

Nexus: Jurnal Sains dan Teknologi

Homepage jurnal: https://ojs.polmed.ac.id/index.php/nexus_sains_dan_teknologi



Eksplorasi Nanokristal Selulosa dari Sumber Ramah Lingkungan untuk Inovasi Berkelanjutan

Ayu Syufiatun Br Tarigan^a, Adelia Yesya Putri Hasibuan^{a*}

^aProgram Studi Teknologi Rekayasa Kimia Industri, Jurusan Teknik Mesin, Politeknik Negeri Medan, Jl. Almamater No.1, Medan, Sumatera Utara 20155, Indonesia

*Penulis korespondensi: adeliayesyaputrihasibuan@polmed.ac.id (A.Y.P Hasibuan) Tel.: +62822-9916-8764

Sorotan

- Nanokristal selulosa dari sumber ramah lingkungan
- Metode isolasi Nanokristal selulosa
- Nanokristal selulosa berpotensi sebagai material inovatif untuk aplikasi berkelanjutan

INFO ARTIKEL

<u>Riwayat artikel:</u> Diajukan pada 25 Maret 2025 Direvisi pada 10 April 2025 Disetujui pada 06 Mei 2025 Tersedia daring pada 09 Mei 2025

Kata kunci:

Nanokristal selulosa, metode isolasi, karakterisasi, material berkelanjutan

Keywords:

Nanocrystal cellulose, isolation method, characterization, sustainable material

ABSTRAK

Nanokristal selulosa (NCC) merupakan bahan alami yang banyak diteliti karena memiliki kekuatan mekanik tinggi, tahan panas, dan ramah lingkungan. Bahan ini diperoleh dari sumber daya terbarukan seperti limbah tumbuhan dan biomassa, sehingga berpotensi menjadi alternatif berkelanjutan untuk berbagai aplikasi industri. Artikel review ini membahas tiga metode isolasi NCC, yaitu metode kimia, fisik/mekanik, dan biologis. Metode biologis dianggap paling unggul karena tidak menggunakan bahan kimia berbahaya dan tidak menghasilkan limbah beracun, sehingga lebih sesuai dengan prinsip keberlanjutan dan perlindungan lingkungan. Selain itu, artikel ini juga mengulas potensi aplikasi NCC dalam berbagai bidang seperti farmasi, tekstil, dan material komposit. Aplikasi NCC di berbagai sektor menunjukkan peningkatan performa material sekaligus mendukung pengurangan dampak lingkungan. Dengan kemajuan riset dan teknologi nanomaterial, NCC memiliki prospek besar sebagai bahan fungsional masa depan yang ramah lingkungan. Tujuan dari artikel ini adalah memberikan gambaran menyeluruh mengenai metode isolasi dan aplikasi NCC, serta menjadi referensi bagi peneliti dalam mengembangkan nanomaterial berkelanjutan.

A B S T R A C T

Cellulose nanocrystals (CNCs) are natural materials that have gained increasing research attention due to their high mechanical strength, thermal stability, and environmental safety. Derived from renewable resources such as plant waste and biomass, CNCs offer a sustainable alternative for various industrial applications. This review article discusses three main methods for CNC isolation: chemical, physical/mechanical, and biological methods. Among these, the biological method is considered the most advantageous, as it avoids the use of harmful chemicals and does not produce toxic waste, aligning well with the principles of sustainability and environmental protection. Additionally, the article explores the potential applications of CNCs in fields such as pharmaceuticals, textiles, and composite materials. These applications demonstrate enhanced material performance while reducing environmental impact. With ongoing advancements in nanomaterial research and technology, CNCs hold great promise as eco-friendly functional materials. This review aims to provide a comprehensive overview of CNC isolation methods and applications, serving as a valuable reference for researchers in developing sustainable nanomaterials.

1. Pendahuluan

Dalam beberapa dekade terakhir, nanomaterial berbasis selulosa, khususnya nanokristal selulosa (NCC), telah menarik perhatian luas di berbagai bidang industri dan penelitian. Nanokristal selulosa merupakan material berbasis biomassa yang ramah lingkungan, biodegradable, dan memiliki sifat mekanik yang luar biasa [1]. Sumber utama NCC adalah selulosa dari biomassa alami [2], seperti limbah hasil pertanian [1], [3], limbah kayu, dan serat tanaman, menjadikannya produk yang berkelanjutan serta sejalan dengan prinsip ekonomi sirkular dalam upaya untuk mengurangi konsumsi sumber daya, polusi, dan emisi karbon[4]. Proses pembuatan nanoselulosa umumnya melibatkan metode hidrolisis asam, enzimatis, atau mekanik serta gabungan untuk menghasilkan struktur kristalin berukuran nano (<100 nm) [5]. Karakterisasi nanoselulosa menjadi aspek penting dalam menentukan aplikasinya, yang mencakup analisis morfologi, ukuran partikel, kristalinitas, sifat termal, serta kompatibilitasnya dengan berbagai matriks. NCC saat ini digunakan dalam berbagai aplikasi, termasuk dalam industri biomedis, pengemasan makanan ramah lingkungan, komposit polimer, 3D printing, serta water treatment. Tren dunia yang semakin berfokus pada material berkelanjutan dan ramah lingkungan mendorong peningkatan penelitian dan pengembangan NCC sebagai alternatif bagi material sintetis yang kurang ramah lingkungan [6]. Artikel ini akan membahas metode pembuatan nanokristal selulosa, karakterisasi, serta berbagai aplikasinya dalam industri dan teknologi energi terbarukan. Diharapkan ada pengembangan lebih lanjut dalam produksi dan pemanfaatan material yang berkelanjutan dan inovatif di masa depan.

