/mol

$$m = \rho \times V$$

$$= 1,18 \text{ g/mL} \times 100 \text{ mL} = 118 \text{ g}$$

Massa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 100% = 118 g, sehingga massa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 37% =  $118 \text{ g} \times \frac{37}{100} = 43,7 \text{ g}$

$$n = \frac{m}{\text{BM}} = \frac{43,7 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol}} = 1,20 \text{ mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{1,20 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 12 \text{ M}$$

Dilakukan pengenceran larutan HCl induk, volume yang diambil 0,4 mL :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12 \text{ M} \cdot 0,4 \text{ mL} = M_2 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$M_2 = 0,048 \text{ M}$$

#### A.6 Standarisasi Larutan NaOH 0,01 M dengan H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,01 M

$$\text{NaOH } 0,01 \text{ M} = 0,01 \text{ N}$$

$$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ } 0,01 \text{ M} = 0,02 \text{ N}$$

Pengulangan 1, dibutuhkan volume NaOH sebanyak 21,1 mL

$$n \text{ NaOH} = n \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_1 \cdot 21,1 \text{ mL} = 0,02 \text{ N} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$N_1 = 0,0095 \text{ N}$$

Pengulangan 2, dibutuhkan volume NaOH sebanyak 21,5 mL

$$n \text{ NaOH} = n \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_1 \cdot 21,5 \text{ mL} = 0,02 \text{ N} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$N_1 = 0,0093 \text{ N}$$

Pengulangan 3, dibutuhkan volume NaOH sebanyak 21 mL

$$n \text{ NaOH} = n \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_1 \cdot 21 \text{ mL} = 0,02 \text{ N} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$N_1 = 0,0095 \text{ N}$$

Sehingga, konsentrasi rata-rata NaOH adalah :

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{0,0095 \text{ N} + 0,0093 \text{ N} + 0,0095 \text{ N}}{3} = \frac{0,028 \text{ N}}{3} = 0,0094 \text{ N}$$

#### A.7 Perolehan Rendemen (*yield*) Nanoselulosa

Perolehan *Yield* dihitung menggunakan rumus :

$$\% \text{ Yield} = \frac{\text{massa hasil nanoselulosa}}{\text{massa selulosa awal}} \times 100 \%$$

dimana massa selulosa awal = 10 gram, sehingga

➤ NCC 45

Massa hasil nanoselulosa = 7,68 gram

$$\% \text{ Yield} = \frac{7,68 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100 \% = 76,8 \%$$

➤ NCC 50

Massa hasil nanoselulosa = 6,98 gram

$$\% \text{ Yield} = \frac{6,98 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100 \% = 69,8 \%$$

➤ NCC 55

Massa hasil nanoselulosa = 1,67 gram

$$\% \text{ Yield} = \frac{1,67 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100 \% = 16,7 \%$$

➤ NCC 60

Massa hasil nanoselulosa = 0,17 gram

$$\% \text{ Yield} = \frac{0,17 \text{ gram}}{10 \text{ gram}} \times 100 \% = 1,7 \%$$

**LAMPIRAN B. KARAKTERISTIK NANOSELULOSA****B.1 Titrasi Konduktometri Nanoselulosa****B.1.1 Hasil Data Mentah**

➤ Data NCC 45

PENGULANGAN 1		PENGULANGAN 2	
Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)	Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)
0	0,46	0	0,45
1	0,45	1	0,45
2	0,45	2	0,44
3	0,44	3	0,44
4	0,43	4	0,43
5	0,43	5	0,43
6	0,42	6	0,43
7	0,42	7	0,42
8	0,41	8	0,42
9	0,4	9	0,41
10	0,4	10	0,41
11	0,39	11	0,4
12	0,39	12	0,4
13	0,38	13	0,39
14	0,37	14	0,38
15	0,37	15	0,38
16	0,36	16	0,37
17	0,35	17	0,37
18	0,35	18	0,36
19	0,34	19	0,36
20	0,34	20	0,35
21	0,33	21	0,34
22	0,32	22	0,34
23	0,32	23	0,33
24	0,31	24	0,32
25	0,31	25	0,31
26	0,3	26	0,3
27	0,29	27	0,3
28	0,28	28	0,29
29	0,28	29	0,29
30	0,27	30	0,28
31	0,26	31	0,28
32	0,26	32	0,27

---

33	0,25	33	0,26
34	0,25	34	0,26
35	0,24	35	0,25
36	0,25	36	0,25
37	0,24	37	0,24
<b>38</b>	<b>0,23</b>	38	0,23
39	0,23	<b>39</b>	<b>0,22</b>
40	0,23	40	0,22
41	0,23	41	0,22
41,5	0,23	42	0,22
42	0,23	42,5	0,22
42,5	0,23	43	0,22
43	0,23	43,5	0,22
43,5	0,23	44	0,22
44	0,23	44,5	0,22
44,5	0,23	45	0,22
45	0,24	45,5	0,22
45,5	0,24	46	0,23
46	0,24	46,5	0,23
47	0,24	47	0,23
48	0,25	48	0,23
49	0,25	49	0,24
50	0,26	50	0,24
51	0,26	51	0,24
52	0,26	52	0,24
53	0,27	53	0,25
54	0,27	54	0,25
55	0,28	55	0,25
56	0,28	56	0,26
57	0,28	57	0,26
58	0,28	58	0,27
59	0,29	59	0,27
60	0,29	60	0,28
61	0,3	61	0,28
62	0,3	62	0,28
63	0,3	63	0,28
64	0,31	64	0,29
65	0,31	65	0,29
66	0,31	66	0,3
67	0,32	67	0,3
68	0,32	68	0,3
69	0,32	69	0,31

---

---

70	0,33	70	0,31
71	0,33	71	0,31
72	0,33	72	0,32
73	0,34	73	0,32
74	0,34	74	0,32
75	0,35	75	0,33
76	0,35	76	0,33
77	0,35	77	0,33
78	0,36	78	0,34
79	0,36	79	0,34
80	0,36	80	0,35
81	0,37	81	0,35
82	0,37	82	0,35
83	0,37	83	0,36
84	0,38	84	0,36
85	0,38	85	0,36
86	0,38	86	0,37
87	0,39	87	0,37
88	0,39	88	0,37
89	0,39	89	0,38
90	0,4	90	0,38
91	0,4	91	0,38
92	0,4	92	0,39
93	0,41	93	0,39
94	0,41	94	0,39
95	0,41	95	0,4
96	0,42	96	0,4
97	0,42	97	0,4
98	0,42	98	0,41
99	0,43	99	0,41
100	0,43	100	0,41
101	0,43	101	0,42
102	0,43	102	0,42
103	0,44	103	0,42
104	0,44	104	0,43
		105	0,43
		106	0,43
		107	0,43
		108	0,44
		109	0,44
		110	0,45

