

## **Sintesis dan Karakterisasi Nanoselulosa Berbahan Serat Nanas sebagai Komponen Penguat Material Kedokteran Gigi**

**Angela Evelyn<sup>1</sup>, Nalaria Prakusya<sup>1</sup>, Aulia Nur Ariswari<sup>1</sup>, Dicky Juniata Dwi Suprana<sup>1</sup>, Bambang Sunendar Purwasasmita<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Fakultas Kedokteran Gigi

Universitas Kristen Maranatha Bandung, Indonesia

<sup>2</sup> Laboratorium Pemrosesan Material Mutakhir

Fakultas Teknik Fisika Intitut Teknologi Bandung

Bandung, Indonesia

### **ABSTRAK**

Syarat ideal material kedokteran gigi antara lain harus biokompatibel dan memiliki sifat mekanis yang baik, setidaknya setara dengan sifat mekanis jaringan gigi manusia. Nanoselulosa berbasis serat nanas merupakan bahan alam yang dapat digunakan untuk meningkatkan sifat mekanis. Selulosa berukuran nano dapat di-sintesis dengan metode modifikasi Hummer's, namun perlu diuji karakteristik mikrostrukturnya.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis dan mengkarakterisasi nanoselulosa berbahan serat nanas dengan menggunakan Transmission Electron Microscopy (TEM) dan X-Ray Diffraction (XRD).

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental kualitatif. Sampel penelitian berupa gel hasil sintesis nanoselulosa berbahan serat nanas yang diuji dengan menggunakan Transmission Electron Microscopy (TEM) untuk melihat morfologi mikrostrukturnya dan bubuk nanoselulosa yang diuji menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) untuk melihat fasa dan kristalinitasnya.

Hasil karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) memperlihatkan terbentuknya selulosa dari olahan serat nanas, sedangkan hasil Transmission Electron Microscope (TEM) menunjukkan ukuran partikel selulosa dalam skala nanometer dan morfologi partikel yang berbentuk nano-whisker.

Sintesis nanoselulosa berbahan serat nanas dengan metode modifikasi Hummer's berhasil dilakukan dan diharapkan mampu meningkatkan sifat mekanis material kedokteran gigi.

**Kata kunci:** Nanoselulosa, XRD, TEM

***Synthesis and Characterization of Pineapple Nanocelulose Based on Pineapple as Dental Materials Reinforcement***

**Korespondensi:**

Angela Evelyn

Email:angela.evelyna@gmail.com

## ABSTRACT

*The ideal requirements of dental materials are biocompatibility and good mechanical properties for at least similar to human tooth tissue. Nanocellulose based on pineapple fibre is natural material that can be use to improve mechanical properties. Nano-size cellulose particles can be synthesize using Hummer's modification method but need to test the microstructure characteristic.*

*The objective of this study is to synthesize and characterize nanocellulose based on pineapple fibre using X-Ray Diffraction (XRD) and Transmission Electron Microscope (TEM).*

*This study is an qualitative experimental laboratories study. Nanocelulose gel synthesized from pineapple fibre tested using Transmission Electron Microscopy (TEM) to observe its microstructure. Nanocellulose powder tested using X-Ray Diffraction (XRD) to observe its phase and crystallinity.*

*Characterisation test result using XRD shows formation of cellulose from pineapple fibre with Hummer's modification method. TEM result show cellulose formed in nano size and show nano-whisker pattern morphology.*

Nanocellulose synthesize based on pineapple fibre can be done using Hummer's modification method. This result raising expectation of improving mechanical properties of dental materials.