2. Metode

Metode yang digunakan dalam penulisan artikel review ini adalah melalui studi literatur ilmiah. Data-data yang digunakan dalam penulisan dikumpulkan dari ScienceDirect, Google Scholar, ResearchGate, dan jurnal online lainnya. Pencarian sumber pustaka atau acuan dilakukan dengan membuat beberapa cakupan, mulai dari sumber-sumber selulosa, metode pembuatan nanokristal selulosa, karakterisasi nanokristal selulosa, dan penerapannya dalam berbagai bidang. Jurnal-jurnal yang digunakan bersumber dari jurnal nasional dan internasional dengan tahun terbit kurang lebih 5 tahun terakhir. Jurnal yang menjadi referensi dikaji dan disajikan dalam bentuk review studi literatur ilmiah.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Sumber Nanokristal Selulosa

Nanokristal selulosa dapat diperoleh dari berbagai sumber, baik tanaman, hewani, maupun mikroba. Bersumber dari tanaman, NCC diekstraksi dari kayu, kapas, bambu serta limbah industru pertanian seperti jerami padi, batang jagung, ampas tebu dan limbah kelapa sawit. Sumber dari mikroba yaitu bakteri *Komagataeibacter xylinus*, yang menghasilkan selulosa dengan kemurnian yang tinggi. Sumber hewani meliputi cangkang kepiting dan udang yang mengandung kitosan yang bisa dikonversi menjadi selulosa. Dengan keberagaman sumber ini, NCC menjadi material berkelanjutan dengan berbagai potensi aplikasi industri.

Tabel 1. Sumber Nanokristal Selulosa					
Sumber NCC	Kategori	Karakteristik dan Keunggulan	Referensi		
Limbah Kapas	Serat Non Kayu	Kadar selulosa dan kristalinitas tinggi	[7]		
Bonggol Jagung	Limbah Pertanian	Kadar selulosa tinggi, struktur lignoselulosa kuat	[1], [8]		
Tandan Kosong Kelapa Sawit	Limbah Industri	Sumber lignoselulosa, tersedia dalam jumlah besar	[9], [10], [11]		
Ampas Kapulaga	Limbah Pertanian	Kandungan selulosa tinggi, sumber melimoah, potensi sebagai antimikroba	[4]		
Sekam Padi/Jagung	Limbah	Kaya akan silika, mudah	[12]		
	Pertanian	diaplikasikan menjadi komposit			
Kayu	Serat Kayu	Kadar selulosa tinggi, struktur lignoselulosa kuat	[13]		
Ampas Tebu	Limbah Petanian	Kadar selulosa tinggi, sumber melimpah	[14]		
Cangkang Kepiting/Udang	Hewani	Kitosan yang diubah menjadi selulosa, sifat meknaik dan kristalinitas tinggi, potensi antimikroba, tahan degradasi enzim	[15]		
Bakteri Selulosa	Mikroba	Kemurnian selulosa tinggi, bisa dikontrol produksinya	[16]		
Eukaliptus	Pertanian	Kadar selulosa tinggi, kristanilitas tinggi, potensi antimikroba dan antioksidan	[17], [18]		

3.2 Metode Isolasi Nanokristal Selulosa

Isolasi NCC dari sumber selulosa alami dapat dilakukan dengan beberapa pendekatan, seperti metode kimia, fisik/mekanik, dan biologis. Setiap metode memiliki prinsip kerja, keunggulan, serta keterbatasan masing-masing yang perlu dipertimbangkan agar hasil yang diperoleh optimal.

1. Metode Kimia

Metode kimia menjadi salah satu teknik isolasi nanokristal selulosa yang paling umum diginakan karena mampu menghasilkan kristal nano yang memiliki ukuran yang seragam dan tingkat kristalinitas yang tinggi. Beberapa tekmik yang digunakan dalam metode kimia meliputi :

a. Hidrolisis asam

Proses ini menggunakan asam kuat seperti asam sulfat (H₂SO₄), asam klorida (HCl), asam fosfat (H₃PO₄), atau asam organik. Tujuan penggunaan asam yaitu untuk menghilangkan bagian amorf selulosa sehingg akan meningkatkan sifat kristal dari selulosa [19]. Asam yang paling sering digunakan yaitu asam karena memberikan stabilitas koloid, meskipun dapat menyebabkan degradasi termal pada NCC [20].



Gambar 1. Skema proses pembuatan nanokristal selulosa menggunakan metode hidrolisis asam [21]

b. Oksidasi TEMPO

Metode ini menggunakan reagen TEMPO (2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl) untuk mengoksidasi gugus hidroksil pada C-6 selulosa menjadi gugus karboksilat, yang meningkatkan kestabilan dan dispersi NCC dalam media air[22]. Selain TEMPO, agen pengoksidasi seperti natrium periodat dan peroksida juga dapat digunakan untuk memodifikasi permukaan NCC[13], [23].



Gambar 2. Mekanisme reaksi karboksilasi NCC dengan oksidasi TEMPO [24-25]

2. Metode Fisik/Mekanik

Metode ini menggunakan energi mekanik yang tinggi untuk mengahsilkan NCC. Beberapa teknik yang digunakan antara lain :

a. Ultrasonikasi

Gelombang ultrasonik berfrekuensi tinggi mampu memecah serat selulosa menjadi nanokristal melalui efek kavitasi [26]. Metode ini sangat efektif dalam meningkatkan kestabilan NCC dalam suspensi [27].

b. Ball-Milling

Teknik ini melibatkan penggunaan bola-bola logam keras untuk menggiling serat selulosa hingga berukuran nano. Namun, proses ini membutuhkan waktu lama dan dapat menyebabkan degradasi struktur NCC akibat gesekan mekanik yang tinggi [28].



Gambar 3. Proses Ball-Milling [28-29]

c. High pressure homogenization

Selama proses *high-pressure homogenization*, suspensi selulosa akan melewati celah yang sangat sempit sambil diberi tekanan, menghasilkan aliran cepat dengan gaya geser yang sangat tinggi. Gaya ini secara efektif memutus ikatan hidrogen dalam serat selulosa, mempercepat proses depolimerisasi, dan menghasilkan nanokristal selulosa berukuran lebih kecil [17].

3. Metode Biologis

Metode biologis dalam isolasi nanokristal selulosa (NCC) menggunakan enzim selulase atau mikroorganisme selulolitik untuk menguraikan bagian amorf selulosa tanpa merusak struktur kristalinnya. Enzim utama yang digunakan dalam proses ini meliputi *endoglukanase, eksoglukanase (selobiohidrolase),* dan β -glukosidase. Endoglukanase bekerja dengan memutus ikatan dalam rantai selulosa secara acak, sedangkan eksoglukanase memecah selulosa dari ujung rantai untuk menghasilkan

selobiosa, yang kemudian dihidrolisis oleh β -glukosidase menjadi glukosa. Proses ini menghasilkan NCC dengan tingkat kemurnian tinggi dan struktur yang lebih utuh dibandingkan metode lain, karena tidak melibatkan bahan kimia keras atau gaya mekanik yang ekstrem [12].