---

## ➤ Data NCC 50

PENGULANGAN 1		PENGULANGAN 2	
Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)	Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)
0	0,66	0	0,64
1	0,65	0,5	0,64
2	0,64	1	0,64
2,5	0,64	1,5	0,63
3	0,64	2	0,63
3,5	0,63	2,5	0,63
4	0,63	3	0,62
4,5	0,62	3,5	0,62
5	0,62	4	0,61
5,5	0,62	4,5	0,61
6	0,61	5	0,61
6,5	0,61	5,5	0,6
7	0,61	6	0,6
7,5	0,6	6,5	0,6
8	0,6	7	0,59
8,5	0,59	7,5	0,59
9	0,59	8	0,58
9,5	0,59	8,5	0,58
10	0,58	9	0,58
10,5	0,58	9,5	0,57
11	0,58	10	0,57
11,5	0,57	10,5	0,57
12	0,57	11	0,56
12,5	0,57	11,5	0,56
13	0,57	12	0,56
13,5	0,56	12,5	0,55
14	0,56	13	0,55
14,5	0,55	13,5	0,55
15	0,55	14	0,54
15,5	0,55	14,5	0,54
16	0,54	15	0,53
16,5	0,54	15,5	0,53
17	0,54	16	0,52
17,5	0,53	16,5	0,52
18	0,53	17	0,52
18,5	0,53	17,5	0,51
19	0,52	18	0,51
19,5	0,52	18,5	0,51



---

20	0,52	19	0,5
20,5	0,51	19,5	0,5
21	0,51	20	0,5
21,5	0,51	20,5	0,49
22	0,5	21	0,49
22,5	0,5	21,5	0,49
23	0,5	22	0,48
23,5	0,49	22,5	0,48
24	0,49	23	0,48
24,5	0,49	23,5	0,47
25	0,48	24	0,47
25,5	0,48	24,5	0,47
26	0,48	25	0,46
26,5	0,47	25,5	0,46
27	0,47	26	0,46
27,5	0,47	26,5	0,45
28	0,46	27	0,45
28,5	0,46	27,5	0,45
29	0,46	28	0,44
29,5	0,45	28,5	0,44
30	0,45	29	0,44
30,5	0,45	29,5	0,43
31	0,44	30	0,43
31,5	0,44	30,5	0,43
32	0,44	31	0,42
32,5	0,43	31,5	0,42
33	0,43	32	0,42
33,5	0,43	32,5	0,41
34	0,42	33	0,41
34,5	0,42	33,5	0,41
35	0,42	34	0,4
35,5	0,41	34,5	0,4
36	0,41	35	0,4
36,5	0,41	35,5	0,39
37	0,4	36	0,39
37,5	0,4	36,5	0,39
38	0,4	37	0,39
38,5	0,39	37,5	0,38
39	0,39	38	0,38
39,5	0,39	38,5	0,38
40	0,39	39	0,38
40,5	0,38	39,5	0,37

---

---

41	0,38	40	0,37
41,5	0,38	40,5	0,37
42	0,38	41	0,37
42,5	0,37	41,5	0,36
43	0,37	42	0,36
43,5	0,37	42,5	0,36
44	0,37	43	0,36
44,5	0,36	43,5	0,35
45	0,36	44	0,35
45,5	0,36	44,5	0,35
46	0,35	45	0,35
46,5	0,35	45,5	0,34
47	0,35	46	0,34
47,5	0,34	46,5	0,34
48	0,34	47	0,34
48,5	0,34	47,5	0,33
49	0,34	48	0,33
49,5	0,33	48,5	0,33
50	0,33	49	0,33
50,5	0,33	49,5	0,32
51	0,32	50	0,32
51,5	0,32	50,5	0,32
52	0,32	51	0,32
52,5	0,31	51,5	0,31
53	0,31	52	0,31
53,5	0,31	52,5	0,31
54	0,31	53	0,31
<b>54,5</b>	<b>0,3</b>	53,5	0,3
55	0,3	54	0,3
55,5	0,3	54,5	0,3
56	0,3	<b>55</b>	<b>0,29</b>
56,5	0,3	55,5	0,29
57	0,3	56	0,29
57,3	0,3	56,5	0,29
57,6	0,3	57	0,29
57,9	0,3	57,5	0,29
58,2	0,3	57,8	0,29
58,5	0,3	58,1	0,29
58,8	0,3	58,4	0,29
59,1	0,3	58,7	0,29
59,4	0,31	59	0,29
59,7	0,31	59,3	0,29

---

---

60	0,31	59,6	0,29
60,5	0,31	59,9	0,29
61	0,31	60,2	0,3
61,5	0,31	60,5	0,3
62	0,31	60,8	0,3
62,5	0,31	61,1	0,3
63	0,31	61,6	0,3
63,5	0,31	62,1	0,3
64	0,32	62,6	0,3
64,5	0,32	63,1	0,3
65	0,32	63,6	0,31
65,5	0,32	64,1	0,31
66	0,32	64,6	0,31
66,5	0,32	65,1	0,31
67	0,32	65,6	0,31
67,5	0,32	66,1	0,31
68	0,33	67,1	0,32
68,5	0,33	68,1	0,32
69	0,33	69,1	0,32
69,5	0,33	70,1	0,32
70	0,33	71,1	0,33
70,5	0,33	72,1	0,33
71	0,34	73,1	0,33
71,5	0,34	74,1	0,34
72	0,34	75,1	0,34
72,5	0,34	76,1	0,34
73	0,34	77,1	0,34
73,5	0,34	78,1	0,35
74	0,34	79,1	0,35
74,5	0,35	80,1	0,35
75	0,35	81,1	0,35
75,5	0,35	82,1	0,36
76	0,35	83,1	0,36
76,5	0,35	84,1	0,36
77	0,35	85,1	0,36
77,5	0,36	86,1	0,37
78	0,36	87,1	0,37
78,5	0,36	88,1	0,37
79	0,36	89,1	0,38
79,5	0,36	90,1	0,38
80	0,36	91,1	0,38
80,5	0,37	92,1	0,38

---

---

81	0,37	93,1	0,39
81,5	0,37	94,1	0,39
82	0,37	95,1	0,39
82,5	0,37	96,1	0,39
83	0,37	97,1	0,4
83,5	0,37	98,1	0,4
84,5	0,38	99,1	0,4
85,5	0,38	100,1	0,4
86,5	0,38	101,1	0,41
87,5	0,39	102,1	0,41
88,5	0,39	103,1	0,41
89,5	0,39	104,1	0,41
90,5	0,39	105,1	0,42
91,5	0,4	106,1	0,42
92,5	0,4	107,1	0,42
93,5	0,4	108,1	0,43
94,5	0,4	109,1	0,43
95,5	0,41	110,1	0,43
96,5	0,41	111,1	0,44
97,5	0,41	112,1	0,44
98,5	0,41	113,1	0,44
99,5	0,42	114,1	0,44
100,5	0,42	115,1	0,45
101,5	0,42	116,1	0,45
102,5	0,43	117,1	0,45
103,5	0,43	118,1	0,46
104,5	0,43	119,1	0,46
105,5	0,43	120,1	0,46
106,5	0,44	121,1	0,47
107,5	0,44	122,1	0,47
108,5	0,45	123,1	0,47
109,5	0,45	124,1	0,48
110,5	0,45	125,1	0,48
111,5	0,46	126,1	0,48
112,5	0,46	127,1	0,49
113,5	0,46	128,1	0,49
114,5	0,47	129,1	0,49
115,5	0,47	130,1	0,5
116,5	0,47	131,1	0,5
117,5	0,48	132,1	0,5
118,5	0,48	133,1	0,51
119,5	0,48	134,1	0,51

