

**KARAKTERISASI MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS* ALGINAT-  
SELULOSA XANTAT DENGAN VARIASI BERAT POROGEN  $\text{CaCO}_3$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**LILIS AVIVAH**  
**NIM. 11630021**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2018**

**KARAKTERISASI MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS* ALGINAT-  
SELULOSA XANTAT DENGAN VARIASI BERAT POROGEN  $\text{CaCO}_3$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**LILIS AVIVAH**  
**NIM. 11630021**

Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2018**

**KARAKTERISASI MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS* ALGINAT-  
SELULOSA XANTAT DENGAN VARIASI BERAT POROGEN  $\text{CaCO}_3$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**LILIS AVIVAH**  
NIM. 11630021

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:  
Tanggal: 5 Juli 2018

**Pembimbing I**

Eny Yulianti, M.Si  
NIP.19760611 200501 2 006

**Pembimbing II**

Okny Bagas Prasetyo M.Pd.I  
NIDT. 19890113 20180201 1 244

**Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia**



Elok Kamilah/Hayati, M.Si  
NIP. 19790620 200604 2 002

**KARAKTERISASI MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS* ALGINAT-  
SELULOSA XANTAT DENGAN VARIASI BERAT POROGEN  $\text{CaCO}_3$**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**LILIS AVIVAH**  
NIM. 11630021

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 5 Juli 2018

**Penguji Utama** : Akyunul Jannah, S.Si, M.P (.....)  
NIP. 19750410 200501 2 009

**Ketua Penguji** : Rif'atul Mahmudah, M.Si (.....)  
NIDT. 19830125 20160801 2 068

**Sekretaris Penguji** : Eny Yulianti, M.Si (.....)  
NIP. 19760611 200501 2 006

**Anggota Penguji** : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I (.....)  
NIDT. 19890113 20180201 1 244



Mengesahkan,  
**Ketua Jurusan Kimia**

**Elok Kamillah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Lilis Avivah

NIM : 11630021

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Karakterisasi Morfologi Permukaan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Berat Porogen  $\text{CaCO}_3$

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 04 Juli 2018

Yang membuat pernyataan,



Lilis Avivah  
NIM.11630021

## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Syukur *Alhamdulillah* penulis haturkan kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Karakterisasi Morfologi Permukaan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dengan Variasi Berat Porogen  $\text{CaCO}_3$ ”**. Shalawat dan salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan personal dalam membangun *role model* peradaban dan budaya pemikiran.

Selanjutnya penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu *terselesaikannya* skripsi ini. Ucapan terima kasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Bapak (Parjono) dan Ibu (Siti Mar'ah) yang dengan penuh kasih sayang dan keikhlasan telah memberikan nasihat, doa, dan dukungan moril maupun materil dalam menuntut ilmu serta senantiasa mendoakan penulis
2. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag., selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Dr. Sri Harini, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Elok Kamilah Hayati, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Eny Yulianti, M.Si. dan Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I, selaku dosen pembimbing 1 dan pembimbing 2 yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan.