Isolasi NCC secara biologis biasanya dimulai dengan perlakuan awal untuk memecah struktur selulosa, sehingga enzim dapat lebih mudah mengakses bagian amorfnya. Setelah itu, enzim selulase ditambahkan dalam kondisi optimal (pH dan suhu yang sesuai) agar reaksi hidrolisis berlangsung secara efisien. Hasil yang diperoleh adalah NCC dengan ukuran yang lebih bervariasi dibandingkan metode kimia, namun dengan tingkat kristalinitas yang tetap tinggi dan bebas dari kontaminan kimia[30].

Dibandingkan dengan metode kimia dan fisik, metode biologis memiliki keunggulan utama dalam hal keberlanjutan dan ramah lingkungan, karena tidak menghasilkan limbah beracun [10]. Namun, proses ini memerlukan waktu lebih lama dan hasilnya bisa lebih sulit dikontrol dalam hal ukuran dan dispersi NCC. Oleh karena itu, metode biologis sering dikombinasikan dengan metode lain, seperti perlakuan kimia ringan atau proses mekanik, untuk meningkatkan efisiensi dan kualitas NCC yang dihasilkan.

Metode		Reagent yang digunakan	Keunggulan dan Kekurangan	Referensi
Hidrolisis Asam	Asam Anorganik	H ₂ SO ₄ , HCl, H ₃ PO ₄	Menghasilkan NCC dengan ukuran lebih seragam dan tingkat	[4], [14], [21], [27]
	Asam Organik	Asam Sitrat, Asam Format	kristalinitas tinggi, tetapi potensi menghasilkan limbah kimia yang	
	Mix Asam	H ₂ SO ₄ /HCl	bersifat korosif serta merusak alam. Asam sulfat dapat menghasilkan suspensi yang lebih baik dari asam lainnya	
Oksidasi	TEMPO	TEMPO, TEMPO/NaClO	NCC karboksilasi dapat disintesis dengan metode ini. Tetapi metode ini	[13], [25], [31], [32]
	Periodat	NaI, NaClO	membutuhkan jumlah agen pengoksidasi yang cenderung tinggi	
Mekanik High pressu homogenization Ball-milling	High pressure	-	Tidak menggunakan bahan kimia	[17], [27], [28], [33]
	Ball-milling	-	berbahaya, lebih ramah lingkungan. Dapat menghasilkan NCC dengan ukuran yang dapat dikontrol	
	Ultrasonikasi	-	Metode ini membutuhkan konsumsi energi yang tinggi, kristalinitas rendah, dan pengendalian kondisi proses yang lebih menantang.	
Enzimatik	Xylanase, Cellulase	-	Proses lebih ramah lingkungan dibandingkan metode kimia. Menghasilkan NCC dengan kemurnian tinggi. Biaya yang cenderung lebih tinggi karena menggunakan enzim	[10], [30], [34]

Tabel 2. Metode, Reagent dan Keunggulan serta Kekurangan Metode Isolasi NCC

3.3 Karakterisasi

3.3.1 Dynamic Light Scattering (DLS)

Dynamic Light Scattering (DLS) adalah teknik yang digunakan untuk mengukur diameter hidrodinamik dan distribusi ukuran nanokristal selulosa (NCC) dalam suspensi dengan mengukur fluktuasi intensitas cahaya akibat gerak Brownian partikel. Hasil pengukuran DLS sering menunjukkan ukuran lebih besar dari ukuran sebenarnya karena adanya lapisan hidrasi air di sekitar NCC. Teknik ini juga memberikan informasi tentang agregasi dan stabilitas partikel dalam larutan.



Gambar 4. Distribusi ukuran dengan analisa DLS setelah hidrolisis asam dari biomassa batang bawang putih, tongkol jagung dan limbah bambu menggunakan asam sulfat (A) dan asam klorida (B) [8]

Pengukuran distribusi ukuran partikel (Gambar 4) menunjukkan perbedaan ukuran NCC yang diperlakukan dengan dua jenis asam. Gambar 4A menunjukkan distribusi ukuran dari NCC yang dihasilkan dari selulosa yang diproses dengan asam sulfat. Pada NCC yang berasal dari limbah bambu raksasa dan tongkol jagung, puncak paling intens berada di sekitar 90 nm dan 120 nm, sedangkan puncak yang kurang intens berada di sekitar 450 nm untuk kedua jenis NCC tersebut. Demikian pula, distribusi ukuran NCC dari batang bawang putih menunjukkan puncak lebih intens di sekitar 190 nm, sementara puncak yang kurang intens diamati pada 750 nm. Berdasarkan analisis DLS, proses hidrolisis selulosa dari tiga jenis limbah yang berbeda menghasilkan distribusi ukuran NCC yang tidak homogen, baik pada penggunaan asam sulfat maupun asam klorida. Namun, NCC yang dihidrolisis menggunakan asam sulfat lebih efisien dan menghasilkan ukuran yang lebih kecil. Secara lebih spesifik, pada NCC yang berasal dari tongkol jagung dan limbah bambu raksasa, puncak intensitas terbesar berada di kisaran 900–1.200 nm, sementara puncak yang kurang intens berada di sekitar 260 nm. NCC dari batang bawang putih menunjukkan puncak intensitas terbesar di sekitar 1,8 µm, sementara puncak yang kurang intens berada di sekitar 630 nm (Gambar 4B) [8].



Gambar 5. Distribusi ukuran partikel CCNPs dengan DLS [15]

Pada penelitian ini, Sodium tripolyphosphate (STPP) digunakan sebagai agen crosslinking polianionik dalam proses gelasi ionotropik dari polielektrolit kitosan kepiting kationik untuk membentuk NCC dan selanjutnya diukur distribusi ukuran partikelnya dengan DLS sehingga memperoleh hasil seperti yang terlihat pada Gambar 5, diameter NCC berkisar antara 53,48 hingga 120,23 nm, dengan indeks polidispersitas (PDI) berada dalam rentang sempit yaitu 0,28 hingga 0,35 [15].