---

120,5	0,48	135,1	0,51
121,5	0,49	136,1	0,52
122,5	0,49	137,1	0,52
123,5	0,5	138,1	0,52
124,5	0,5	139,1	0,53
125,5	0,5	140,1	0,53
126,5	0,51	141,1	0,53
127,5	0,51	142,1	0,54
128,5	0,51	143,1	0,54
129,5	0,52	144,1	0,54
130,5	0,52	145,1	0,55
131,5	0,52	146,1	0,55
132,5	0,53	147,1	0,55
133,5	0,53	148,1	0,56
134,5	0,53	149,1	0,56
135,5	0,54	150,1	0,56
136,5	0,54	151,1	0,57
137,5	0,54	152,1	0,57
138,5	0,55	153,1	0,57
139,5	0,55	154,1	0,58
140,5	0,55	155,1	0,58
141,5	0,56	156,1	0,58
142,5	0,56	157,1	0,59
143,5	0,56	158,1	0,59
144,5	0,57	159,1	0,59
145,5	0,57	160,1	0,6
146,5	0,58	161,1	0,6
147,5	0,58	162,1	0,61
148,5	0,59	163,1	0,61
149,5	0,59	164,1	0,62
150,5	0,59	165,1	0,62
151,5	0,59	166,1	0,62

➤ Data NCC 55

a. Pengulangan Pertama

Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)	Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)
0	0,83	77,6	0,33
0,5	0,83	77,9	0,33
1	0,82	78,2	0,33
1,5	0,82	78,5	0,33
2	0,82	78,8	0,33
2,5	0,81	79,1	0,33

---

3	0,81	79,4	0,34
3,5	0,81	79,7	0,34
4	0,8	80	0,34
4,5	0,8	80,3	0,34
5	0,79	80,8	0,34
5,5	0,79	81,3	0,34
6	0,79	81,8	0,34
6,5	0,78	82,3	0,34
7	0,78	82,8	0,34
7,5	0,78	83,3	0,34
8	0,77	83,8	0,34
8,5	0,77	84,3	0,34
9	0,77	84,8	0,35
9,5	0,77	85,3	0,35
10	0,76	85,8	0,35
10,5	0,76	86,3	0,35
11	0,75	86,8	0,35
11,5	0,75	87,3	0,35
12	0,75	87,8	0,35
12,5	0,74	88,3	0,35
13	0,74	88,8	0,35
13,5	0,74	89,3	0,35
14	0,73	89,8	0,36
14,5	0,73	90,3	0,36
15	0,73	90,8	0,36
15,5	0,72	91,3	0,36
16	0,72	91,8	0,36
16,5	0,72	92,3	0,36
17	0,71	92,8	0,36
17,5	0,71	93,3	0,36
18	0,71	93,8	0,36
18,5	0,7	94,3	0,37
19	0,7	94,8	0,37
19,5	0,7	95,3	0,37
20	0,67	95,8	0,37
20,5	0,67	96,3	0,37
21	0,66	96,8	0,37
21,5	0,66	97,3	0,37
22	0,66	97,8	0,38
22,5	0,65	98,3	0,38
23	0,65	99,3	0,38
23,5	0,65	100,3	0,38

---

---

24	0,64	101,3	0,38
24,5	0,64	102,3	0,39
25	0,64	103,3	0,39
25,5	0,63	104,3	0,39
26	0,63	105,3	0,39
26,5	0,63	106,3	0,4
27	0,62	107,3	0,4
27,5	0,62	108,3	0,4
28	0,62	109,3	0,4
28,5	0,62	110,3	0,41
29	0,61	111,3	0,41
29,5	0,61	112,3	0,41
30	0,61	113,3	0,41
30,5	0,6	114,3	0,42
31	0,6	115,3	0,42
31,5	0,6	116,3	0,42
32	0,59	117,3	0,42
32,5	0,59	118,3	0,43
33	0,59	119,3	0,43
33,5	0,58	120,3	0,43
34	0,58	121,3	0,44
34,5	0,58	122,3	0,44
35	0,57	123,3	0,44
35,5	0,57	124,3	0,44
36	0,57	125,3	0,45
36,5	0,56	126,3	0,45
37	0,56	127,3	0,45
37,5	0,56	128,3	0,45
38	0,55	129,3	0,46
38,5	0,55	130,3	0,46
39	0,55	131,3	0,46
39,5	0,54	132,3	0,46
40	0,54	133,3	0,47
40,5	0,54	134,3	0,47
41	0,53	135,3	0,47
41,5	0,53	136,3	0,48
42	0,53	137,3	0,48
42,5	0,52	138,3	0,48
43	0,52	139,3	0,48
43,5	0,52	140,3	0,49
44	0,51	141,3	0,49
44,5	0,51	142,3	0,49

---

---

45	0,51	143,3	0,49
45,5	0,51	144,3	0,5
46	0,5	145,3	0,5
46,5	0,5	146,3	0,5
47	0,5	147,3	0,5
47,5	0,49	148,3	0,5
48	0,49	149,3	0,51
48,5	0,49	150,3	0,51
49	0,49	151,3	0,51
49,5	0,48	152,3	0,51
50	0,48	153,3	0,52
50,5	0,48	154,3	0,52
51	0,47	155,3	0,52
51,5	0,47	156,3	0,52
52	0,47	157,3	0,53
52,5	0,47	158,3	0,53
53	0,46	159,3	0,53
53,5	0,46	160,3	0,53
54	0,46	161,3	0,53
54,5	0,45	162,3	0,54
55	0,45	163,3	0,54
55,5	0,45	164,3	0,54
56	0,44	165,3	0,54
56,5	0,44	166,3	0,55
57	0,44	167,3	0,55
57,5	0,43	168,3	0,55
58	0,43	169,3	0,55
58,5	0,43	170,3	0,56
59	0,42	171,3	0,56
59,5	0,42	172,3	0,56
60	0,42	173,3	0,56
60,5	0,41	174,3	0,56
61	0,41	175,3	0,57
61,5	0,41	176,3	0,57
62	0,4	177,3	0,57
62,5	0,4	178,3	0,57
63	0,4	179,3	0,58
63,5	0,4	180,3	0,58
64	0,39	181,3	0,58
64,5	0,39	182,3	0,58
65	0,39	183,3	0,59
65,5	0,39	184,3	0,59