**Keywords: Nanocellulose, TEM, XRD**

## LATAR BELAKANG

Material kedokteran gigi yang ideal adalah biomaterial yang memiliki sifat tidak merugikan jaringan rongga mulut, tidak menimbulkan reaksi alergi, tidak toksik, tidak mengiritasi dan tidak bersifat karsinogenik. Pemakaian suatu material di dalam rongga mulut juga harus memperhatikan sifat fisiknya yang antara lain adalah kekuatan dan kekerasan. Material kedokteran gigi yang ideal juga tidak boleh mengalami tarnish dan korosi, tidak larut dalam cairan rongga mulut dan cairan yang dikonsumsi secara normal, memiliki koefisien muai yang stabil, penghantar termis dan listrik yang

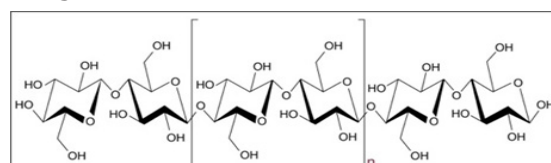
rendah, mampu beradhesi dengan jaringan gigi, dan estetis.<sup>1</sup>

Sifat mekanis adalah ilmu fisika yang berhubungan dengan gaya dan energi serta perubahan pada material yang diakibatkan oleh gaya tersebut. Peningkatan kebutuhan akan material kedokteran gigi dengan sifat mekanis yang baik menyebabkan dilakukannya berbagai upaya untuk menambahkan komponen penguat pada material kedokteran gigi. Salah satu material yang biasa digunakan sebagai komponen penguat pada bidang material umum adalah partikel nanoselulosa.<sup>1,2</sup>

Selulosa adalah produk biosintesis tumbuhan atau hewan. Nanoselulosa adalah istilah umum yang digunakan untuk mendefinisikan ekstrak selulosit yang diolah menjadi ukuran nano. Salah satu keistimewaan dari nanoselulosa adalah sifat mekanisnya yang baik, yaitu memiliki kekuatan tarik (tensile strength) yang cukup tinggi. Hal ini disebabkan karena strukturnya yang dapat mendistribusikan gaya yang diterima secara merata.<sup>2,3</sup>

Aplikasi nanoselulosa telah berkembang hingga ke bidang medis. Penggunaan nanoselulosadi bidang medis antara lain dalam penyembuhan luka, regenerasi kartilago, dan penyembuhan beberapa penyakit termasuk keganasan. Nanofiber cellulose (NFC) atau cellulose nanocrystal (CNC) dapat digunakan tidak hanya untuk perbaikan sifat mekanis atau untuk mengurangi toksisitas, tapi juga karena densitas dan biodegrabilitasnya.<sup>4</sup> NFC didapatkan melalui metode kimiomekanis sedangkan CNC didapatkan melalui hidrolisis asam kuat.<sup>5</sup>

Selulosa terdiri dari unit-unit  $\beta$ -1,4-glukopiranososa yang membentuk homopolymer linier (gambar 1) bermolekul tinggi. Setiap unit glukopiranososa mengandung tiga gugus hidroksil yang memberikan selulosa karakteristik hidrofilisitas dan biodegrabilitas.<sup>6,7</sup>

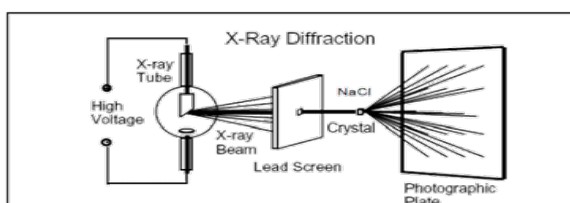


Gambar 1. Struktur kimia selulosa (berupa polimer linier yang terdiri dari unit  $\beta$ -1,4-glukopiranos).<sup>6,7</sup>

Nanoselulosa kristalin didapatkan dengan mengekstraksi bagian dari tumbuh-tumbuhan seperti kayu, kapas, jerami, rami, alga dan lain-lain. Salah satu tumbuhan yang dapat digunakan sebagai sumber selulosa adalah serat daun nanas.<sup>8,9</sup> Serat nanas merupakan serat alam yang berasal dari daun tumbuhan nanas atau Ananas cosmosus (family Bromeliaceae). Serat nanas memiliki kandungan selulosa sebesar 81,27%, hemiselulosa 12,31%, dan lignin 3,46%. Kandungan selulosa pada serat nanas lebih banyak daripada pada serat kulit kelapa sawit yang hanya mengandung 30% selulosa.<sup>10</sup>