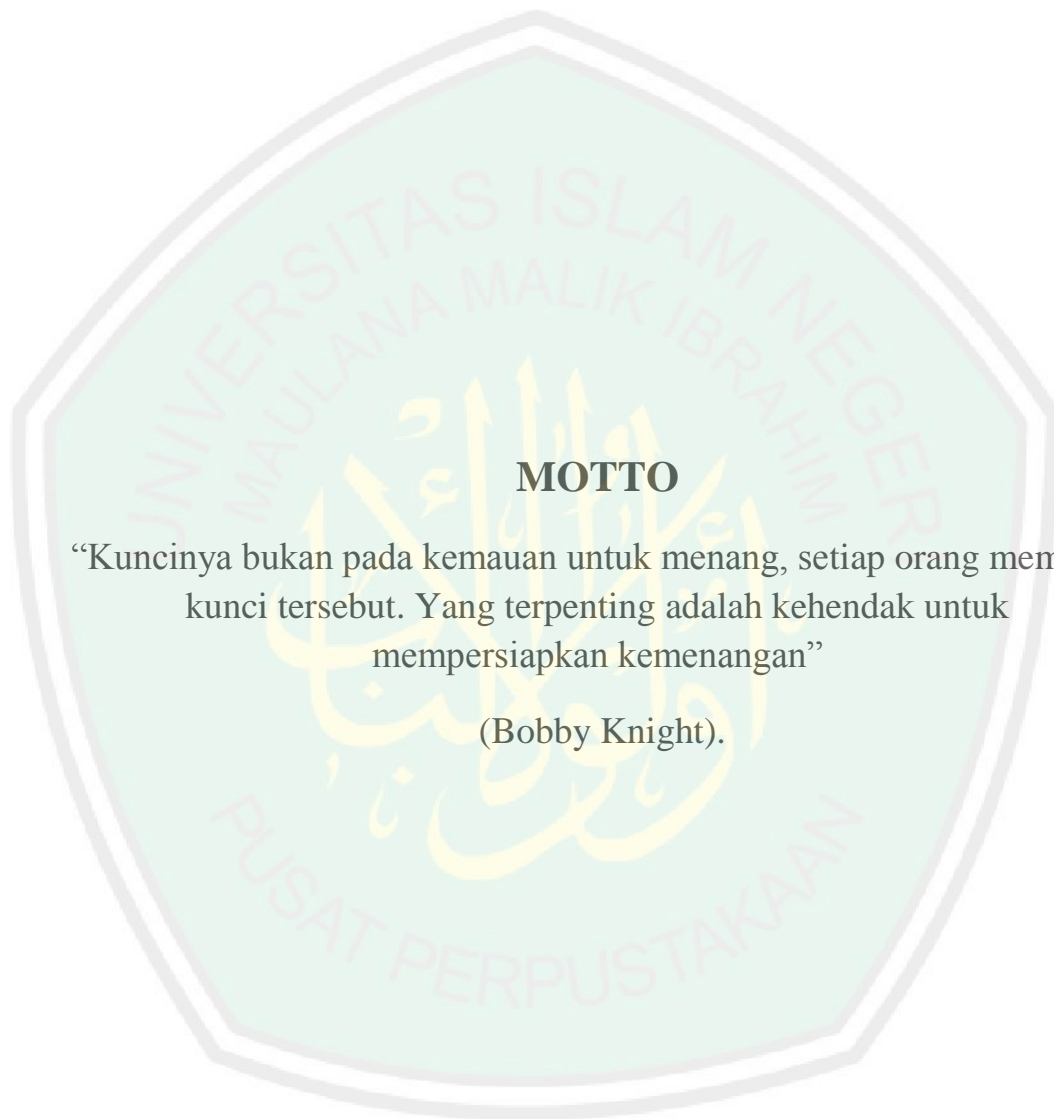
6. Akyunul Janah, M.Si. dan Rif'atul Mahmudah, M.Si., selaku penguji utama dan konsultan yang telah memberikan pengarahan.
7. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia, terutama seluruh dosen, terima kasih atas segenap ilmu dan bimbingannya.
8. ,Suami dan adik tercinta yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu.
9. Tim Seangkatan yaitu hakim, janah, sulaiman, dan rita terima kasih telah memberikan motivasi, pengetahuan, canda tawa, dan segala bentuk bantuan kepada penulis dalam penelitian ini.
10. Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa materil maupun moril.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih terdapat kekurangan dan penulis berharap semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat kepada para pembaca, khususnya bagi penulis. *Amin Ya Rabbal Alamin.*

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, 08 Mei 2018

Penulis



### **MOTTO**

“Kuncinya bukan pada kemauan untuk menang, setiap orang memiliki kunci tersebut. Yang terpenting adalah kehendak untuk mempersiapkan kemenangan”

(Bobby Knight).



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	ii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vii
<b>MOTTO</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	x
<b>ABSTRAK</b> .....	xi
<b>ABSTRACT</b> .....	xii
<i>المستخلص</i> .....	
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah .....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	6
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Batang Jagung .....	7
2.2 Ekstraksi dan Hidrolisis Selulosa dari batang jagung .....	9
2.3 Sodium Alginat Sebagai Beads Alginat-Selulosa .....	12
2.4 Potensi Kalsium Karbonat (CaCO <sub>3</sub> ) Sebagai Porogen .....	13
2.5 Metode Pembuatan Beads Alginat-Selulosa .....	14
2.6 Karakterisasi Permukaan Menggunakan Scanning Electron Microscope- Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM-EDX) .....	17
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1 Pelaksanaan Penelitian .....	20
3.2 Alat dan Bahan .....	20
3.2.1 Alat .....	20
3.2.2 Bahan .....	20
3.3 Rancangan Penelitian .....	20
3.4 Tahapan Penelitian .....	21
3.5 Cara Kerja .....	21
3.5.1 Preparasi Sampel .....	21
3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung .....	21
3.5.3 Pembuatan Selulosa Xantat dengan penambahan CS <sub>2</sub> dan NaOH 6% ...	22
3.5.4 Pembuatan Beads Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Porogen CaCO <sub>3</sub> .....	22
3.5.5 Karakterisasi .....	22
3.5.5.1 Analisis Morfologi Permukaan .....	22
3.5.5.2 Analisis data .....	23