---



66	0,38	185,3	0,59
66,5	0,38	186,3	0,59
67	0,38	187,3	0,6
67,5	0,37	188,3	0,6
68	0,37	189,3	0,6
68,5	0,37	190,3	0,6
69	0,36	191,3	0,61
69,5	0,36	192,3	0,61
70	0,36	193,3	0,61
70,5	0,35	194,3	0,62
71	0,35	195,3	0,62
71,5	0,35	196,3	0,62
72	0,35	197,3	0,62
72,5	0,34	198,3	0,62
73	0,34	199,3	0,63
73,5	0,34	200,3	0,63
74	0,34	201,3	0,63
<b>74,5</b>	<b>0,33</b>	202,3	0,63
75	0,33	203,3	0,64
75,5	0,33	204,3	0,64
76	0,33	205,3	0,64
76,5	0,33	206,3	0,64
77	0,33	207,3	0,64
77,3	0,33		

## b. Pengulangan kedua

Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)	Volume NaOH (mL)	$\mathcal{K}$ (mS/cm)
0	0,39	50,5	0,21
0,5	0,39	51	0,21
1	0,39	51,5	0,21
1,5	0,39	52	0,2
2	0,39	52,5	0,2
2,5	0,39	53	0,2
3	0,38	53,5	0,2
3,5	0,38	54	0,2
4	0,38	54,5	0,2
4,5	0,38	55	0,19
5	0,37	55,5	0,19
5,5	0,37	56	0,19
6	0,37	56,5	0,19
6,5	0,37	57	0,19

---

7	0,37	57,5	0,18
7,5	0,36	58	0,18
8	0,36	58,5	0,18
8,5	0,36	59	0,18
9	0,36	59,5	0,18
9,5	0,36	60	0,18
10	0,36	60,5	0,17
10,5	0,35	61	0,17
11	0,35	61,5	0,17
11,5	0,35	62	0,17
12	0,35	62,5	0,17
12,5	0,35	63	0,17
13	0,35	63,5	0,16
13,5	0,34	64	0,16
14	0,34	64,5	0,16
14,5	0,34	65	0,16
15	0,34	65,5	0,16
15,5	0,34	66	0,15
16	0,33	66,5	0,15
16,5	0,33	67	0,15
17	0,33	67,5	0,15
17,5	0,33	68	0,15
18	0,33	68,5	0,14
18,5	0,32	69	0,14
19	0,32	69,5	0,14
19,5	0,32	70	0,14
20	0,32	70,5	0,14
20,5	0,31	71	0,14
21	0,31	71,5	0,13
21,5	0,31	72	0,13
22	0,31	72,5	0,13
22,5	0,31	73	0,13
23	0,31	73,5	0,13
23,5	0,3	74	0,12
24	0,3	74,5	0,12
24,5	0,3	75	0,12
25	0,3	75,5	0,12
25,5	0,3	<b>76</b>	<b>0,11</b>
26	0,3	76,5	0,11
26,5	0,29	77	0,11
27	0,29	77,5	0,11
27,5	0,29	78	0,11

---

---

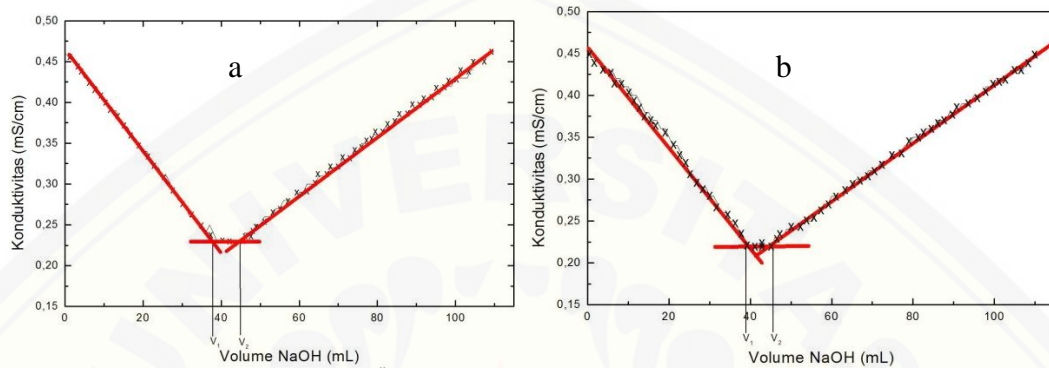
28	0,29	78,5	0,11
28,5	0,29	79	0,11
29	0,28	79,5	0,11
29,5	0,28	80	0,11
30	0,28	80,3	0,11
30,5	0,28	80,6	0,11
31	0,28	80,9	0,11
31,5	0,28	81,2	0,11
32	0,27	81,5	0,11
32,5	0,27	81,8	0,11
33	0,27	82,1	0,11
33,5	0,27	82,4	0,12
34	0,27	82,7	0,12
34,5	0,26	83	0,12
35	0,26	83,5	0,12
35,5	0,26	84	0,12
36	0,26	84,5	0,12
36,5	0,26	85	0,13
37	0,26	85,5	0,13
37,5	0,26	86	0,13
38	0,25	86,5	0,13
38,5	0,25	87	0,13
39	0,25	87,5	0,13
39,5	0,25	88	0,14
40	0,25	88,5	0,14
40,5	0,24	89	0,14
41	0,24	89,5	0,14
41,5	0,24	90	0,14
42	0,24	90,5	0,15
42,5	0,24	91	0,15
43	0,24	91,5	0,15
43,5	0,23	92	0,15
44	0,23	92,5	0,16
44,5	0,23	93	0,16
45	0,23	93,5	0,16
45,5	0,23	94	0,16
46	0,23	94,5	0,16
46,5	0,22	95	0,17
47	0,22	95,5	0,17
47,5	0,22	96	0,17
48	0,22	96,5	0,17
48,5	0,22	97	0,18