Keberhasilan sintesis suatu nanopartikel dapat dilihat menggunakan metode karakterisasi tertentu. Metode karakterisasi yang biasa digunakan adalah Transmission Electron Microscopy (TEM) dan X-Ray Diffraction (XRD). Transmission Electron Microscopy (TEM) adalah suatu karakterisasi untuk mengetahui morfologi suatu material menggunakan mikroskop electron yang cahayanya ditransmisikan secara langsung pada target. Fokus cahaya pada TEM mengandung energi elektron yang tinggi sehingga dapat menganalisa mikrostruktur suatu specimen.<sup>11,12</sup>

Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui fase dan struktur kristal suatu partikel. Hal ini diperlihatkan melalui posisi puncak-puncak gambaran XRD, apabila sampel memiliki struktur kristalin maka sinar X dihamburkan secara kristalin, tidak ada perubahan Panjang gelombang atau fasa antara sinar masuk dan sinar yang dihamburkan. Hamburan koheren dinyatakan sebagai difraksi sinar X, seperti yang dapat dilihat pada gambar 2.<sup>13</sup>



Gambar 2. Skema kerja XRD<sup>13</sup>

## METODE PENELITIAN

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental laboratorium yang bersifat kualitatif. Prosedur penelitian dibagi menjadi dua tahap yaitu, tahap sintesis partikel nanoselulosa dan tahap karakterisasi mikrostruktur yang terdiri dari pengujian menggunakan TEM dan XRD.

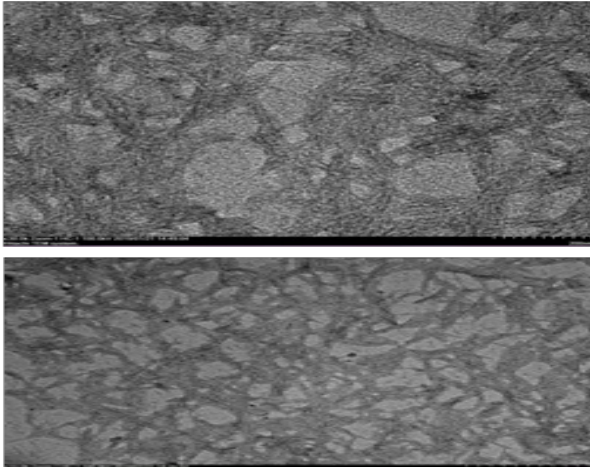
Sintesis selulosa dari serat nanas diawali dengan perebusan 15 gram serat nanas dalam 500 mL larutan natrium hidroksida (NaOH) 4M dengan pencampuran pada magnetic stirrer selama 4 jam pada suhu 80°C. Filtrat hidrolisis basa yang mengendap disaring dan dibilas hingga pH nya menjadi 7, lalu dikeringkan dalam oven. Hasil penyaringannya dilarutkan dalam natrium hipoklorit (NaOCl) 5% (proses bleaching) lalu disaring lagi hingga membentuk suspensi dan dicampur dengan akuades sampai pH nya mencapai 7. Suspensi kembali disaring dan dipisahkan menggunakan mesin sentrifugasi. Filtrat dimasukkan ke dalam oven untuk pengeringan hingga didapatkan serbuk selulosa.<sup>14</sup>

Sintesis nanoselulosa dilakukan dengan melarutkan 5 gram selulosa pada 25 mL larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 45% pada suhu 45°C selama 90 menit dengan magnetic mixer. Akuades ditambahkan ke dalam koloid hingga volume total mencapai 400 mL lalu diendapkan selama 24 jam. Koloid selulosa dibilas kemudian dinetralkan menggunakan larutan NaOH 0,5M 28 mL dengan mesin sentrifugasi hingga pH mendekati 6. Endapan hasil penetralan dionifikasi menggunakan ultrasonic homogenizer. Sentrifugasi dilakukan kembali menggunakan tabung dan mesin sampai terbentuk produk gel.<sup>14</sup>

Produk gel dikarakterisasi menggunakan TEM HT7700 dengan pembesaran 15.000x dan 30.000x. Sebagian produk gel yang tidak dikarakterisasi menggunakan TEM dikeringkan sampai membentuk serbuk lalu dikarakterisasi menggunakan XRD dan dianalisis strukturnya menggunakan software X-Powder