3.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar X (XRD) adalah teknik umum yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dan kristalinitas selulosa nanokristal. Analisis XRD memberikan informasi tentang derajat kristalinitas, ukuran kristal, dan bentuk kristal dari nanokristal. Pola XRD dari nanokristal selulosa umumnya menampilkan beberapa puncak difraksi pada sudut tertentu yang sesuai dengan bidang kristalit dari selulosa. Intensitas dan posisi puncak-puncak ini dapat digunakan untuk memperkirakan derajat. Analisis XRD juga digunakan untuk mempelajari pengaruh metode ekstraksi terhadap kristalinitas dan struktur kristalin dari NCC. XRD juga dapat digunakan untuk mempelajari pengaruh modifikasi permukaan terhadap struktur kristalin dari NCC. Misalnya, pola XRD dari selulosa nanokristal yang dimodifikasi dengan gugus fungsional asam karboksilat menunjukkan penurunan intensitas puncak yang menunjukkan penurunan kristalinitas dari NCC. Indeks kristalinitas (CrI) dari data XRD NCC dapat ditentukan dengan persamaan berikut.

$$CrI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} x \ 100\% \tag{1}$$

Di mana:

$$\begin{split} I_{002}: & \text{intensitas maksimum dari bidang kristal (002)}\\ I_{am} & \text{adalah intensitas puncak amorf di sekitar } 2\theta \sim 18^\circ \end{split}$$

Pada penelitian Dyah Kencana menggunakan XRD untuk memperkirakan derajat kristalinitas TKKS (tandan kosong kelapa sawit) dan memperoleh indeks kristalinitas yang rendah disebabkan oleh tingginya jumlah daerah amorf dalam strukturnya. Setelah dilakukan hidrolisis asam, kristalinitas TKKS meningkat dari 37,81% menjadi 60,28% akibat penghilangan lignin dan hemiselulosa yang terikat pada TKKS atau karena berkurangnya daerah amorf seperti yang terlihat pada Gambar 6. Asam sulfat (H₂SO₄) yang digunakan dalam proses hidrolisis menyerang fase amorf pada nanoselulosa, menyebabkan pemutusan ikatan glikosidik dan akhirnya melepaskan kristalit individu [9].



Gambar 6. Spektrum XRD dari (a) NCC dengan 30% H₂SO₄ (b) TKKS [9]

Selain itu, XRD dapat memberikan informasi tentang ukuran kristal NCC. Misalnya, pada penelitian [4] yang mengukur kristalit NCC yang diekstraksi dari serat *Elettaria cardamomum* ditemukan berada dalam kisaran 3,12 hingga 3,89 nm dengan analisis XRD yang terlihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Difraktogram XRD dari kristal nanoselulosa yang diperoleh melalui hidrolisis menggunakan asam asetat, asam malat, asam tartarat, dan asam sitrat [7]

3.3.3 TGA

Thermogravimetric Analysis (TGA) merupakan teknik yang juga banyak digunakan untuk memprediksi perilaku termal mikrokristalin selulosa (MCC) di bawah tekanan termal. Perlu dicatat bahwa diameter serat MCC sangat bergantung pada sumbernya dan proses isolasi yang digunakan [3]. Kurva TGA digunakan untuk menganalisis seberapa stabil suatu material terhadap suhu dalam kondisi yang dikontrol, seperti kecepatan pemanasan dan jenis gas yang digunakan. Selain itu, dengan melihat turunan pertama dari kurva TGA (DTG), kita dapat menentukan dengan lebih tepat pada suhu berapa material mulai mengalami penurunan berat yang signifikan [35].

Penelitian [35] menguji nanokristal selulosa yang berasal dari pulp kayu pinus menggunakan TGA dengan hasil yang ditunjukkan pada Gambar 8. Penurunan berat pertama terjadi pada suhu 25-100°C akibat penguapan air. NCC-FD mulai terdekomposisi pada 210°C karena masih ada hemiselulosa dan lignin, dengan penurunan berat signifikan pada 260-300°C akibat gugus sulfonat yang menurunkan stabilitas termalnya. Sementara itu, NCC-SD mengalami penurunan berat lebih besar pada 210°C, kemungkinan karena proses pengeringan suhu tinggi menghilangkan lebih banyak hemiselulosa dan lignin. NCC-SD juga menunjukkan degradasi lebih lanjut hingga 480°C dan kehilangan berat lebih besar (>90% pada 500°C) dibanding NCC-FD (65% pada 500°C), yang bisa disebabkan oleh struktur kristalnya yang lebih teratur.



Gambar 8. Analisis termogravimetri (A) dan turunan pertama analisis termogravimetri (B) untuk nanokristal selulosa dengan *freeze-dried* (NCC-FD) dan nanokristal selulosa dengan *spray-dried* (NCC-SD)m [3].

3.3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) adalah teknik lain yang umum digunakan untuk karakterisasi nanokristal selulosa. SEM memungkinkan visualisasi morfologi permukaan dan topografi partikel dengan pembesaran tinggi. Ukuran rata-rata dan bentuk partikel NCC dapat dinilai melalui analisis SEM. Gambar SEM memberikan informasi mengenai morfologi, dimensi struktural, dan topografi permukaan NCC secara detail. Analisis SEM sering dikombinasikan dengan EDS untuk memperoleh informasi tambahan mengenai komposisi elemen. Secara umum, gambar SEM dari NCC menunjukkan struktur mirip batang dengan rasio aspek yang memanjang. Panjang NCC dapat berkisar dari ratusan nanometer hingga beberapa mikrometer, sedangkan lebar mereka berkisar dari 5 hingga 50 nm.