---

49	0,21	97,5	0,18
49,5	0,21	97,8	0,18
50	0,21		

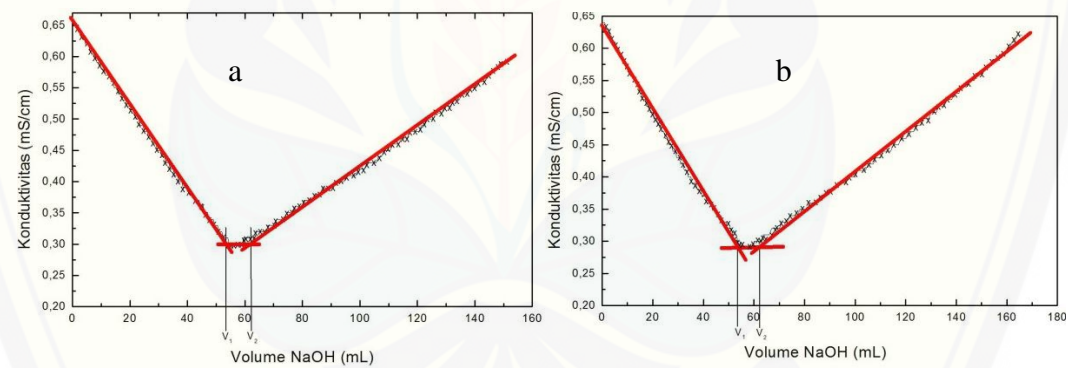
B.1.2 Grafik Hasil Titrasi

➤ NCC 45



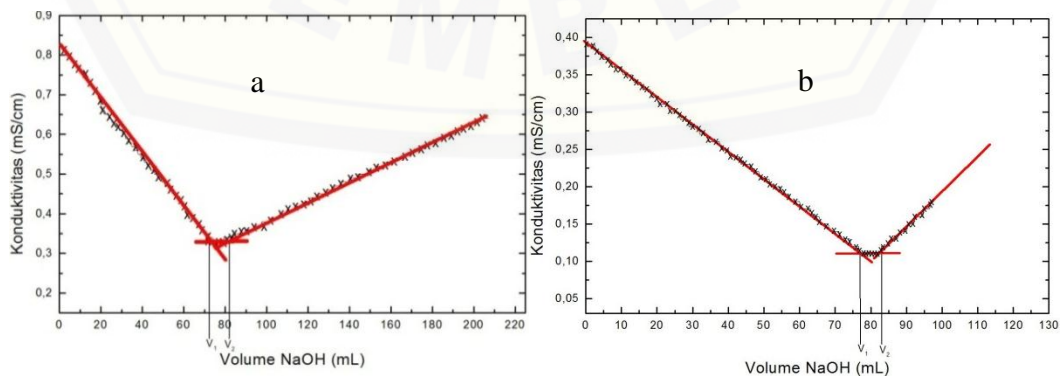
Keterangan : (a) pengulangan pertama; (b) pengulangan kedua

➤ NCC 50



Keterangan : (a) pengulangan pertama; (b) pengulangan kedua

➤ NCC 55



Keterangan : (a) pengulangan pertama; (b) pengulangan kedua

### B.1.2 Hasil Data Olahan

Berdasarkan grafik hasil titrasi diperoleh data volume NaOH persimpangan pertama ( $V_1$ ) dan konduktivitasnya seperti pada tabel berikut :

Sampel	$V_1$ NaOH (mL)		$\mathcal{K}$ (mS/cm)	
	I	II	I	II
NCC 45	38	39	0,23	0,22
NCC 50	54,5	55	0,3	0,29
NCC 55	74,5	76	0,33	0,11

### B.1.3 Perhitungan Hasil Data

Jumlah gugus sulfat didapatkan dengan mengetahui volume NaOH yang diperlukan untuk membuat konduktivitas suspensi nanoselulosa konstan ( $V_1$ ), selanjutnya dimasukkan ke dalam rumus :

$$- \text{OSO}_3^- \text{ (mmol/Kg)} = \frac{c \times (V_1)}{m}$$

dimana: C = Konsentrasi NaOH (mM)  
 $V_1$  = Volume NaOH persimpangan pertama (L)  
 m = massa nanoselulosa (Kg)

Diket :

$$C = 0,01 \text{ mol/L} \rightarrow 10 \text{ mmol/L}$$

$$m = 1 \text{ g} \rightarrow 0,001 \text{ Kg}$$

➤ Perhitungan untuk NCC 45

$$\text{Volume NaOH pengulangan 1} = 38 \text{ mL} = 0,038 \text{ L}$$

$$\text{Volume NaOH pengulangan 2} = 39 \text{ mL} = 0,039 \text{ L}$$

Pengulangan 1:

$$\begin{aligned} - \text{OSO}_3^- &= \frac{c \times (V_1)}{m} \\ &= \frac{10 \text{ mmol/L} (0,038 \text{ L})}{0,001 \text{ Kg}} \\ &= 380 \text{ mmol/Kg} \end{aligned}$$

Pengulangan 2:

$$\begin{aligned} - \text{OSO}_3^- &= \frac{c \times (V_1)}{m} \\ &= \frac{10 \text{ mmol/L} (0,039 \text{ L})}{0,001 \text{ Kg}} \\ &= 390 \text{ mmol/Kg} \end{aligned}$$

$$\text{Jumlah gugus sulfat rata-rata} = \frac{380 \text{ mmol/Kg} + 390 \text{ mmol/Kg}}{2} = 385 \text{ mmol/Kg}$$

➤ Perhitungan untuk NCC 50

Volume NaOH pengulangan 1 = 54,5 mL = 0,0545 L

Volume NaOH pengulangan 2 = 55 mL = 0,055 L

Pengulangan 1:

$$\begin{aligned} - \text{OSO}_3^- &= \frac{c \times (V_1)}{m} \\ &= \frac{10 \text{ mmol/L} (0,0545 \text{ L})}{0,001 \text{ Kg}} \\ &= 545 \text{ mmol/Kg} \end{aligned}$$

Pengulangan 2:

$$\begin{aligned} - \text{OSO}_3^- &= \frac{c \times (V_1)}{m} \\ &= \frac{10 \text{ mmol/L} (0,055 \text{ L})}{0,001 \text{ Kg}} \\ &= 550 \text{ mmol/Kg} \end{aligned}$$

$$\text{Jumlah gugus sulfat rata-rata} = \frac{545 \text{ mmol/Kg} + 550 \text{ mmol/Kg}}{2} = 547,5 \text{ mmol/Kg}$$

➤ Perhitungan untuk NCC 55

- Pengulangan pertama :

Volume NaOH = 74,5 mL = 0,0745 L

$$\begin{aligned} - \text{OSO}_3^- &= \frac{c \times (V_1)}{m} \\ &= \\ &= \frac{10 \text{ mmol/L} (0,0745 \text{ L})}{0,001 \text{ Kg}} \\ &= 745 \text{ mmol/Kg} \end{aligned}$$

- Pengulangan kedua :

Diket :

C = 0,005 mol/L → 5 mmol/L

m = 0,5 g → 0,0005 Kg

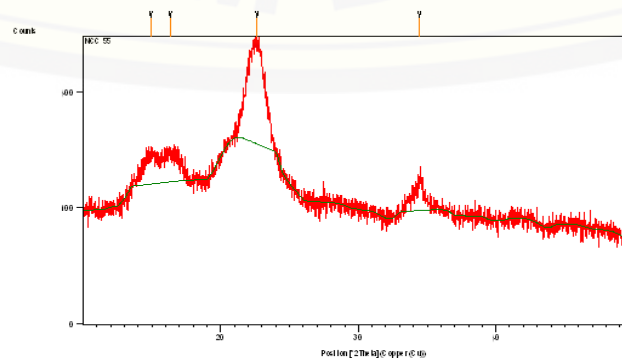
Volume NaOH = 76 mL = 0,076 L

$$\begin{aligned} - \text{OSO}_3^- &= \frac{c \times (V_1)}{m} \\ &= \frac{5 \text{ mmol/L} (0,077 \text{ L})}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 760 \text{ mmol/Kg} \end{aligned}$$