<b>BAB IV PEMBAHASAN</b>	
4.1 Preparasi Sampel Dan Ekstraksi Selulosa Dari Batang Jagung .....	24
4.2 Pembuatan Beads Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Porogen CaCO <sub>3</sub> .....	27
4.3 Karakterisasi Morfologi Dengan Menggunakan SEM – EDX .....	30
4.4 Perspektif Islam dan Sains .....	35
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	39
5.2 Saran .....	39
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	40
<b>LAMPIRAN</b> .....	42



## ABSTRAK

Avivah, L. 2018. **Karakterisasi Morfologi Permukaan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dengan Variasi Berat Porogen  $\text{CaCO}_3$ .**

Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

---

**Kata Kunci:** porogen  $\text{CaCO}_3$ , limbah batang jagung, *Cellulose beads*, SEM-EDX

Penelitian karakterisasi morfologi permukaan *beads* alginat-selulosa xantat dengan variasi berat porogen  $\text{CaCO}_3$  telah dilakukan. Pemanfaatan limbah batang jagung sebagai bahan pembuatan material pembawa dalam obat-obatan berupa *Cellulose beads* yang sudah mulai dikembangkan mampu meningkatkan nilai mutu dari limbah padat pertanian. Tahapan penelitian mencakup beberapa metode antara lain: ekstraksi selulosa, pembuatan selulosa xantat, pembuatan *beads* alginat-selulosa xantat dengan variasi berat porogen  $\text{CaCO}_3$  0, 2, 4, 6 gram, selanjutnya dilakukan karakterisasi yaitu meliputi analisis morfologi permukaan menggunakan SEM-EDX dan analisis data.

Hasil *bleaching* ekstrak selulosa yang berwarna putih harus ditambahkan  $\text{CS}_2$  agar membentuk suspensi selulosa xantat, dan selanjutnya pencetakan *beads* berbentuk butiran bulat kaku dapat dilakukan dengan penambahan Na-alginat dan porogen  $\text{CaCO}_3$  hingga diperoleh sampel berupa *beads* alginat-selulosa xantat. Analisis morfologi permukaan *beads* menggunakan SEM-EDX dihasilkan pada variasi  $\text{CaCO}_3$  2 gram terlihat berbentuk bulatan dan terdapat rongga-rongga yang partikelnya seragam serta diketahui berat (%) masing-masing atom yaitu Zn 48.08 %, O 44.20 %, C 6.03 %, dan Ca 1.70 %, pada variasi  $\text{CaCO}_3$  4 gram tidak terbentuk bulatan, beraglomerasi, terlihat seperti gumpalan kapas dengan berat (%) masing-masing atom yaitu O 48.17 %, Zn 22.53 %, Ca 16.68 %, C 12.62 %, dan begitu juga pada variasi  $\text{CaCO}_3$  6 gram dengan berat (%) masing-masing atom yaitu O 62.21 %, C 25.83 %, Zn 25.83 %, dan Ca 4.72 %. Hasil gambar EDX dapat diketahui bahwa unsur yang terkandung dalam *beads* antara lain Zn, Ca, O, dan C.

## ABSTRACT

Avivah, L. 2018. **Characterization of Surface Morphology of Alginate-Cellulose Xantat Beads with Porogen Weight Variation  $\text{CaCO}_3$ .**

Supervisor I: Eny Yulianti, M.Si; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

---

**Keywords:** porogen  $\text{CaCO}_3$ , Corn stalk waste, *Cellulose beads*, SEM-EDX

Research on surface morphology characterization of alginated-cellulose xantat beads with variation of  $\text{CaCO}_3$  porogen weight has been performed. Utilization of corn stalk waste as material of carrier material in medicine in the form of Cellulose beads that have been developed can increase the quality value of agricultural solid waste. Research stages include several methods such as: cellulose extraction, cellulose xantat manufacturing, alginated-cellulose xantat beads with variation of  $\text{CaCO}_3$  0, 2, 4, 6, 6 gram porogenic weight, then characterization is done, including surface morphology analysis using SEM-EDX and data analysis .