## HASIL

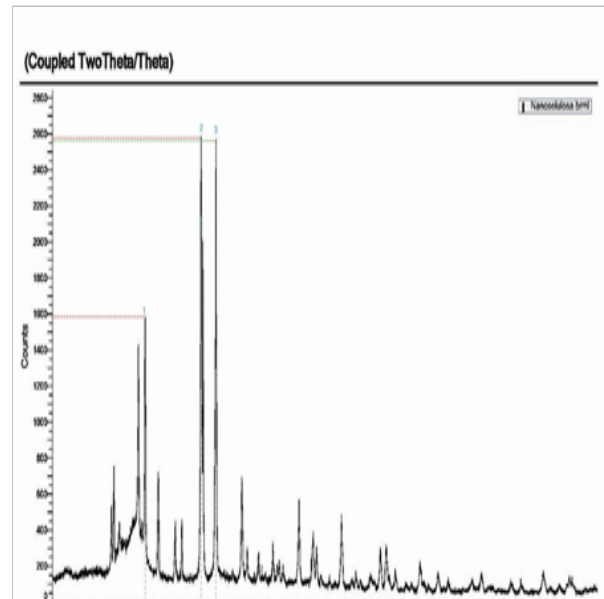
Hasil penelitian terdiri atas gambaran TEM dan XRD sebagai berikut (gambar 3 dan gambar 4).



Gambar 3. Hasil karakterisasi TEM (nanoselulosa berbentuk whisker dengan sebaran yang homogen)

Pengamatan menggunakan TEM pada gel menunjukkan morfologi partikel berbentuk nano-whisker atau gambaran seperti batang jerami dengan kisaran ukuran Panjang bervariasi antara 134 nm sampai 407 nm serta memiliki sebaran atau distribusi yang merata.

Pengujian menggunakan XRD memperlihatkan gambaran berupa difraktogram seperti pada gambar 4, dimana terdapat 3 puncak tertinggi yang menunjukkan kristalinitasnya. puncak pertama dimulai pada  $2\theta = 23,5^\circ$  yang merupakan puncak difraksi terendah, lalu puncak tertinggi ditunjukkan pada  $2\theta = 31,9^\circ$  dan bergeser pada  $2\theta = 34^\circ$ . Tiga titik puncak difraksi berkisar  $23,5^\circ$ - $34^\circ$ , hal ini menunjukkan kesesuaian angka difraksi nanoselulosa dari penelitian Nilsson (2017) dimana hasil XRD nanoselulosa berkisar antara  $12,3^\circ$ - $34,7^\circ$  menggambarkan puncak difraksi. Difraktogram sampel penelitian juga menunjukkan pola antiparalel, yang merupakan karakteristik umum hasil XRD nanoselulosa.<sup>15</sup>



Gambar 4. Difraktogram bubuk nanoselulosa

## PEMBAHASAN

Nanoselulosa adalah material alami yang memiliki karakteristik unik, disintesis dari berbagai sumber di alam mulai dari bakteri, hewan dan berbagai tumbuhan. Selulosa secara alami terdiri dari struktur kristalin yang tersusun secara sangat teratur bersama dengan beberapa struktur yang tidak teratur (amorf) diantaranya. Nanoselulosa disintesis melalui proses penghilangan struktur amorf pada selulosa dengan hidrolisis asam kuat sehingga memiliki kestabilan termal serta peningkatan kristalinitas, penguatan struktur dan morfologi permukaan.<sup>6,7</sup> Selulosa dan nanoselulosa pada penelitian ini disintesis dari bahan serat nenas karena keberlimpahan tanaman nenas di Indonesia dan karena kandungan selulosanya yang melebihi kandungan selulosa pada produk tanaman lainnya.<sup>10</sup>