Penelitian [33] melaporkan bahwa Gambar 6 menunjukkan hasil SEM dari film selulosa yang dibuat dari suspensi selulosa yang telah diproses menggunakan UHPH (*Ultra-High Pressure Homogenization*) sebanyak 25 kali, kemudian dikeringkan pada suhu ruangan. Analisis dilakukan dengan tiga tingkat perbesaran (1000×, 10.000×, dan 50.000×) untuk mengamati perubahan struktur morfologi partikel selulosa akibat tekanan homogenisasi. Seperti terlihat pada Gambar 9 , sebelum diproses, serat kapas memiliki struktur kristalin dengan ukuran partikel rata-rata sekitar 54 µm. Setelah mengalami perlakuan UHPH, ukuran partikel semakin mengecil dan distribusinya menjadi lebih seragam seiring dengan meningkatnya tekanan. Film selulosa yang dihasilkan dari suspensi yang diproses pada tekanan 3500 bar memiliki permukaan paling halus dibandingkan perlakuan lainnya. Sementara itu, mikrokrisal selulosa dengan ukuran 2–10 µm dan 5–30 µm masih terlihat pada sampel yang diproses dengan tekanan 1500 bar dan 500 bar. Pengamatan SEM pada perbesaran 50.000× mengungkapkan bahwa film selulosa yang dihasilkan melalui proses UHPH tersusun dari nanopartikel berbentuk jarum yang panjang, semi-fleksibel, dan sedikit melengkung.



Gambar 9. Mikrograf SEM partikel selulosa yang diperlakukan pada tekanan 500, 1500, 2500, dan 3500 bar dengan perbesaran a) 1000×, b) 10.000×, dan c) 50.000× [33]

3.3.5 Transmission Electron Microscope (TEM)

Transmission Electron Microscope (TEM) merupakan teknik lain yang digunakan untuk menganalisis permeabilitas nanokristal selulosa (NCC). Dengan menggunakan TEM, para peneliti dapat melihat morfologi dan ukuran NCC lebih detail karena TEM memberikan hasil gambar yang beresolusi tinggi. Sebuah penelitian yang dilakukan oleh Reeba Mary melaporkan menggunakan TEM untuk melakukan analisis terhadap NCC hasil ekstraksi dari Elettaria cardamomum secara terperinci. Gambar TEM yang ditampilkan dalam Gambar 10 diambil pada skala 100 nm, menunjukkan keberhasilan ekstraksi nanoselulosa. Gambar tersebut mengungkap pembentukan kristal nanoselulosa (NCC) berbentuk batang panjang menggunakan empat jenis asam organik dalam proses hidrolisis, meskipun dengan perbedaan parameter struktural seperti panjang, diameter, dan rasio aspek.



Gambar 10. Analisis morfologi: TEM dari kristal nanoselulosa yang diekstraksi dari *Elettaria cardamomum* (ENCC) menggunakan (A) Asam Tartarat, (B) Asam Sitrat, (C) Asam Malat, dan (D) Asam Asetat [36].

Selain itu, Hongzen Wang [24] melakukan penelitian menggunakan sumber selulosa dari sampel pulp *Eucalyptus* dan dihidrolisis dengan asam sulfat untuk mengekstraksi NCC dari pulp. Gambar TEM (Gambar 11) menunjukkan NCC yang telah dipersiapkan dengan kondisi yang dioptimalkan, dengan bentuk seperti jarum, panjang antara 200–400 nm, dan lebar kurang dari 10 nm.



Gambar 11. Mikrograf TEM dari NCC [24]

3.3.6 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) adalah teknik yang dapat digunakan untuk mengukur absorpsi radiasi inframerah oleh suatu sampel dan memberikan informasi tentang komposisi kimia dan struktur molekul dari material tersebut. Spektrum FTIR dapat memberikan informasi mengenai struktur kimia dan kelompok fungsional yang ada dalam material. Keberadaan NCC umumnya menunjukkan puncak karakteristik yang sesuai dengan kelompok fungsional tertentu, seperti: vibrasi regangan -OH (hidroksil) di sekitar 3330 cm⁻¹, C-H di sekitar 2900 cm⁻¹, dan C=O di sekitar 1630 cm⁻¹. Intensitas dan posisi puncak ini dapat digunakan untuk mengevaluasi kemurnian, kristalinitas, dan modifikasi permukaan nanokristal selulosa [6].

Beberapa penelitian telah menggunakan FTIR untuk menyelidiki efek berbagai metode ekstraksi terhadap struktur kimia NCC. Sebagai contoh, penelitian yang menggunakan FTIR digunakan untuk memvalidasi pembentukan NCC serta menganalisis karakteristik strukturalnya. Dalam spektrum FTIR NCC (Gambar 12), terlihat puncak serapan kitosan yang menunjukkan vibrasi ulur N-H/O-H, C=O dari amida I, vibrasi tekuk NH₂, dan gugus glikosidik pada 3428, 1645, 1589, dan 1157 cm⁻¹. Selain itu, keberhasilan pembentukan NCC melalui crosslinking TPP-NCC ditunjukkan dengan adanya pita khas pada 1255, 1156, 1087, dan 895 cm⁻¹ yang berasal dari viibrasi ulur gugus fosfor-oksigen pada TPP [15] 2900 cm⁻¹, dan C=O di sekitar 1630 cm⁻¹. Intensitas dan posisi puncak ini dapat digunakan untuk mengevaluasi kemurnian, kristalinitas, dan modifikasi permukaan nanokristal selulosa [6].



Gambar 12. Spektrum FTIR dari kitosan yang berasal dari cangkang kepiting (CC) dan nanopartikelnya (CCNPs) [15]

Alarcon Moyano [8] meneliti dua sampel nanokristal yang dikeringkan dengan metode berbeda. Kedua sampel tersebut menunjukkan spektrum yang serupa yang menandakan bahwa metode pengeringan tidak mempengaruhi struktur molekul NCC. Spektrum FTIR yang ditampilkan pada Gambar 13 sesuai dengan pola IR khas selulosa, yang telah banyak dilaporkan dalam literatur. Puncak serapan pada bilangan gelombang 3334 cm⁻¹ menandakan vibrasi peregangan gugus –OH yang merupakan bagian dari struktur molekul selulosa dan mencerminkan sifat hidrofilik NCC. Puncak pada bilangan gelombang 1645 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekukan gugus –OH dari air yang terserap dalam struktur NCC, yang menandakan adanya interaksi air dengan NCC. Selain itu, puncak serapan pada 1161 cm⁻¹ dan 1107 cm⁻¹ dikaitkan dengan getaran ikatan CC dalam cincin glukosa serta ikatan COC glikosidik β -1,4 antara unit D-glukosa dalam struktur molekul selulosa. Puncak serapan pada 1061 cm⁻¹ dikaitkan dengan vibrasi peregangan CO dalam selulosa, sedangkan puncak serapan pada 1031 cm⁻¹ dikaitkan dengan vibrasi ikatan CC dalam CO dalam selulosa [35].