## B.2 Analisis XRD

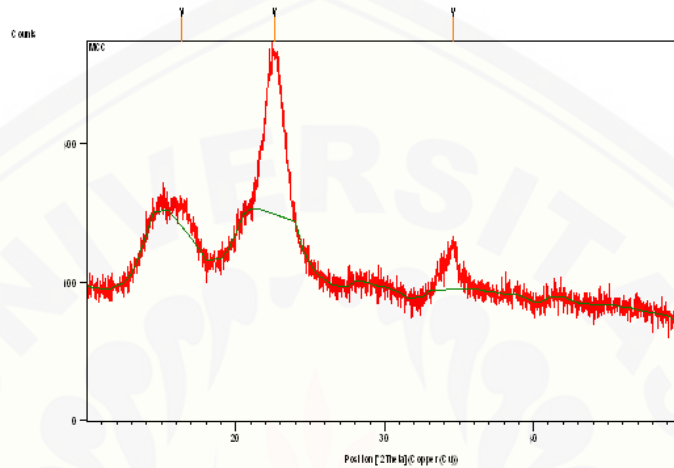
### B.2.1 Hasil Data Analisis

➤ Analisis Mikrokrystal Selulosa (MCC)



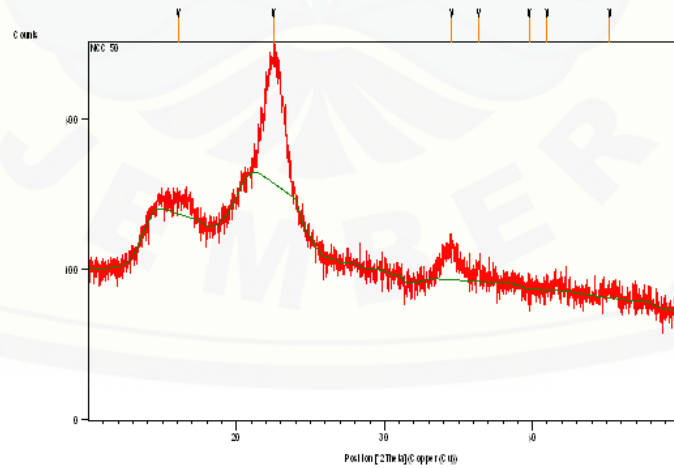
Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
14.9085	68.15	0.7872	5.94241	19.89
16.3356	64.14	0.9446	5.42635	18.72
22.6253	342.60	0.7085	3.93010	100.00
34.4377	59.36	0.6298	2.60432	17.33

➤ Analisis Nanoselulosa dengan hidrolisis asam sulfat 45 % (NCC 45)



Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
16.3732	44.56	0.7872	5.41400	9.25
22.6059	481.94	0.8659	3.93342	100.00
34.5852	77.42	0.3936	2.59355	16.06

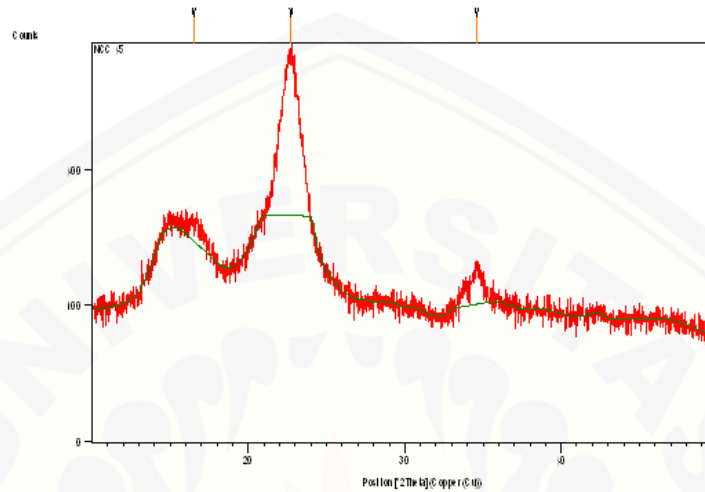
➤ Analisis Nanoselulosa dengan hidrolisis asam sulfat 50 % (NCC 50)



Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [Å]	Rel.Int. [%]
16.0523	32.92	0.4723	5.52149	9.88
22.4926	333.34	0.7872	3.95297	100.00
34.5205	51.09	0.2362	2.59826	15.33
36.3478	15.94	0.1968	2.47173	4.78

39.7633	17.72	0.0590	2.26694	5.32
40.9716	1.01	0.1181	2.20284	0.30
45.2054	7.54	1.1520	2.00422	2.26

➤ Analisis Nanoselulosa dengan hidrolisis asam sulfat 55 % (NCC 55)



Pos. [°2θ.]	Height [cts]	FWHM [°2θ.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.5048	41.73	0.9446	5.37112	7.86
22.7283	530.66	0.9446	3.91251	100.00
34.6008	62.65	0.4723	2.59242	11.81

B.2.2 Pengolahan Data Hasil Analisis

Sampel	FWHM		Intensitas	
	Kristal	Amorf	Kristal	Amorf
MCC	0,7085	0,9446	342,6	64,14
NCC 45	0,8659	0,7872	481,94	44,56
NCC 50	0,7872	0,4723	333,34	32,92
NCC 55	0,9446	0,9446	530,66	41,73

Derajat Kristalinitas dihitung dengan mencari luas fraksi kristal dan fraksi amorf, dimana luas fraksi diperoleh dengan mengalikan FWHM dengan tingginya intensitas puncak :

$$\text{Luas Fraksi Kristal} = \text{FWHM}_{\text{Kristal}} \times I_{\text{Kristal}}$$

$$\text{Luas Fraksi Amorf} = \text{FWHM}_{\text{Amorf}} \times I_{\text{Amorf}}$$

Selanjutnya untuk menentukan derajat kekristalannya (CrI), maka digunakan rumus :



$$Crl = \frac{\text{Luas Fraksi Kristal}}{\text{Luas Fraksi Kristal} + \text{Luas Fraksi Amorf}} \times 100 \%$$

➤ Perhitungan untuk MCC

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Kristal} &= \text{FWHM}_{\text{Kristal}} \times I_{\text{Kristal}} \\ &= 0,7085 \times 342,6 = 242,73 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Amorf} &= \text{FWHM}_{\text{Amorf}} \times I_{\text{Amorf}} \\ &= 0,9446 \times 64,14 = 60,59 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Crl &= \frac{\text{Luas Fraksi Kristal}}{\text{Luas Fraksi Kristal} + \text{Luas Fraksi Amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{242,73}{242,73 + 60,59} \times 100 \% \\ &= 80,03 \% \end{aligned}$$

