



## Pemanfaatan *Hylocereus Polyrhizus* Sebagai Bahan Pembuatan Selulosa Nanokristal Dengan Metode Hidrolisis Asam

Ibnu Hakim, Universitas Islam Negeri Sumatera Utara

Ratni Sirait, Universitas Islam Negeri Sumatera Utara

Ridwan Yusuf Lubis, Universitas Islam Negeri Sumatera Utara

### ABSTRACT

*The objectives of this research are to: (i) To characterize the nanocrystalline cellulose from dragon fruit peel. (ii) To know the effect of the optimum concentration of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> on the size of nanocellulose crystals from dragon fruit peel. This research uses the Acid Hydrolysis method using 4000 grams of dragon fruit peel. Using 7% NaOH solution. NaClO solution as much as 7.5%. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> solution + 1% NaOH. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution as much as 50%. Centrifuged at 7500 rpm The variation of acid hydrolysis using H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> solution is 55% and 50%. The results of the research on the characterization of cellulose nanocrystals resulted in the 55% content having a slightly higher crystallinity index (71%) compared to the 50% cellulose nanocrystals (68%) differently suggesting that the 55% cellulose nanocrystals may have a slightly more regular crystal structure. The particle size of 55% nanocrystalline cellulose has a slightly narrower range (5-30 μm) compared to 50% nanocrystalline cellulose (7-40 μm). While the effect of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentration using variations of 55% and 50% produces different sizes of cellulose nanocrystals.*

### ARTICLE HISTORY

Submitted 08/04/2024

Revised 25/04/2024

Accepted 08/06/2024

### KEYWORDS

cellulose, dragon fruit, acid hydrolysis

### CORRESPONDENCE AUTHOR

✉ [ibnuhakimpro7@gmail.com](mailto:ibnuhakimpro7@gmail.com)

DOI: <https://doi.org/10.30743/cheds.v7i1.9123>

## 1. PENDAHULUAN

Selulosa nanokristal adalah material yang terbuat dari selulosa serta berukuran nano dengan bentuk molekulnya memanjang yakni berukuran skala nano meter. Aplikasi dari selulosa nanokristal sendiri sangat luas. Selulosa nanokristal digunakan sebagai bahan yang berperan dalam pembuatan obat-obatan yang selama ini di impor ke Indonesia sehingga harga obat relatif meningkat (Fenny, 2013).

Nanopartikel selulosa merupakan pilihan material yang sangat potensial untuk dikembangkan dan diteliti lebih lanjut. Mendapatkan filler komposit berbasis nanopartikel selulosa kulit buah naga sebagai pengganti serat sintesis diperlukan suatu pengembangan metoda baru yang bisa menawarkan solusi teknik yang mengedepankan kemampuan sistem yaitu nanoteknologi.

Kulit buah naga merah dengan persentase 30-35% dari berat buah naga memiliki kandungan gizi yang tinggi namun pemanfaatannya masih belum banyak diteliti, sehingga kulit buah naga menjadi limbah yang terbuang sia-sia (Saati, 2010). Kulit buah naga merah memiliki kandungan nutrisi seperti karbohidrat, lemak, protein dan serat pangan. Komposisi karbohidrat kulit buah naga yang sebesar 11,5% ini mengandung 10,79% pektin, 11,07% pati, 9,25% selulosa, 37,18% lignin dan karbohidrat lainnya (Jamilah, 2011). Kulit buah naga yang mengandung selulosa 6,5% dari buahnya, setelah di delignifikasi (proses pemisahan lignin) dengan FITR dihasilkan 20% selulosa pada kulit buah naga (Safitri, 2018).

Karakterisasi pada nanoselulosa sangat penting dilakukan karena perubahan selulosa menjadi berukuran nano menyebabkan terjadinya perubahan sifat dari selulosa. Perubahan yang terjadi pada selulosa yaitu perubahan luas permukaan, peningkatan kristalinitas dan dispersi, serta bersifat biodegradasi. Sifat biodegradasi dari nano selulosa dapat dimanfaatkan sebagai filler pada bahan bioplastik (Hertiwi, 2020).

Berdasarkan artikel diatas, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik selulosa nanokristal dari kulit buah naga dan pengaruh konsentrasi optimum H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> untuk membuat nanoselulosa dari kulit buah naga.