Gambar 13. Spektrum FTIR nanokristal selulosa yang dikeringkan dengan pembekuan (NCC-FD) dan nanokristal selulosa yang dikeringkan dengan semprot (NCC-SD) [35]

3.3.7 Atomic Force Microscopy (AFM)

Atomic Force Microscopy (AFM) adalah mikroskop yang digunakan untuk melakukan pemindaian pada permukaan suatu spesimen untuk mengukur topografinya dan properti permukaannya pada skala Nanometer. Mikroskop ini menggunakan alat penganalisis yang disebut Probe untuk berinteraksi dengan permukaan dan menghasilkan gambar serat tiga dimensi. AFM dapat memberikan informasi berupa ukuran partikel, muatan permukaan, dan perilaku agregasi nanokristal selulosa. Sejauh ini, AFM telah digunakan untuk mengukur panjang dan diameter dari nanokristal NCC. Dimana, panjang NCC adalah sekitar 100–200 nm, sementara diameter NCC mencapai hingga 5–10 nm.

Penelitian yang dilakukan [8] menganalisis morfologi NCC menggunakan AFM (Gambar 14) yang menunjukkan bahwa nanokristal yang dihasilkan melalui hidrolisis asam sulfat memiliki bentuk khas seperti jarum dengan ukuran rata-rata berbeda, yaitu NCC dari batang bawang putih lebih panjang dibandingkan NCC dari tongkol jagung, dan NCC dari bambu raksasa memiliki ukuran paling kecil. Sementara itu, NCC yang diekstraksi menggunakan asam klorida, khususnya dari batang raksasa (Gambar 14e, f), tampak kurang terdefinisi dengan bentuk berjumbai dan ukuran yang lebih besar (300–450 nm) dibandingkan NCC yang dihasilkan menggunakan asam sulfat. Pola serupa juga ditemukan pada NCC dari batang bawang putih dan tongkol jagung.



Gambar 14. Atomic Force Microscopy (AFM) dari NCC yang diperoleh dari batang bawang putih (a, b), tongkol jagung (c), dan bambu raksasa (d) yang diekstraksi menggunakan asam sulfat. Sementara itu, panel (e, f) menampilkan gambar AFM NCC dari batang raksasa yang diekstraksi menggunakan asam klorida [37].

3.4 Aplikasi

Nanokristal selulosa merupakan bahan polimer ramah lingkungan yang banyak diteliti karena memiliki sifat unggul. Material ini memiliki luas permukaan yang besar, kekuatan tarik tinggi, serta modulus elastisitas yang kuat. Selain itu, nanokristal selulosa juga memiliki rasio aspek yang baik serta sifat optik dan kelistrikan yang menarik. Berkat keunikan tersebut, nanokristal selulosa banyak dimanfaatkan sebagai penguat material [2, 38], pada bidang biomedis [39], sebagai penghantar obat [37], penstabil busa, *water treatment* [40], hingga untuk pengembangan superkapasitor dan lain sebagainya[11].



Gambar 15. Aplikasi nanoselulosa [3]

NCC yang bersifat biodegradable dan tidak beracun semakin banyak digunakan sebagai bahan pembungkus makanan karena dapat dengan mudah mengikat atau mengenkapsulasi agen antimikroba dan antioksidan alami [2]. Penelitian yang dilakukan oleh Wang et al. menggunakan metode pelapisan berlapis dengan selulosa yang dimodifikasi dan lignin nanoalkali untuk meningkatkan daya tahan kemasan melalui ikatan yang lebih kuat antara selulosa dan lignin. Teknik ini berhasil memperbaiki struktur kemasan kertas, meningkatkan daya serap air, serta membuatnya lebih kuat hingga empat kali lipat, sekaligus lebih tahan terhadap lemak dan air [36].

Selain itu dalam bidang biomedis, nanokristal selulosa banyak digunakan karena sifatnya yang biokompatibel dan tidak beracun. Dalam sistem penghantaran obat, nanokristal selulosa membantu mengontrol pelepasan obat dan interaksinya dengan target, sehingga meningkatkan efektivitas pengobatan. Untuk mengikat obat atau senyawa hidrofobik, permukaan nanokristal selulosa perlu dimodifikasi melalui proses seperti sulfonasi, sililasi, esterifikasi, atau karboksilasi. Selain itu, surfaktan kationik dapat digunakan untuk mengubah muatan nanokristal selulosa agar lebih mudah berikatan dengan obat dan melepaskannya secara perlahan. Hidrogel berbasis nanokristal selulosa juga dapat membawa berbagai zat bioaktif yang dilepaskan dengan mengatur struktur ikatan dalam jaringannya. Misalnya, kombinasi gelatin yang dimodifikasi dengan genipin dan nanokristal selulosa yang mengandung diosgenin dapat menghasilkan hidrogel dengan daya serap tinggi serta kemampuan antimikroba yang baik [3].

Studi lain terkait aplikasi nanoselulosa yang dilakukan oleh Zhu et al (2025) menggunakan isolat protein kacang polong dan nanokristal selulosa untuk membuat emulsi minyak dalam air, dengan analisis pengaruh pH dan kandungan minyak. Dengan memodifikasi interaksi antara polisakarida dan protein, stabilitas emulsi dan tekstur semi-padat dapat diaplikasikan sebagai tinta untuk pencetakan 3D [41].

4. Kesimpulan

Nanokristal selulosa (NCC) merupakan material alami yang berpotensi besar sebagai alternatif ramah lingkungan dalam berbagai industri. Dengan sifat mekanik yang unggul, ketahanan panas, dan sifat biokompatibel, NCC dapat digunakan dalam aplikasi seperti farmasi, tekstil, dan material komposit. Metode isolasi NKS mencakup pendekatan kimia, fisik/mekanik, dan biologis, dengan metode biologis menjadi pilihan terbaik karena lebih ramah lingkungan dan tidak menghasilkan limbah beracun. Namun metode tersebut ini memerlukan waktu lebih lama dan hasilnya bisa lebih sulit dikontrol dalam hal ukuran dan dispersi NCC. Oleh karena itu, kombinasi antar metode dapat dilakukan untuk meningkatkan efisiensi dan kualitas dari NCC yang dihasilkan. Seiring berkembangnya inovasi dalam produksi dan pemanfaatan NCC, material ini dapat berkontribusi dalam berbagai bidang seperti kosmetik, biomedis, pembungkus makanan, tekstil dan berbagai bidang lainnya.