➤ Perhitungan untuk NCC 45

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Kristal} &= \text{FWHM}_{\text{Kristal}} \times I_{\text{Kristal}} \\ &= 0,8659 \times 481,94 = 417,31 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Amorf} &= \text{FWHM}_{\text{Amorf}} \times I_{\text{Amorf}} \\ &= 0,7872 \times 44,56 = 35,08 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Crl &= \frac{\text{Luas Fraksi Kristal}}{\text{Luas Fraksi Kristal} + \text{Luas Fraksi Amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{417,31}{417,31 + 35,08} \times 100 \% \\ &= 92,25 \% \end{aligned}$$

➤ Perhitungan untuk NCC 50

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Kristal} &= \text{FWHM}_{\text{Kristal}} \times I_{\text{Kristal}} \\ &= 0,7872 \times 333,34 = 262,41 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Amorf} &= \text{FWHM}_{\text{Amorf}} \times I_{\text{Amorf}} \\ &= 0,4723 \times 32,92 = 15,55 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Crl &= \frac{\text{Luas Fraksi Kristal}}{\text{Luas Fraksi Kristal} + \text{Luas Fraksi Amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{262,41}{262,41 + 15,55} \times 100 \% \\ &= 94,41 \% \end{aligned}$$

➤ Perhitungan untuk NCC 55

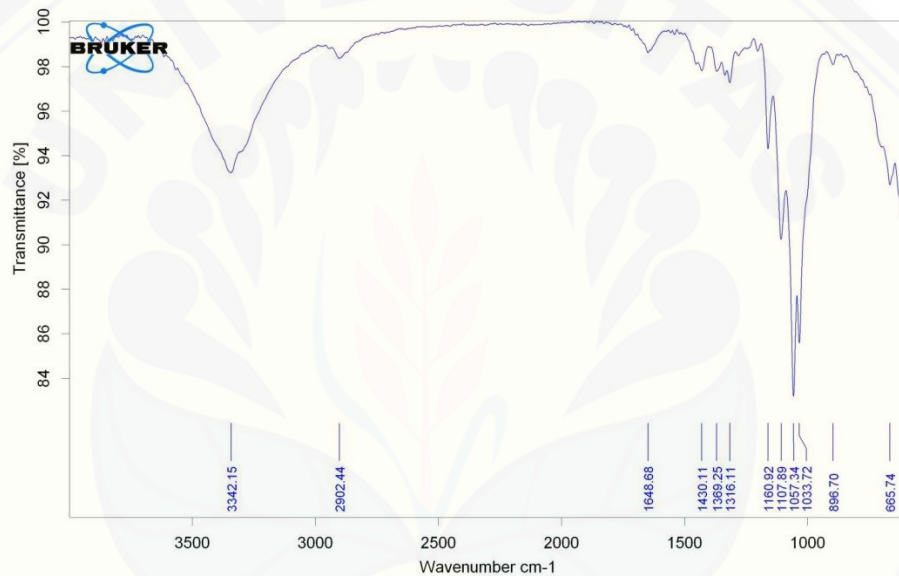
$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Kristal} &= \text{FWHM}_{\text{Kristal}} \times I_{\text{Kristal}} \\ &= 0,9446 \times 530,66 = 501,26 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Luas Fraksi Amorf} &= \text{FWHM}_{\text{Amorf}} \times I_{\text{Amorf}} \\ &= 0,9446 \times 41,73 = 39,42 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Crl} &= \frac{\text{Luas Fraksi Kristal}}{\text{Luas Fraksi Kristal} + \text{Luas Fraksi Amorf}} \times 100 \% \\ &= \frac{501,26}{501,26 + 39,42} \times 100 \% \\ &= 92,71\% \end{aligned}$$

### B.3 Hasil Spektrum Analisis FTIR

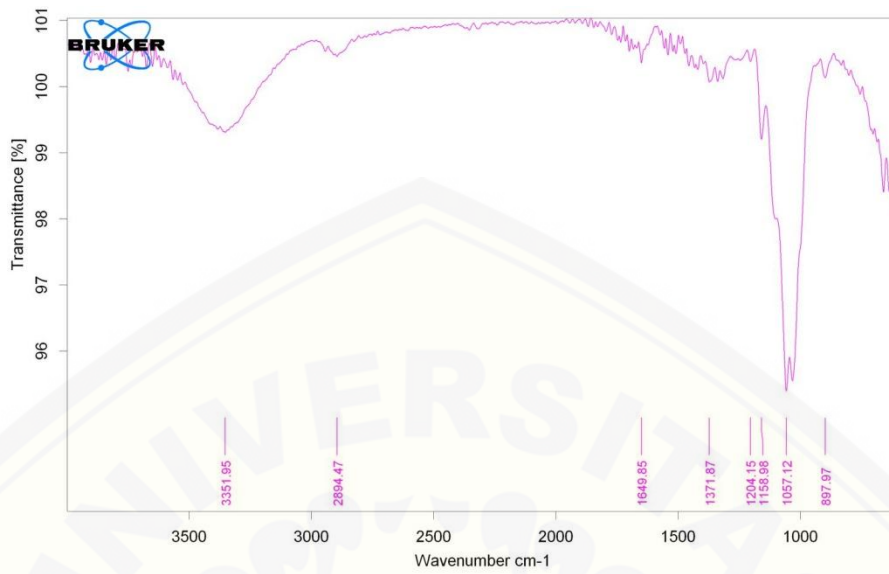
#### B.3.1 Spektrum IR untuk MCC



D:\Layanan Analisis\2016\Mikrokristal Selulosa.0 Mikrokristal Selulosa Instrument type and / or accessory