The result of bleaching of white cellulose extract should be added  $\text{CS}_2$  to form cellulose xantat suspension, and then printing of rigid round spherical beads can be done by addition of Na-alginate and porogen  $\text{CaCO}_3$  to obtain samples of alantate-cellulose xantat beads. Analysis of surface morphology of beads using SEM-EDX resulted in variation of  $\text{CaCO}_3$  2 gram visible in the form of sphere and there are cavities of uniform particles and known weight (%) each atom that is Zn 48.08%, O 44.20%, C 6.03%, and Ca 1.70%, on the variation of  $\text{CaCO}_3$  4 gram unbounded, agglomerated, looks like cotton wool with weight (%) of each atom that is O 48.17%, Zn 22.53%, Ca 16.68%, C 12.62%, and so on the variation of  $\text{CaCO}_3$  6 grams with weight (%) of each atom is O 62.21%, C 25.83%, Zn 25.83%, and Ca 4.72%. EDX image results can be seen that the elements contained in beads include Zn, Ca, O, and C.

## المُلخَصُ

عفيفة، ليليس. ٢٠١٨. وصفا من التصريف السطح في الخرز الجينات السليلوز زانتات باختلافات الوزن من عامل المسام كربونات الكالسيوم. البَحْثُ. قسم علم الكيمياء كلية العلوم و التكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية بالانج. المَشْرِفَةُ الأُولَى: أُنِي يُولِيَانَتِي المَاجِسْتِيرَةُ. المَشْرِفَةُ الثَّانِيَّة: أُوكِي بَقَاسُ فَرَايسْتِيُو المَاجِسْتِيرُ. المستشرة: رفعة المحمودة الماجستير.

**الكَلِمَاتُ المِفْتَحِيَّاتُ:** عامل المسام كربونات الكالسيوم، ساق الذرة النفايات، الخرز السليلوز، المسح المجهرى الكتروني مع طيف الأشعة السينية (SEM-EDX)

قد فُعلَ البحث عن الوصف من التصريف السطح في الخرز الجينات السليلوز زانتات باختلافات الوزن من عامل المسام كربونات الكالسيوم. إنتفاع النفاية من ساق الذرة لتصنيع المواد أي مادة حاملة في الأدوية هو الخرز السليلوز الذي تم تطويره يمكن تحسين قيمة الجودة عن النفايات الصلبة الزراعية. مراحل البحث تنطوي على بعض الطرق بينهم إستخراج السليلوز، صناعة السليلوز زانتات، صناعة الخرز الجينات السليلوز زانتات باختلافات الوزن من عامل المسام كربونات الكالسيوم دقيق هن 0، 2، 4، 6 غرام، ثم مرحلة التالية فُعل وصفا يحتوي على تحليل التصريف السطح باستعمال المسح المجهرى الكتروني مع طيف الأشعة السينية (SEM-EDX) وتحليل الحقائق.

