

INTISARI

Selulosa merupakan salah satu jenis biopolimer yang paling banyak ditemukan di alam. Nanoselulosa adalah material yang berasal dari selulosa dimana memiliki ukuran nano. Nanoselulosa dapat diklasifikasikan menjadi selulosa nanokristal (CNCs), selulosa nanofiber (CNFs), dan *bacterial* nanoselulosa (BNCs). CNFs memiliki keunggulan yaitu kekuatan dan kekakuan yang tinggi, aspek rasio yang tinggi, ringan, biodegradabel, biokompatibel, kristalinitas tinggi, dan tidak beracun sehingga banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. Salah satu aplikasi penggunaan CNFs adalah sebagai penguat polimer komposit. Namun karena sifat CNFs yang hidrofilik dan matriks polimer yang hidrofobik maka menyebabkan kurangnya kekuatan ikatan antara keduanya dan CNFs sulit terdispersi secara homogen pada matriks polimer dan cenderung aglomerasi. Untuk mengatasi hal tersebut maka dilakukan modifikasi permukaan berupa asetilasi yang mana dapat meningkatkan hidrofobisitas CNFs. Tujuan dari penelitian ini adalah mengkaji pengaruh volume *acetic anhydride* dan waktu *blending* terhadap karakteristik CNF yang terasetilasi (*acetylated-cellulose nanofibers* = ACNF).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *microcrystalline cellulose* (MCC) sebagai bahan dasar pembuatan CNF serta bahan utama asetilasi yaitu *acetic anhydride*. Proses asetilasi dilakukan dengan mengasetilasi MCC sehingga akan terbentuk MCC terasetilasi (AMCC) kemudian akan melalui proses nanofibrilasi menggunakan *high-speed blender* sehingga terbentuk ACNF. Dalam penelitian ini, jumlah volume *acetic anhydride* divariasikan 75, 100, dan 125 mL. Variasi *blending time* selama nanofibrilasi adalah 10, 30, dan 50 menit. Karakteristik ACNF kemudian dievaluasi menggunakan karakterisasi XRD, FTIR, SEM, TGA, dan WCA.

Hasil menunjukkan asetilasi mengubah struktur kimia ACNF yang ditunjukkan munculnya tiga puncak baru dalam spektrum FTIR ACNF yaitu 1720, 1369, dan 1280 cm^{-1} . Namun variasi jumlah volume *acetic anhydride* dan *blending time* tidak mengubah struktur kimia secara signifikan. Perlakuan asetilasi meningkatkan nilai indeks kristalinitas (CrI) ACNF yang ditunjukkan pada pola XRD. Volume optimal *acetic anhydride* dicapai pada volume 100 mL yang menghasilkan CrI 82,53%. Selain itu, proses nanofibrilasi meningkatkan nilai CrI dari 81,50% menjadi 83,23%. Stabilitas termal ACNF meningkat seiring dengan peningkatan jumlah volume *acetic anhydride*. Di sisi lain, peningkatan *blending time* selama nanofibrilasi mengurangi stabilitas termal ACNF. Observasi SEM menunjukkan bahwa asetilasi mengurangi ukuran diameter ACNF yang ditunjukkan oleh diameter MCC ($7,08 \pm 0,53 \mu\text{m}$) dan diameter ACNF100 ($5,18 \pm 1,23 \mu\text{m}$). Kemudian sifat keterbasahan ACNF meningkat dengan peningkatan jumlah volume *acetic anhydride* yang ditunjukkan oleh *water contact angle* ACNF75 ($38,74^\circ$) dan ACNF 125 ($78,36^\circ$). Sifat keterbasahan ACNF juga meningkat dengan peningkatan *blending time* yang ditunjukkan oleh sudut kontak air ACNF 10 ($10,03^\circ$) dan ACNF 50 ($52,09^\circ$). Secara keseluruhan, ACNF yang dihasilkan menunjukkan potensi besar sebagai penguat dalam nanokomposit polimer.

Kata Kunci: Selulosa Nanofiber, Asetilasi, Nanofibrilasi

ABSTRACT

Cellulose is one of the most common biopolymers found in nature. Nanocellulose is a material derived from cellulose with nano-sized dimensions. Nanocellulose can be classified into cellulose nanocrystals (CNCs), cellulose nanofibers (CNFs), and bacterial nanocellulose (BNCs). CNFs have advantages such as high strength and stiffness, high aspect ratio, light weight, biodegradability, biocompatibility, high crystallinity, and non-toxicity, making them widely used in various applications. One such application of CNFs is as a reinforcement in polymer composites. However, due to the hydrophilic nature of CNFs and the hydrophobic nature of polymer matrices, there is a lack of bonding strength between them, causing CNFs to be difficult to homogeneously disperse in polymer matrices and prone to agglomeration. To overcome this, surface modification in the form of acetylation is performed, which can increase the hydrophobicity of CNFs. The study aims to investigate the influence of acetic anhydride volume and blending time on the characteristics of acetylated cellulose nanofiber (ACNF).

The materials used in this study were microcrystalline cellulose (MCC) as the raw material for CNFs production and the main acetylation material, acetic anhydride. The acetylation process was carried out by acetylating MCC to form acetylated MCC (AMCC), which then undergoes nanofibrillation using a high-speed blender to form ACNF. In this study, the volume of acetic anhydride during the acetylation process was varied with 75, 100, and 125 mL, and variations in blending time during the nanofibrillation process were 10, 30, and 50 minutes. The characteristics of ACNF were evaluated by using XRD, FT-IR, SEM, TGA, and WCA measurements.

The results showed that the acetylation process altered the chemical structure of ACNF, as indicated by the appearance of three new peaks in the FTIR spectrum of ACNF, namely peaks at 1720, 1369, 1280 cm^{-1} . However, variations in the volume of acetic anhydride and blending time unchanged the chemical structure of ACNF. In terms of crystallinity, the acetylation process increased the crystallinity index (CrI) value of ACNF. The optimal volume of acetic anhydride was found at 100 mL, resulting in a CrI value of 82.53%. Additionally, the nanofibrillation process increased the CrI value from 81.50% to 83.23%. The thermal stability of ACNF improved as the volume of acetic anhydride increased. On the other hand, increasing the blending time during nanofibrillation reduced the thermal stability of ACNF. The SEM observations indicated that the acetylation process decreased the diameter size of ACNF, where the diameter of MCC and ACNF 100 were $7.08 \pm 0.53 \mu\text{m}$ and $5.18 \pm 1.23 \mu\text{m}$, respectively. Lastly, the wetting ability of ACNF increased with increasing the volume of acetic anhydride which was shown by the water contact angle of ACNF 75 (38.74°) and ACNF 125 (78.36°). The wetting ability of ACNF also increased with increasing the blending time which was shown by the water contact angle of ACNF 10 (10.03°) and ACNF 50 (52.09°). Overall, the produced ACNF shows great potential as a reinforcement in polymer nanocomposites.

Keywords: Cellulose Nanofiber, Acetylation, Nanofibrillation