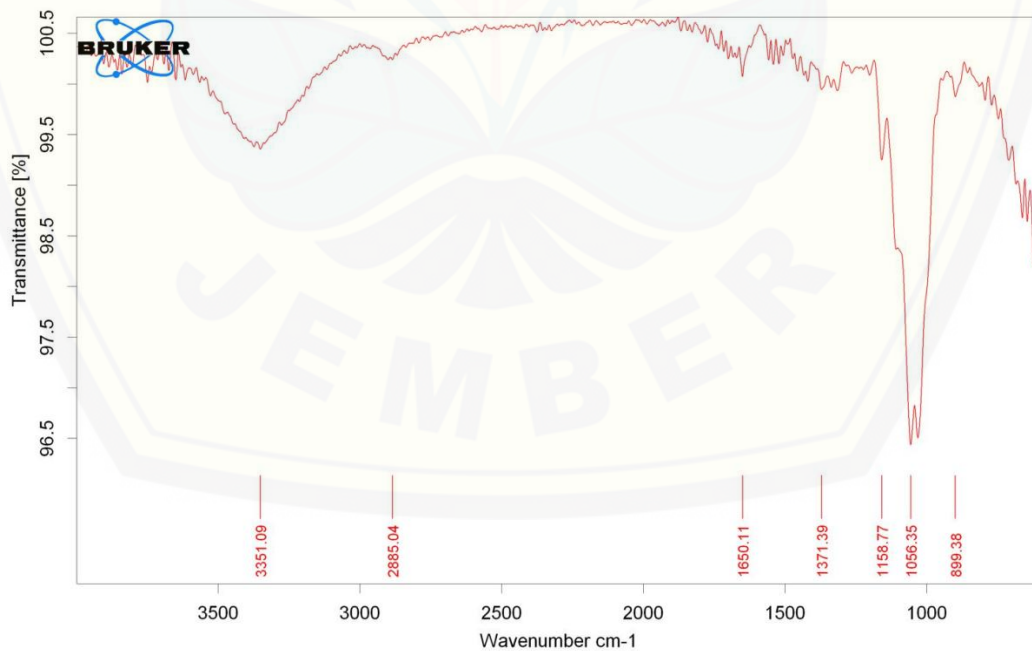
6/7/2016

B.3.2 Spektrum IR untuk NCC 45



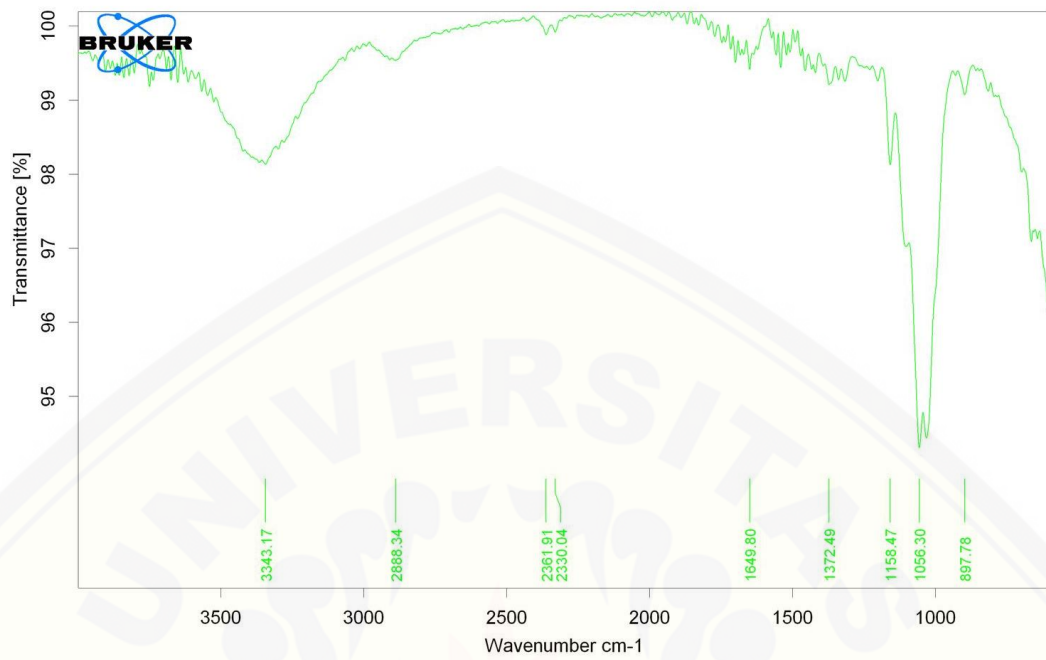
D:\Layanan Analisis\2016\NCC 45.0	NCC 45	Instrument type and / or accessory	6/23/2016
-----------------------------------	--------	------------------------------------	-----------

B.3.3 Spektrum IR untuk NCC 50



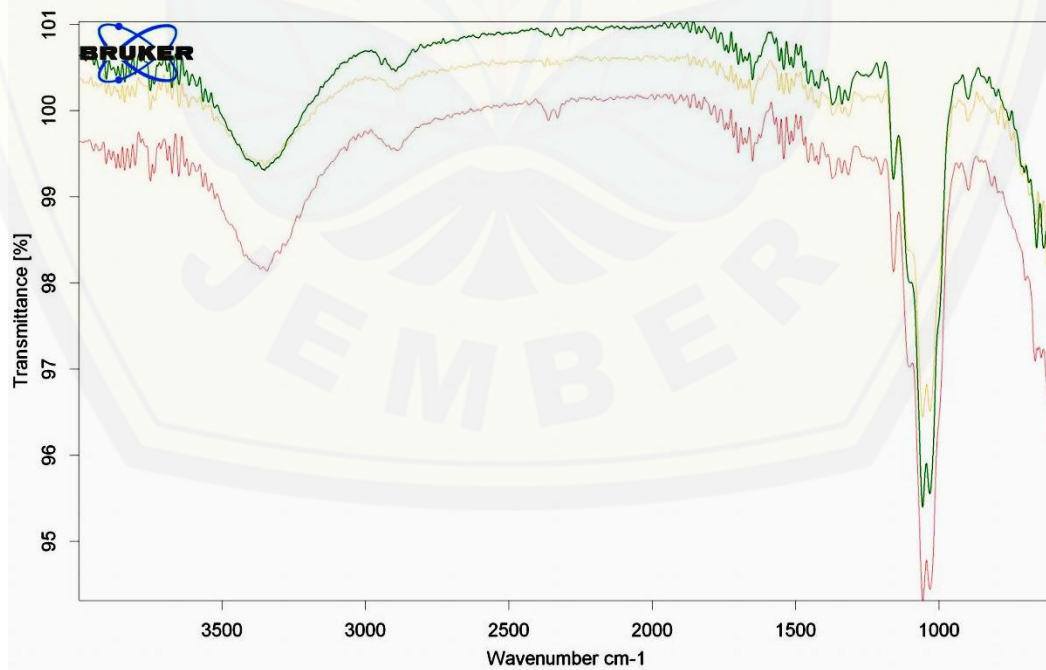
D:\Layanan Analisis\2016\NCC 50.0	NCC 50	Instrument type and / or accessory	6/14/2016
-----------------------------------	--------	------------------------------------	-----------

B.3.4 Spektrum IR untuk NCC 55



D:\Layanan Analisis\2016\NCC 55.0	NCC 55	Instrument type and / or accessory	6/14/2016
-----------------------------------	--------	------------------------------------	-----------

B.3.6 Spektrum Gabungan NCC 45, NCC 50 dan NCC 55



D:\Layanan Analisis\2016\NCC 45.0	NCC 45	Instrument type and / or accessory	6/23/2016
D:\Layanan Analisis\2016\NCC 50.0	NCC 50	Instrument type and / or accessory	6/14/2016
D:\Layanan Analisis\2016\NCC 55.0	NCC 55	Instrument type and / or accessory	6/14/2016