النتيجة من التبييض إستخراج السليلوز هي بيضاء يجب أن تضاف كبريت الكربون ( $CS_2$ ) لتشكيل تعليق الرواسب من السليلوز زانتات، وبعد ذلك تكوين الخرز بشكل مستدير تصلب من الحبة الخرز يمكن فعلا بزيادة الجينات الصوديوم و عامل المسام كربونات الكالسيوم حتى تحصل الخرز الجينات السليلوز زانتات. تحليل التصريف السطح من الخرز باستعمال المسح المجهرى الكتروني مع طيف الأشعة السينية (SEM-EDX) يتحصل السطح بشكل المستدير فيه جوف منتظم بنوع واحد عند عامل المسام كربونات الكالسيوم 2 غرام و عُلم الوزن كل ذرة في المائة يعني 48,08 % زنك ؛ 44,20 % أكسجين ؛ 6,03 % كربون ؛ و 1,70 % كلسيوم، بعدها عند عامل المسام كربونات الكالسيوم 4 غرام لم تشكيل المستدير بل الكتلة مثل متشابه بكتلة القطن بوزن كل ذرة في المائة يعني 48,17 % أكسجين ؛ 22,53 % زنك ؛ 16,68 % كلسيوم ؛ و 12,62 % كربون، فأیضا عند عامل المسام كربونات الكالسيوم 6 غرام و الوزن كل ذرة في المائة يعني 62,21 % أكسجين ؛ 25,83 % كربون ؛ 25,83 % زنك ؛ و 4,72 % كلسيوم. رسم من الطيف الأشعة السينية (EDX) قد عُلم أنّ الخرز يحتوي على عناصر هُنّ زنك، كلسيوم، أكسجين، كربون، فعدد كلسيوم في الخرز أقلّ من عدد زنك و أكسجين.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Indonesia sebagai Negara dengan keanekaragaman hayati yang luas memiliki kekayaan alam yang sangat melimpah yang dapat diolah lebih lanjut untuk meningkatkan kesejahteraan rakyat. Keanekaragaman hayati tersebut Allah SWT ciptakan untuk dimanfaatkan oleh manusia. Hal ini menjadi bukti bahwa rahmat, limpahan serta kasih sayang Allah SWT berikan kepada manusia. Sebagaimana di jelaskan dalam Al-Qur'an surat Thahaa ayat 53 sebagai berikut:

الَّذِي جَعَلَ لَكُمُ الْأَرْضَ مَهْدًا وَسَلَكَ لَكُمْ فِيهَا سُبُلًا وَأَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ  
أَنْوَاجًا مِنْ نَبَاتٍ شَتَّى ﴿٥٣﴾

*Artinya : Yang Telah menjadikan bagimu bumi sebagai hamparan dan Yang Telah menjadikan bagimu di bumi itu jalan-jalan, dan menurunkan dari langit air hujan. Maka Kami tumbuhkan dengan air hujan itu berjenis-jenis dari tumbuh-tumbuhan yang bermacam-macam (Qs. Thahaa/20:53)*

Menurut Quraish Shihab surat At Thaha ayat 53 ini menjelaskan tentang Dialah Allah yang menganugerahkan nikmat kehidupan dan pemeliharaan kepada hamba-hamba Nya. Dengan kekuasaan-Nya, Dia telah menjadikan bumi sebagai hamparan untukmu, membuka jalan-jalan untuk kamu lalui dan menurunkan hujan di atas bumi sehingga terciptalah sungai-sungai. Dengan air itu Allah menumbuhkan tumbuh-tumbuhan yang berbeda-beda warna, rasa dan manfaatnya. Ada yang berwarna putih dan hitam, ada pula yang rasanya manis dan pahit. Salah satu tumbuhan yang dapat dimanfaatkan oleh manusia adalah jagung. Jagung merupakan salah satu tanaman yang bermanfaat bagi kelangsungan hidup manusia. Berdasarkan data BPS (2015), bahwa pada tahun 2005-2015 Indonesia

telah berhasil memproduksi tanaman jagung dengan luas panen sebesar 3,997 juta ha, dengan prosentase 49,85% berada di wilayah Jawa. Tingginya hasil produksi, sehingga dapat menghasilkan limbah yang tinggi juga. Salah satu bagian dari limbah jagung yang dapat dimanfaatkan adalah pada batang.

Potensi batang jagung, umumnya dimanfaatkan sebagai bahan pakan ternak, bahan pembuatan *pulp* dan kertas, sedangkan pemanfaatan di bidang industri kimia, seperti adsorben, pengemban obat masih sangat sedikit dilakukan. Menurut Sarkar (2012), batang jagung memiliki kandungan selulosa sebesar 42,6 %, 8,2 % lignin, 21,3 % hemiselulosa, dan 9-11 % kadar air. Oleh karena itu, selulosa dapat menjadi alternatif dalam pemanfaatan batang jagung, sehingga lebih bernilai ekonomis sekaligus menjadi upaya penanggulangan limbah padat pertanian. Hal ini telah disebutkan dalam Al Quran Surat Ali Imran ayat 191.

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan Ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka”.