## 2. METODE PENELITIAN

### 2.3 Jenis Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan menggunakan metode eksperimen. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas ukur, gelas beker, hot plate LKTC-BIT, magnetic stirrer, cawan petri, kertas saring, blender, sendok, tisu, aluminium foil, plastik warp, termometer, pH meter, pengaduk kaca, spatula. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit buah naga, NaOH, NaCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, Aquades.

### 2.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Tempat penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Dasar Universitas Sumatera Utara. Pengujian selulosa nanokristal dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Maju (Lab Sentral) Gedung B18 Lt. 1 FMIPA, Universitas Negeri Malang, Kota Malang.

### 2.3 Prosedur

Prosedur yang dilakukan pada penelitian ini meliputi preparasi sampel, isolasi selulosa, sintesis nanoselulosa, dan karakterisasi nanoselulosa.

#### 2.3.1 Ekstraksi Selulosa dari Kulit Buah Naga

Adapun prosedur ekstraksi selulosa buah naga dilakukan dengan proses *delignifikasi* dan *bleaching* sebagai berikut: yang pertama dilakukan ialah Sampel kulit buah naga dikeringkan dan dihaluskan hingga berukuran 100 mesh. Kemudian sebanyak 30 g sampel kulit buah naga dilarutkan dalam 1000 mL aquades kemudian disonikasi selama 30 menit. Lalu campuran disaring dengan pencucian tiga kali kemudian residu dikeringkan pada suhu 50°C hingga bobotnya konstan. Setelah itu sebanyak 30 g sampel ditambahkan 95 mL larutan NaOH 4% dipanaskan dengan suhu 70°C selama 3 jam. Campuran disaring kemudian residu yang diperoleh dicuci dengan asam asetat 1% untuk menghilangkan sisa basa kemudian dibilas menggunakan aquadest hingga pH filtratnya tidak berubah, kemudian disonikasi selama 30 menit. Selanjutnya dikeringkan pada suhu 50°C hingga bobotnya konstan. Kemudian sebanyak 30 g sampel ditambahkan 500 mL larutan 5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan dipanaskan dalam penangas air bersuhu 70°C yang dijaga konstan selama 3 jam kemudian campuran disaring dan endapan dicuci dengan aquadest hingga pH netral dan disonikasi. Perlakuan dengan larutan peroksida di ulang kembali 2 kali dengan penambahan waktu berturut-turut 3 jam dan 2 jam. Dan yang terakhir campuran disaring dan endapan dicuci terakhir ditambahkan 100 ml asam asetat, lalu disaring sampai bebas asam hingga pH netral dan dikeringkan dalam oven bersuhu 60°C. Dan disaring dan ampas dicuci hingga filtrat netral.

#### 2.3.2 Isolasi Selulosa

Adapun prosedur isolasi nanoselulosa melalui hidrolisis asam yaitu: Pada saat 80°C di bawah pengadukan mekanis menggunakan 55% dan 50% asam sulfat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> selama 25 menit. Reaksi di hentikan dengan menambahkan air suling dingin (4°C) ke dalam larutan terhidrolisis. Kemudian dilakukan proses sentrifugasi yang digunakan untuk menghilangkan kelebihan asam sulfat dari sampel dioperasikan selama 10 menit pada 7500 rpm dan 10°C. Pada siklus air suling dilakukan pada suhu kamar sampai pH konstan diperoleh. Lakukan proses karakterisasi yang menggunakan analisis SEM dan XRD.

## 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

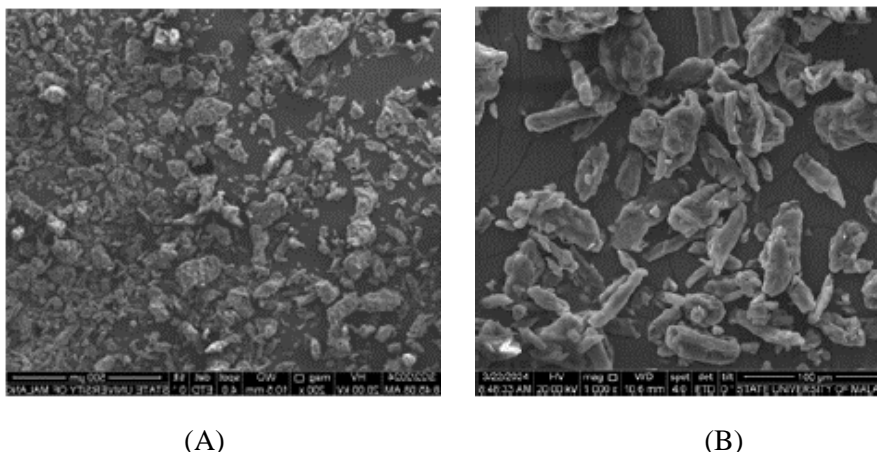
### 3.1 Hasil Pengujian Selulosa Nanokristal

