

INTISARI

Dalam beberapa tahun terakhir, *nanocrystalline cellulose* (NCC) telah menerima perhatian khusus karena memiliki sifat yang menarik seperti kekuatan tinggi, modulus tinggi, fleksibilitas tinggi, dan sifat mekanik dinamis yang baik. NCC merupakan selulosa berukuran nano yang diproduksi melalui penghilangan daerah amorf (lilin, lignin, pektin, dan hemiselulosa) melalui perlakuan kimia yang kemudian diikuti dengan hidrolisis asam. Hidrolisis asam melalui asam klorida dipilih agar NCC memiliki kestabilan termal yang baik. Serat ramie dipilih sebagai sumber selulosa karena memiliki kandungan selulosa yang tinggi dan indeks kristalinitas yang tinggi dibandingkan dengan serat alami lainnya. Penelitian ini bertujuan untuk mengkaji pengaruh parameter hidrolisis (konsentrasi asam, suhu reaksi, dan durasi reaksi) terhadap karakteristik (struktural, indeks kristalinitas, ukuran kristalit, morfologi, dan kestabilan termal) *nanocrystalline cellulose* yang diekstraksi dari serat ramie melalui hidrolisis asam klorida.

Serat kering dari batang tumbuhan ramie (*Boehmeria nivea*) dipilih sebagai bahan baku pembuatan NCC. Proses ekstraksi dilakukan dalam dua tahap: pemurnian selulosa (*dewaxing*, *bleaching* dan *alkalization*) kemudian diikuti dengan hidrolisis menggunakan asam klorida. Proses hidrolisis dilakukan dalam tiga prosedur yang berbeda: pertama variasi konsentrasi HCl yaitu 6, 8, 10, dan 12M, yang kedua adalah suhu reaksi hidrolisis 45, 64, dan 85°C, yang ketiga adalah durasi reaksi hidrolisis 70, 125, dan 180 menit. Karakterisasi NCC dilakukan melalui *Fourier-Transform Infrared spectroscopy* (FTIR), *X-ray Diffraction* (XRD), *Transmission Electron Microscopy* (TEM), dan *Thermogravimetry Analysis* (TGA).

Hasil dari penelitian menunjukkan bahwa hidrolisis tidak merusak struktur selulosa dari serat ramie tetapi meningkatkan kandungan selulosa. Hidrolisis asam klorida pada konsentrasi 6M pada suhu 45°C selama 70 menit menghasilkan NCC dengan indeks kristalinitas dan ukuran kristalit yang lebih tinggi dibandingkan dengan bahan baku dan CPC. Namun demikian, ketika parameter hidrolisis yang lebih tinggi diberikan, maka indeks kristalinitas dan ukuran kristalit dari NCC turun. Selain itu, NCC memiliki bentuk seperti batang dalam dimensi yang berukuran nano. Semakin tinggi konsentrasi asam, suhu reaksi, dan semakin lama durasi reaksi hidrolisis menghasilkan partikel NCC yang lebih kecil. Disimpulkan bahwa parameter hidrolisis yang paling optimal dicapai pada konsentrasi 6M HCl pada suhu 45°C selama 70 menit di mana NCC yang dihasilkan memiliki indeks kristalinitas sebesar 89,61%, ukuran kristalit 5,811 nm, panjang rata-rata 158,51 nm, diameter rata-rata 8,07 nm, aspek rasio 22,37, dan kestabilan termal pada suhu 254°C.

Kata Kunci: *Nanocrystalline cellulose*, selulosa, hidrolisis, asam klorida, ekstraksi, karakterisasi

ABSTRACT

In recent years, nanocrystalline cellulose (NCC) has received special attention due to its fascinating properties such as high strength, high modulus, high flexibility, and good dynamic mechanical properties. NCC is a nano-sized cellulose that was produced through the removal of amorphous regions (wax, lignin, pectin, and hemicellulose) through chemical pretreatment then followed by direct acid hydrolysis of cellulose fibers. Hydrolysis by hydrochloric acid was chosen to obtain NCC with good thermal stability. Ramie fiber was chosen because it has high cellulose content and a high crystallinity index compared to other natural fibers. The objective of this present study is to investigate the effect of hydrolysis parameter (acid concentration, reaction temperature, reaction duration) on the characteristics (structural, crystallinity index, crystallite size, morphological, and thermal stability) of nanocrystalline cellulose extracted from ramie fiber by hydrochloric acid hydrolysis.

Dried fiber from ramie's stem plant (*Boehmeria nivea*) was chosen for the raw material of NCC extraction. The extraction process was carried out into two steps: cellulose purification (dewaxing, bleaching, and alkalization) then followed by hydrochloric acid hydrolysis. The hydrolysis processes were carried out in three different procedures: the first is HCl concentration variation of 6, 8, 10, and 12M, the second is hydrolysis reaction temperature variation of 45, 64, and 85°C, the third is hydrolysis reaction time variation of 70, 125, and 180 minutes. The characterizations of extracted NCCs were conducted through Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), Transmission Electron Microscopy (TEM), and Thermogravimetry Analysis (TGA).

The results show that hydrolysis does not break the structure of cellulose from ramie fiber but increases the content of cellulose. Hydrolysis with 6M HCl at 45°C for 70 minutes produced NCC with a higher crystallinity index and crystallite size compared to raw material and CPC. However, when the higher hydrolysis parameter (acid concentration, temperature reaction, and reaction time) is given, therefore crystallinity index and crystallite size of NCC will decrease. Moreover, NCC has a rod-like shape in nano-sized dimension. The smaller NCC particles were produced with increasing acid concentration, temperature reaction, and reaction time of hydrolysis. From this research can be concluded that the optimal hydrolysis parameter were obtained at 6M HCl at 45°C for 70 minutes which resulted NCC with an average length of 158,51 nm, an average diameter of 8,07 nm, aspect ratio of 22,37, crystallinity index of 89,61%, the crystallite size of 5,811 nm, and thermal stability at 254°C.

Keywords: Nanocrystalline cellulose, cellulose, hydrolysis, hydrochloric acid, extraction, characterization