Menurut Ad-Dimasyqi (2000), pada kalimat (*ma khalaqta hazabathilan Subhanaka*) dari ayat Q.S. Ali Imran ayat 191 mempunyai arti bahwa Maha Suci Engkau. Pada kesucian-Nya tidak sekali-kali Allah menciptakan dengan sia-sia tetapi secara baik dan benar agar manusia dapat memikirkan segala sesuatu yang telah Allah ciptakan untuk mempelajarinya. Pada penelitian ini mempelajari tentang pengolahan limbah pertanian menjadi selulosa *beads*.

Selulosa merupakan komponen struktural utama dinding sel dari tanaman hijau. Untuk mendapatkan serat selulosa dari tumbuhan harus dilakukan beberapa perlakuan untuk mengekstraksi selulosa keluar dari dinding sel tersebut dan disusun menjadi serat. Potensi ketersediaan serat selulosa yang besar dari tumbuhan ini dapat dikembangkan lebih lanjut lagi untuk menghasilkan produk yang lebih bermanfaat dan bernilai tinggi.

Selulosa dibuat dalam berbagai turunannya, diantaranya turunan ester dan eter. Ester selulosa umumnya digunakan sebagai fiber dan plastik, diantaranya selulosa nitrat, selulosa asetat, dan selulosa xantat. Menurut Gericke, dkk. (2013), rute pembuatan selulosa xantat lebih cepat karena reaksi tidak mengalami isolasi dan tidak mudah terbakar. Sehingga, dalam penelitian ini prekursor untuk *beads* menggunakan selulosa xantat.

Menurut Gericke, *et al* (2013), pembentukan selulosa xantat lebih mudah, karena prosesnya secara langsung tanpa harus diisolasi dari campuran terlebih dahulu. Selain itu, selulosa xantat memiliki kristalinitas dan stabilitas termal yang tinggi. Semakin tinggi stabilitas termal yang dimiliki maka semakin kristalin, dengan kristalinitas yang tinggi dapat meningkatkan daya ikat pada *beads* alginat-selulosa sehingga semakin mudah dibentuk (Puspitasari, 20017).

Menurut Swatloski, *et al* (2002), selulosa xantat diproduksi dengan mereaksikan selulosa alami dan natrium karbon disulfida ( $CS_2$ ) menggunakan pelarut NaOH. Penelitian ini menggunakan konsentrasi pelarut NaOH 6%, karena berdasarkan percobaan yang telah dilakukan oleh Wang, *et al* (2013), digunakan konsentrasi pelarut NaOH 6% dengan nilai viskositas yang didapatkan sebesar 2,3-2,5 Pa.s. Sama halnya berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh



Puspitasari (2017), konsentrasi pelarut NaOH yang terbaik adalah 6% dengan nilai viskositas 0,024 Pa.s.

*Beads* merupakan partikel bulat dengan diameter dalam skala mikro sampai milimeter. *Beads* dapat diaplikasikan dalam kromatografi pertukaran ion logam dalam pengolahan air dan material pembawa dalam obat-obatan (Gericke., *et al*, 2013). *Cellulose beads* yang dibuat dari selulosa terlarut adalah butiran yang sangat berpori dengan spesifik area yang sangat tinggi, dengan diameter dari beberapa mikrometer hingga millimeter (Luoometer and Zhang 2010 dalam Jani Trygg, 2014). Cara pembentukan *cellulose beads* dapat dilakukan dengan teknik *dropping* dan dispersi. Di antara kedua tehnik tersebut, *dropping* dinilai yang paling sederhana, familiar dan diameter *beads* yang terbentuk lebih besar yaitu 500  $\mu\text{m}$ -3 mm, sedangkan dispersi sebesar 30–250  $\mu\text{m}$ . *Dropping* dalam skala laboratorium dapat menggunakan *syringe needle* (Gericke, dkk., 2013).

Alginat merupakan salah satu polimer yang dapat digabungkan dengan selulosa menjadi komposit.yang dibutuhkan dalam pembuatan *cellulose beads* Pemilihan alginat didasarkan pada efisiensi dalam penggunaan, mudah digunakan, dapat dimodifikasi, dan tidak bersifat toksik. Kelemahan alginat dalam enkapsulasi adalah sifatnya yang hidrofilik sehingga dibutuhkan modifikasi agar dapat meningkatkan efektifitasnya (Laksono dan Cahyaningrum, 2015).