Karakterisasi mikrostruktur atau struktur morfologi selulosa nanokristal dari kulit buah naga dapat dilakukan menggunakan *scanning electron microscope* (SEM). Karakterisasi ini bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan selulosa nanokristal setelah di hidrolisis asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

#### 3.1.1 Hasil Analisis Morfologi SEM

Morfologi dari permukaan selulosa nanokristal kulit buah naga pada konsentrasi hidrolis asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 55% dan 50% diidentifikasi menggunakan *scanning elektron microscope* (SEM) dengan perbesaran objek 200 kali, 1.000 kali dengan hasil sebagai berikut :

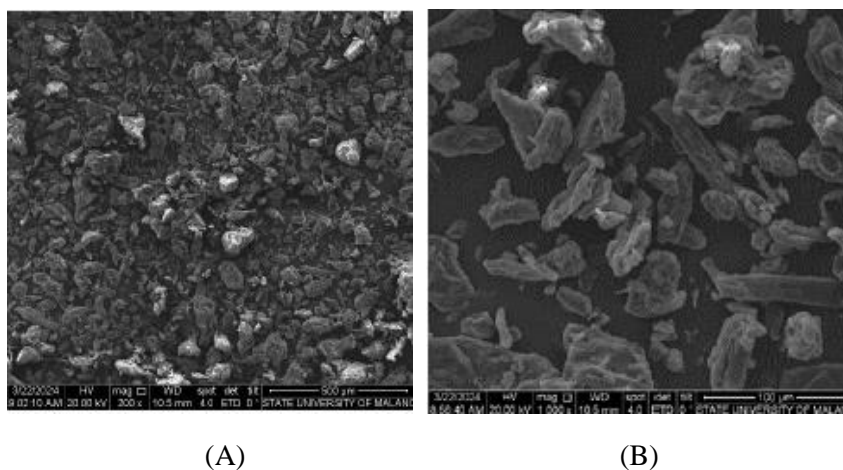
### Selulosa Nanokristal 55%



**Gambar 1** (A) Perbesaran 200 kali dan (B) Perbesaran 1.000 kali

Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa morfologi permukaan selulosa nanokristal menunjukkan ukuran selulosa yang berbeda, pada sampel Selulosa Nanokristal dengan konsentrasi  $H_2SO_4$  55% dapat dilihat bahwa selulosa berbentuk panjang dan pendek yang tidak konsisten bepada luas permukaan.