Kontribusi Penulis

A.S.B. Tarigan: Menyusun draf awal, meninjau dan menyunting naskah, investigasi, mengumpulkan data, merancang konsep dan metodologi, memvisualiasi. A.Y.P. Hasibuan: : Meninjau dan menyunting naskah, serta memvalidasi.

Konflik Kepentingan

Penulis menyatakan bahwa tidak ada konflik kepentingan, baik dalam aspek finansial maupun hubungan pribadi, yang dapat mempengaruhi interpretasi atau hasil penelitian dalam artikel ini.

Daftar Pustaka

- [1] Q. Zeng *et al.*, "Efficient Co-Production of Glucose and Carboxylated Cellulose Nanocrystals from Cellulose-rich Biomass Waste Residues via Low Enzymatic Prehydrolysis and Persulfate Oxidation," *Ind Crops Prod*, vol. 220, 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.119279.
- [2] J. Zhang *et al.,* "Sustainable Biomass-based Composite Biofilm: Sodium Alginate, TEMPO-Oxidized Chitin Nanocrystals, and MXene Nanosheets for Fire-resistant Materials and

Next-generation Sensors," J Colloid Interface Sci, vol. 654, pp. 795–804, 2024, doi: 10.1016/j.jcis.2023.10.080.

- [3] S. Mateo *et al.*, "Nanocellulose from Agricultural Wastes: Products and Applications A Review," *MDPI*, vol. 9, no. 9, 2021, doi: 10.3390/pr9091594.
- [4] R. M. Cherian *et al.*, "A Sustainable One-Step Approach for the Functionalized Cellulose Nanocrystal Production using Recyclable Organic Acids: Exploring Structure-Property Dynamics," *Int J Biol Macromol*, vol. 305, 2025, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2025.141192.
- [5] X. Zhang *et al.*, "Recent Advancements in the Synthesis, Functionalization, and Utilization of Cellulose Nanocrystals," *Resources Chemicals and Materials*, 2024, doi: 10.1016/j.recm.2024.05.003.
- [6] F. S. Arockiasamy *et al.*, "Navigating the Nano-World Future: Harnessing Cellulose Nanocrystals from Green Sources for Sustainable Innovation," *Elsevier Ltd*, vol. 11, 2025, doi: 10.1016/j.heliyon.2024.e41188.
- S. Kaabel *et al.*, "Mechanoenzymatic Hydrolysis of Cotton to Cellulose Nanocrystals," *Green Chemistry*, vol. 27, pp. 190-199, 2024, doi: 10.1039/d4gc05113k.
- [8] C. Rovera *et al.*, "Extraction of High-Quality Grade Cellulose and Cellulose Nanocrystals from Different Lignocellulosic Agri-Food Wastes," *Frontiers in Sustainable Food Systems*, 2023, doi: 10.3389/fsufs.2022.1087867.
- [9] P. P. D. K. Wulan *et al.*, "Sustainable Extraction of Cellulose Nanocrystals from Empty Palm Oil Bunches via Low-Acid Hydrolysis," *Results in Engineering*, vol. 24, 2024, doi: 10.1016/j.rineng.2024.103012.
- [10] M. B. H. Sikder *et al.*, "Enzymatic Cellulose Nanocrystal Production from Pretreated Palm Oil Empty Fruit Bunch Fibers," *Mater Today Proc*, pp. 249-253, 2023, doi: 10.1016/j.matpr.2023.10.115.
- [11] N. Hartati *et al.,* "Isolasi, Karakterisasi, dan Aplikasi Nanokristal Selulosa : Review," SSJ: Sains Sutha Journal, vol. 1, no. 2, pp. 29-38, 2023.
- [12] H. Yang *et al.*, "Eco-friendly Production of Cellulose Nanocrystals from Corn Straw through Combined Enzyme Pretreatment, Mild Homogenization, and Enzymolysis," *Ind Crops Prod*, vol. 224, 2025, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.120397.
- [13] E. Kaffashsaie *et al.,* "Direct Conversion of Raw Wood to TEMPO-oxidized Cellulose Nanofibers," *Carbohydr Polym*, vol. 262, 2021, doi: 10.1016/j.carbpol.2021.117938.
- [14] A. N. Vu et al., "Cellulose Nanocrystals Isolated from Sugarcane Bagasse using the Formic/Peroxyformic Acid Process: Structural, Chemical, and Thermal Properties," Arabian Journal of Chemistry, vol. 17, no. 8, doi: 10.1016/j.arabjc.2024.105841.
- [15] A. A. Shati *et al.*, "Comparison of the Ameliorative Roles of Crab Chitosan Nanoparticles and Mesenchymal Stem Cells Against Cisplatin-Triggered Nephrotoxicity," *Int J Biol Macromol*, vol. 242, 2023, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.124985.
- [16] K. Srithammaraj et al., "A New Design of Colorimetric Films using Bacterial Cellulose Nanocrystals Derived from Nata de Coco For Sensing Volatile Organic Compounds," Int J Biol Macromol, vol. 275, 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.133248.
- [17] A. Najahi et al., "High-Yield Cellulose Nanocrystals from Bleached Eucalyptus Fibers via Maleic Acid Hydrothermal Treatment and High-Pressure Homogenization," Biomacromolecules, 2025, doi: 10.1021/acs.biomac.4c01737.
- [18] H. Li *et al.*, "Microwave-associated ZnCl₂ Pretreatment followed by Enzymatic Hydrolysis for High-Efficiency Production of Nanocellulose from *Eucalyptus* Dissolving Pulp," *Chemical Engineering Journal*, vol. 500, 2024, doi: 10.1016/j.cej.2024.157280.