Senyawa yang dapat dimodifikasikan dengan alginat antara lain, karbon aktif (Kim, dkk., 2009), kitosan (Laksono dan Cahyaningrum, 2015), dan selulosa (Sonmez, 2012). Menurut Sonmez dkk (2012), dalam penelitiannya menyatakan bahwa komposisi selulosa pada komposit *beads* alginat-selulosa meningkatkan

daya adsorpsi yaitu dari 68% menjadi 80%. Sedangkan *beads* alginat hanya mengadsorpsi sebesar 19%.

Persentase adsorpsi dapat lebih ditingkatkan dengan penambahan agen pembentuk pori. Agen pembentuk pori (porogen) berfungsi membentuk pori *beads*. Porogen yang dapat digunakan antara lain, kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ), natrium bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ), natrium klorida ( $\text{NaCl}$ ), atau senyawa garam lainnya. Menurut Choi, dkk. (2002), bahwa penambahan  $\text{CaCO}_3$  ke dalam larutan alginat menghasilkan *beads* lebih halus, kekuatan mekanik lebih tinggi yaitu 6 N dan rilis terhadap kadar riboflavin (model obat) sebesar 90%, sedangkan kekuatan mekanik *beads* dengan porogen  $\text{NaHCO}_3$  sebesar 2 N dan rilisnya sebesar 95%.

Meningkatnya konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  dapat menyebabkan permukaan *beads* lebih berpori dan halus. Suvachittanont and Pookingdao (2013) menjelaskan bahwa permukaan *beads* dapat semakin berpori dengan meningkatnya  $\text{CaCO}_3$ . Ketika konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  lebih sedikit, permukaan *beads* yang dihasilkan lebih kasar namun jika kandungan  $\text{CaCO}_3$  semakin meningkat permukaan *beads* semakin halus dan pori semakin banyak

Penaut silang yang digunakan mempengaruhi tingkat adsorpsi komposit *beads*. Penggunaan zink asetat ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$ ) dalam pembentukan komposit *beads* alginat-selulosa dapat mengadsorpsi 80% logam berat, sedangkan kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) hanya mengadsorpsi sebesar 14% (Sonmez, dkk. 2012).

Berdasarkan uraian tersebut, perlu dikembangkan penelitian sintesis *beads* alginat-selulosa dengan variasi porogen  $\text{CaCO}_3$  2, 4 dan 6 gram untuk mendapatkan *beads* selulosa terbaik. Selanjutnya karakterisasi morfologi permukaan menggunakan SEM-EDX

## 1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana pengaruh variasi berat porogen terhadap morfologi dan prosentase Zn yang tersisa dari *beads* selulosa ?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Untuk mengetahui pengaruh variasi berat porogen terhadap morfologi dan prosentase Zn yang terserap dari *beads* selulosa

## 1.4 Batasan Masalah

Limbah batang jagung yang digunakan berasal dari Kota Malang

## 1.5 Manfaat Penelitian

Meningkatkan nilai ekonomi limbah pertanian batang jagung menjadi cellulose beads

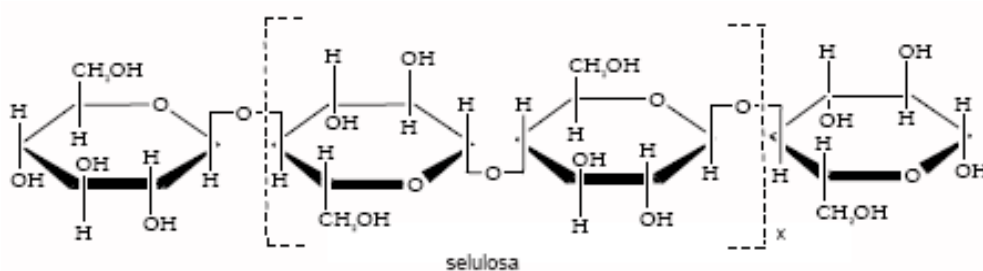
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Batang Jagung

Polimer alami atau biopolimer diperoleh dari sumber daya alam yang dapat diperbarui, diuraikan, dan tidak menghasilkan racun. Salah satu sumber biopolimer adalah batang jagung. Limbah batang jagung setelah panen mengandung 38% selulosa, 32% hemiselulosa, 19% lignin, 4% *extractible* dan 7% abu sebelum dilakukan delignifikasi. Namun setelah dilakukan delignifikasi kandungan batang jagung yang didapatkan adalah 69% selulosa, 31% hemiselulosa dan 0% lignin (Boufi dan Chaker, 2016). Berdasarkan tingginya kadar selulosa pada limbah batang jagung, maka berpotensi digunakan sebagai bahan pembuatan *beads* alginat-selulosa.