Hasil TEM pada penelitian ini memperlihatkan bentuk nanoselulosa berupa nano-whisker atau seperti jerami yang memang diharapkan karena dapat meningkatkan sifat mekanis. Nano-whisker atau nanocrystal cellulose (CNC) merupakan nanoselulosa dengan kekuatan tinggi karena strukturnya yang seperti batang pendek dengan diameter berkisar antara 2-20 nm dan panjang berkisar antara 100-500 nm, sehingga dapat lebih menahan gaya mekanis. Nano-whisker mengandung 100% komposisi

kimiawi selulosa terutama di daerah yang mengalami kristalisasi.<sup>12</sup>

Hasil XRD pada penelitian ini menunjukkan bahwa fasa kristal nanoselulosa terbentuk dengan kristalinitas sebesar 76,5% yang sesuai dengan indeks kristalinitas selulosa yang berkisar antara 54-88%. Indeks kristalinitas nanoselulosa pada penelitian ini termasuk tinggi, hal ini dipengaruhi oleh terdapatnya struktur nanoselulosa berupa nano-whisker yang berukuran pendek (kristalinitas lebih tinggi pada struktur nano-whisker pendek)

### **SIMPULAN**

Hasil Transmission Electron Microscope (TEM) menunjukkan ukuran partikel selulosa dalam skala nanometer dan morfologi partikel yang berbentuk nano-whisker. Hasil karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) memperlihatkan terbentuknya selulosa dari olahan serat nanas. Sintesis nanoselulosa berbahan serat nanas dengan metode modifikasi Hummer's berhasil dilakukan dan diharapkan mampu meningkatkan sifat mekanis material kedokteran gigi.

### **DAFTAR PUSTAKA**

1. Kenneth J, Annusavice, Chiayi S, H. Ralph R. Phillips' Science of Dental Materials. Ed 12th. Singapore: Elsevier; 2013
2. Klemm D, Kramer F, Moritz S, Linstro T, Ankerfors M, Gray D, Drorris A. Reviews nanocellulose: A New Family of Nature-based Materials. *Angew Chem Int Ed*. 2011; 50: 5438-5466.
3. Torres FG, Troncoso OP, Lopez D, Grande C, Gomez CM. Reversible Stress Softening and Stress Recovery of Cellulose Networks. *Soft Matter*. 2009; 5: 4185-4190.
4. Halib Nadia, et al. Potential Applications of Nanocellulose-Containing Materials in the Biomedical Field. *National Center for Biotechnology Information*; 2017
5. Abhinimpuno W. Study of Calcium Phosphate Bioceramics Powders Synthesized via Biomimetic Process. Program Studi Teknik Material. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Bandung. Hal 37-50; 2007
6. George, Johnsy and S N Sabapathi. "Cellulose nanocrystals: synthesis, functional properties, and applications" *Nanotechnology, science and applications* 2015; vol. 8 45-54. 4 Nov.
7. Ilyas RA, dkk. Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from sugar palm fibers. *Carbohydrate polymer*, 2017; 181: 1038-51.
8. Suryaningsih, Studi Pendahuluan Mendapatkan Nanokristalin Selulosa Bakterial Dari Media Limbah Kulit Nanas. Universitas Pendidikan Indonesia. Bandung. 2014; Hal 11.
9. Aufan RM., Sintesis scaffold alginat-kitosan-karbonat apatit sebagai bone graft menggunakan metode freeze drying. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Bandung. 2012; Hal 9
10. Atkins, P. W.; De Paula, Julio. *Physical Chemistry* 11th edition; 2017.
11. T Wulandari, A Rochliadi, I M Arcana. Nanocellulose prepared by acid hydrolysis of isolated cellulose from sugarcane bagasse. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016; Volume 107, p. 5-6.
12. Claes Nilsson. Preparation and characterization of nanocellulose from wheat bran. Department of Chemical Engineering Lund University. 2017; p. 13-14.
13. K.S. Pillai, Willi Paul, Chandra P. Sharma. Chitin and chitosan polymers: Chemistry, solubility and fiber formation, *Progress in Polymer Science*, Volume 34, Issue 7, 2009; Pages 641-678
14. Gupita C, Bernard R. Encapsulation Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Mangosteen with Nanocellulose for Therapeutic Application of Cancer. Program Studi Teknik Material. Fakultas Teknologi Industri. Institut Teknologi Bandung. 2018; Hal 27-39
15. Eriksen, Erik-Fink. "Cellular mechanisms of bone remodeling": *Reviews in endocrine & metabolic disorders*. 2010; vol. 11,4: 219-27.