### Selulosa Nanokristal 50%

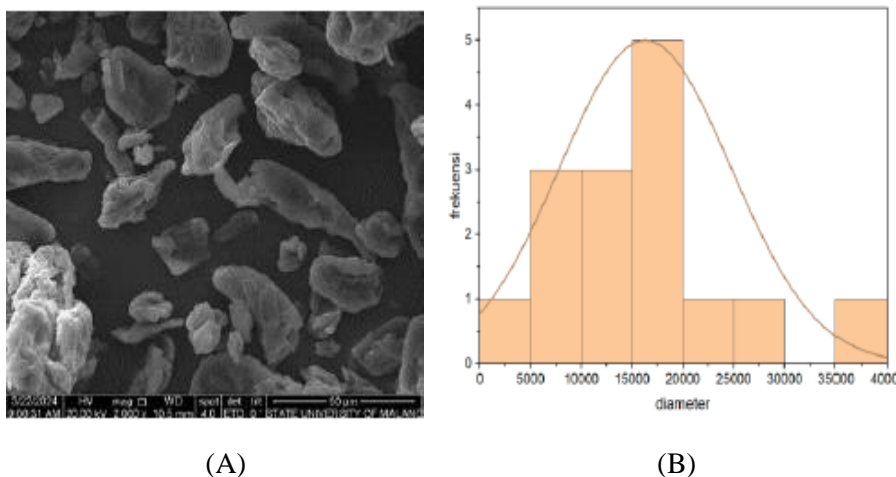


**Gambar 2** (A) Perbesaran 200 Kali dan (B) Perbesaran 1.000 Kali

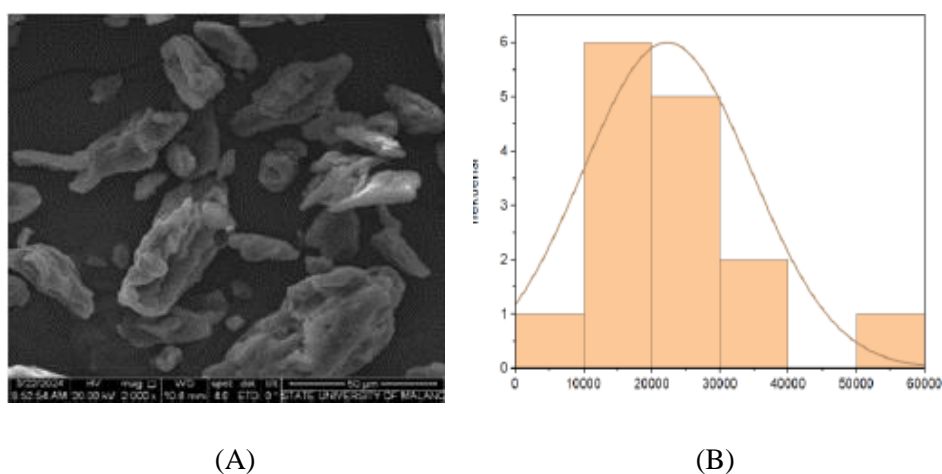
Gambar 2 diatas menunjukkan sampel selulosa nanokristal dengan konsentrasi  $H_2SO_4$  50% dapat dilihat bahwa bentuk selulosa tidak jauh berbeda dengan sebelumnya. Terbentuknya selulosa nanokristal akibat terhidrolisnya fasa amorf oleh asam dan berpengaruh pada ukuran sampel selulosa nanokristal dan banyaknya konsentrasi Asam yang digunakan cukup besar, sehingga luas permukaan karbon semakin kecil (Eso, 2021).

#### 3.1.2 Hasil Pengukuran SEM Pada Selulosa Nanokristal

Analisa struktur permukaan nanokristal selulosa dilakukan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dilakukan untuk melihat struktur permukaan nanokristal selulosa. Menggunakan aplikasi *imageJ* Pengukuran ukuran pori pada sampel selulosa nanokristal 55% dan 50% dengan menggunakan hasil uji SEM dengan perbesaran 2.000 kali dan dapat dilihat pada gambar di bawah ini :