- [19] W. A. Woldie *et al.*, "Optimization of Cellulose Nanocrystals Extraction from Teff Straw using Acid Hydrolysis followed by Ultrasound Sonication," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, vol. 9, 2025, doi: 10.1016/j.carpta.2025.100707.
- [20] V. A. Barbash and O. V. Yashchenko, "Preparation and Application of Nanocellulose from Non-Wood Plants to Improve the Quality of Paper and Cardboard," *Applied Nanoscience* (*Switzerland*), vol. 10, no. 8, pp. 2705–2716, 2020, doi: 10.1007/s13204-019-01242-8.
- [21] H. Wang *et al.,* "Machine Learning for The Prediction and Optimization of Production of Cellulose Nanocrystals by Sulfuric Acid Hydrolysis," *Ind Crops Prod*, vol. 214, 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.118575.
- [22] H. Xu *et al.,* "Influence of Swelling on the Efficiency of TEMPO Reaction, Nanofibril Production and Characterization," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, vol. 8, 2024, doi: 10.1016/j.carpta.2024.100556.
- [23] X. Hu *et al.*, "TEMPO Oxidized Cellulose Nanocrystal (TOCNC) Scaffolded Nanoscale Zero-Valent Iron (Nzvi) for Enhanced Chromium Removal," *Chemosphere*, vol. 343, 2023, doi: 10.1016/j.chemosphere.2023.140212.
- [24] L. Tang *et al.*, "Preparation and Characterization of Cellulose Nanocrystals with High Stability from Okara by Green Solvent Pretreatment Assisted TEMPO Oxidation," *Carbohydr Polym*, vol. 324, 2024, doi: 10.1016/j.carbpol.2023.121485.
- [25] Y. Yoshikawa *et al.,* "Amidation of Carboxy Groups in TEMPO-oxidized Cellulose for Improving Surface Hydrophobization and Thermal Stability of TEMPO-CNCs," *Carbohydr Polym*, vol. 347, 2025, doi: 10.1016/j.carbpol.2024.122654.
- [26] X. Gui *et al.*, "Preparation of Cellulose Nanocrystals by Ultrasonication-Assisted Phosphotungstic Acid Method: An Effective Method of High Yield and Friendly Environment," *Ind Crops Prod*, vol. 222, 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.119780.
- [27] X. Gui *et al.,* "Preparation of Cellulose Nanocrystals by Ultrasonication-Assisted Phosphotungstic Acid Method: An Effective Method of High Yield and Friendly Environment," *Ind Crops Prod*, vol. 222, 2024, doi: 10.1016/j.indcrop.2024.119780.
- [28] Y. Jiang *et al.*, "Characterization of Bamboo Shoot Cellulose Nanofibers Modified by TEMPO Oxidation and Ball Milling Method and Its Application In W/O Emulsion," LWT, vol. 205, 2024, doi: 10.1016/j.lwt.2024.116563.
- [29] X. Zhang *et al.*, "Recent Advancements in the Synthesis, Functionalization, and Utilization of Cellulose Nanocrystals," *Resources Chemicals and Materials*, 2024, doi: 10.1016/j.recm.2024.05.003.
- [30] Y. Jabalera *et al.*, "Impact of Loosenins on the Enzymatic Preparation of Cellulose Nanocrystals," *Carbohydr Polym*, vol. 357, pp. 123469, 2025, doi: 10.1016/j.carbpol.2025.123469.
- [31] A. Lavoratti *et al.*, "Investigating the Interactions between a Poloxamer and TEMPO-Oxidised Cellulose Nanocrystals," *Carbohydr Polym*, vol. 352, 2025, doi: 10.1016/j.carbpol.2024.123156.
- [32] A. T. Thodikayil *et al.*, "TEMPO-oxidized Nanofibrillated Cellulose as Potential Carrier for Sustained Antibacterial Delivery," *Int J Biol Macromol*, vol. 254, 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.127604.
- [33] L. You *et al.*, "Physicochemical, Morphological, and Rheological Properties of Cellulose Nanofibrils Produced via Ultra-high-pressure Homogenization," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, vol. 9, 2025, doi: 10.1016/j.carpta.2024.100635.

- [34] M. P. Poornima *et al.*, "Synthesis of Nanocellulose from Acalypha Hispida Leaves through Enzymatic Hydrolysis," *Int J Biol Macromol*, vol. 291, 2025, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.138255.
- [35] J. Alarcón-Moyano *et al.*, "Physico-chemical and Structural Characterization of Cellulose Nanocrystals Obtained by Two Drying Methods: Freeze-drying and Spray-drying," *Food Hydrocoll*, vol. 140, 2023, doi: 10.1016/j.foodhyd.2023.108571.
- [36] W. Wang *et al.*, "Multilayer Surface Construction for Enhancing Barrier Properties of Cellulose-Based Packaging," *Carbohydr Polym*, vol. 255, 2021, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.117431.
- [37] Z. Li *et al.*, "Rational Design of pH-Responsive Nano-Delivery System with Improved Biocompatibility and Targeting Ability from Cellulose Nanocrystals via Surface Polymerization for Intracellular Drug Delivery," *Int J Biol Macromol*, vol. 281, 2024, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2024.136435.
- [38] X. Ping et al., "Bio-inspired Fabrication of Thin Films via Surface Amidation of TEMPO-Oxidized Cellulose Nanocrystals for Improved UV-Shielding Properties," Mater Today Commun, vol. 40, 2024, doi: 10.1016/j.mtcomm.2024.110042.
- [39] A. S. Tarigan *et al.,* "Isolasi Nanoselulosa dari Tandan Kosong Sawit menggunakan Hidrolisis Asam sebagai Material Biomedis," *KLOROFIL: Jurnal Ilmu Biologi dan Terapan,* vol. 5, no. 1, pp: 1-3, 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.116892.
- [40] A. A. Sitab *et al.,* "Thermally Crosslinked Electrospun Nanofibrous Mat from Chrome-Tanned Solid Wastes for Cationic Dye Adsorption in Wastewater Treatment," *Clean Eng Technol,* vol. 13, 2023, doi: 10.1016/j.clet.2023.100621.
- [41] R. Zhu *et al.*, "Synergistic Stabilization of Oil-in-water Emulsion Gels by Pea Protein Isolate and Cellulose Nanocrystals: Effects of pH and Application to 3D Printing," *Food Chem*, vol. 468, 2025, doi: 10.1016/j.foodchem.2024.142480.