**Gambar 3** Hasil Morfologi SEM Pada Selulosa Nanokristal 55% (a) Hasil Perbesaran SEM 2000x, dan (b) grafik ukuran SEM



**Gambar 4** Hasil Morfologi SEM Pada Selulosa Nanokristal 50% (a) Hasil Perbesaran SEM 2000x, dan (b) grafik ukuran SEM

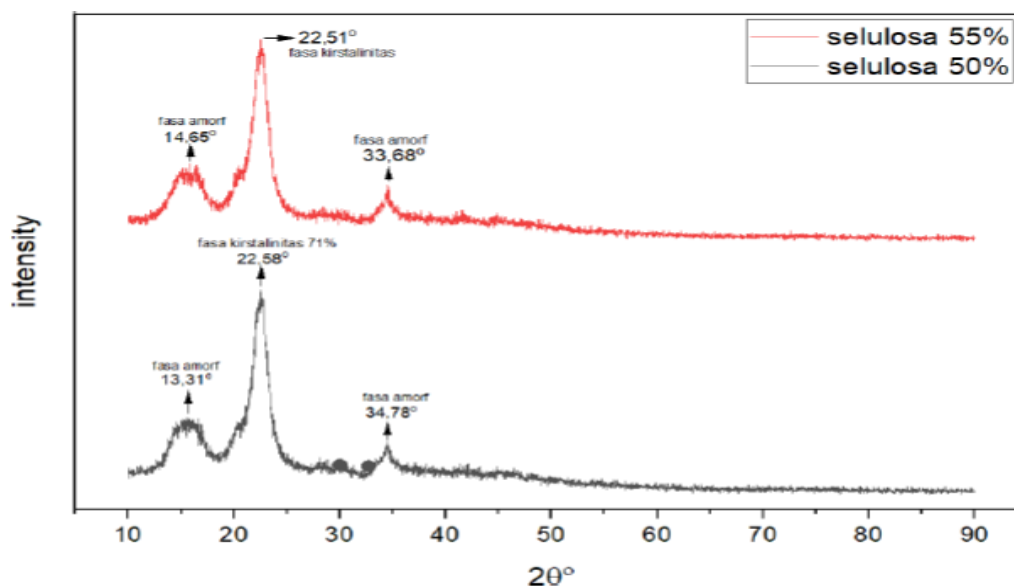
Data hasil pengamatan diameter selulosa hasil SEM dengan perbesaran 2000 kali dapat dilihat pada di bawah ini :

**Tabel 1** Hasil diameter Selulosa Nanokristal 55% dan 50%

Sampel	Ukuran $\mu\text{m}$
Selulosa Nanokristal 55%	5-30
Selulosa Nanokristal 50%	7-40

Dari hasil SEM yang diperoleh, gambar (a) selulosa nanokristal 55% dengan perbesaran 2000x terlihat bahwa ukuran selulosa pada 5-30  $\mu\text{m}$ , pada gambar (b) diameter selulosa rata-rata nilai paling banyak 10  $\mu\text{m}$ . Sedangkan pada gambar (a) selulosa nanokristal 50% yaitu dengan nilai 7- 40  $\mu\text{m}$ , Pada gambar (b) diameter selulosa rata-rata banyak nilai diameter yaitu 15  $\mu\text{m}$ . Metode asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sering digunakan untuk menghasilkan selulosa nanokristal dengan cara menghilangkan material amorf dan lignin dari selulosa alami. Konsentrasi asam sulfat yang lebih tinggi cenderung menghasilkan selulosa nanokristal dengan ukuran partikel yang lebih kecil, karena dapat meningkatkan efisiensi dalam pemisahan kristal dari bahan selulosa alami. Hasilnya menunjukkan bahwa meskipun metode persiapan berbeda, ukuran partikel selulosa nanokristal diqmeter relatif sedikit panjang maka hasilnya menjadi *Alpha Cellulose* ( $\alpha$ -selulosa) adalah selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan natrium Fungsi  $\alpha$ -selulosa adalah sebagai penentu tingkat kemurnian selulosa. Semakin tinggi kadar  $\alpha$ -selulosa, maka semakin baik mutu bahannya kuran partikel selulosa nanokristal yang stabil dan seragam seperti ini penting karena dapat mempengaruhi sifat-sifat material dan aplikasinya (Nina,2019).

### 3.1.3 Hasil Analisis Kristal XRD Pada Selulosa Nanokristal



**Gambar 5** Grafik gabungan Hasil Pengujian XRD Selulosa Nanokristal

Pada Gambar 5 diatas dapat disimpulkan bahwa hasil XRD dapat dilihat Selulosa nanokristal merupakan serbuk yang disusun atas dua fasa yaitu fasa amorf dan fasa kristal sebagai dengan kemurnian dan derajat kristalinitas yang tinggi (Yamanae, C., 1999). Selulosa nanokristal dengan hidrolisis asam 55% pada  $2\theta$  yaitu  $13,31^\circ$  dan  $34,78^\circ$  menggambarkan fasa amorf, sedangkan pada  $2\theta=22,58^\circ$  menggambarkan fasa kristalin dan perpaduan fasa amorf pada selulosa dengan indeks kristalinitas 71%. Selulosa nanokristal konsentrasi asam (50%) pada  $2\theta$  yaitu  $14,65^\circ$  dan  $33,68^\circ$  menggambarkan bagian fasa amorf sedangkan pada  $2\theta$  yaitu  $22,51^\circ$  bagian perpaduan fasa amorf dan fasa kristal sehingga menghasilkan 68% kristalinitas berbeda 3 persen dari selulosa nanokristal menggunakan hidrolisis asam (55%). Hal ini dapat terjadi dikarenakan Daerah amorf lebih rentan terhadap hidrolisis sehingga depolarisasi parsial oleh hidrolisis asam menghasilkan fragmen kristal yang lebih pendek dan lebih banyak, yaitu selulosa mikrokristalin (Doelker, 1987).

Indeks kristalinitas menggambarkan seberapa banyak mikroferbil yang terorganisir dalam bentuk kristal. Semakin tinggi indeks kristalinitas, semakin teratur struktur kristalnya. Pengaruh Konsentrasi asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan dalam proses pembuatan selulosa nanokristal berbeda (55% dan 50%), selama proses hidrolisis terjadi pemisahan secara parsial pada penyusunan mikrofibril selulosa dimana bentuk amorf akan putus dan meninggalkan bentuk kristalin yaitu daerah molekul selulosa yang tersusun teratur (Ma,dkk,2008).

## 4. SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian pembuatan selulosa nanokristal dengan memanfaatkan kulit buah naga dapat disimpulkan bahwa: Hasil karakterisasi selulosa nanokristal kulit buah naga dengan kandungan 55% memiliki indeks kristalinitas lebih tinggi sedikit sebesar (71%) dibandingkan dengan selulosa nanokristal 50% sebesar (68%), hal ini menunjukkan bahwa selulosa nanokristal 55% mungkin memiliki struktur kristal yang sedikit lebih teratur. Hasil penelitian yang didapat bahwa ukuran partikel selulosa nanokristal 55% memiliki rentang yang sedikit lebih sempit (5-30  $\mu\text{m}$ ) dibandingkan dengan selulosa nanokristal 50% (7-30  $\mu\text{m}$ ), tetapi keduanya masih berada dalam skala nanometer yang diinginkan untuk aplikasi nanoteknologi.

## 5. DAFTAR PUSTAKA

- Doelker, E. et al. (1987). *Comperative Tebleting Properties of Sixteen Microcrystalline Celluloses*. *Drug Development and Industrial Pharmacy*. 13 (9-11), pp. 1847-1875. Doi: 10.3109/03639048709068696.
- Fenny, Marpongahtun, & Saharman Gea. (2013). Studi Penyediaan nanokristal selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS). *Jurnal Saintis Kimia* 86(2), 96-106.
- Hertiwi, L.R., Afni, N.L., Sanjaya LG, M. (2020). Ekstrasi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Limbah Kulit Bawang Merah. *Journal Education and Chemistry*, 2 (1), pp 77-81.
- Jamilah, B., Shu, C.E., Kharidah, M., Dzulkify, M.A., Noranizan A. (2011). Physico-chemical Characteristic of Red Pitaya (*Hylocereus polyrhizus*). Peel. *Internasional Food Research Journal* 18: 279-286.
- Lismery, Lia, dkk. (2016). Sintesis Selulosa Asetat Limbah Batang Ubi Kayu. *Jurnal Rekayasa Kimia & Lingkungan*. Vol.11, No 2.
- Nina Hartati, Tetty K, Komar S, Obie F. (2019). Kompatibilitas Nanokristal Selulosa Termodifikasi Satrimonium Klorida (CTAC) dalam Matriks Poliasam Laktat sebagai Material Pengemas. Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Saati, E.A. (2010). Identifikasi dan uji kualitas pigmen kulit buah naga merah (*Hylocereus costaricensis*) pada beberapa umur simpan dengan perbedaan jenis pelarut. *GAMMA*. 6(1). 25-34
- Safitri, R., Anggita, I. D., Safitri, F.M., & Ratnadewi, A, A. I. (2018). Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat Dalam Proses Hidrolisis Selulosa Dari Kulit Buah Naga Merah (*Hylocereus Costaricensis*) Untuk Produksi Bioetanol. 9<sup>th</sup> Industrial Research Workhsop and National Seminar, 1-5.
- Yanuar, et al. (2003). Dicitak ulang dari Sains dan Teknologi Kebijakan Untuk Tablet Eksiipien (Persiapan dan Karakterisasi Selulosa Mikrokrystal dari Nata de Kelapa Untuk Bahan Pembantu Pembuatan Tablet). Institut Studi Sains dan Teknologi (ISTECS) untuk Tablet Eksiipien. IV Desember.