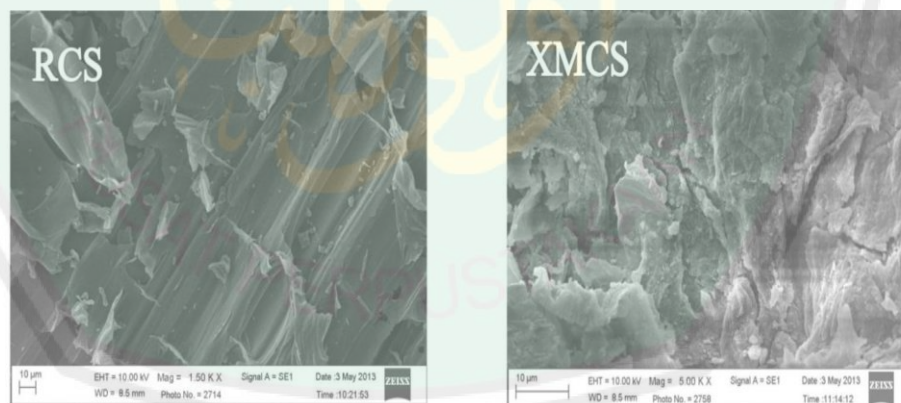
Selulosa mengandung sekitar 50-90% bagian berkristal dan sisanya amorf (Azis et al, 2002). Derajat kristalinitas selulosa dipengaruhi oleh packing density dimana semakin tinggi packing density nya maka selulosa akan berbentuk Kristal, sedangkan semakin rendah packing density nya maka selulosa berbentuk amorf. Derajat kristalinitas selulosa juga dipengaruhi oleh sumber dan perlakuan yang diberikan (Yulianti, 2016)



Gambar 2.1 Struktur selulosa (Wibisono, 2011)

Kereaktifan gugus hidroksil ( $-OH$ ) pada selulosa batang jagung dapat mempengaruhi kapasitas adsorpsi yang dimilikinya (Zheng., *et al*, 2010). Menurut Lou, *et al* (2013), kapasitas adsorpsi selulosa batang jagung mentah umumnya lebih rendah dibandingkan dengan selulosa yang sudah dimodifikasi menjadi turunan-turunannya. Modifikasi selulosa dilakukan dengan perusakan gugus  $-OH$  pada C-6, C-3, dan C-2. Turunan selulosa yang dijadikan prekursor pada penelitian ini adalah selulosa xantat.

Berdasarkan penelitian Zheng dan Peipei (2015), ada perbedaan dari hasil karakterisasi SEM selulosa batang jagung murni (RCS) dengan selulosa yang sudah dimodifikasi menjadi selulosa xantat (XMCS). RCS memiliki permukaan kasar dan homogen, sedangkan permukaan XMCS tidak rata dan terdapat gundukan kecil yang disebabkan oleh adanya endapan xantat.



## 2.2 Hasil karakterisasi SEM dari RCS dan XMCS (Zheng dan Peipei, 2015)

Secara kimia, selulosa memiliki kelarutan dalam air yang tinggi. Besarnya tingkat kelarutan selulosa dalam air disebabkan karena banyaknya kandungan gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air. Akan tetapi,

pada kenyataannya selulosa tidak larut dalam air dan juga dalam pelarut organik lainnya. Hal ini disebabkan karena tingginya gaya antar rantai akibat ikatan hidrogen pada gugus hidroksil yang berdekatan, sehingga dapat menyebabkan kristalinitas yang tinggi. Menurut Ganstrom (2009), turunan selulosa dapat berupa selulosa asetat, selulosa xantat, ataupun CMC (*carboximethyl cellulose*).

## 2.2 Ekstraksi dan Hidrolisis Selulosa dari Batang Jagung

Ekstraksi selulosa merupakan pemisahan molekul selulosa dari senyawa lainnya, seperti lignin, hemiselulosa, dan senyawa lainnya. Lignin merupakan senyawa kompleks yang berperan dalam mengikat antar sel dalam dinding sel. Sementara lignin yang berada di dalam dinding sel sangat erat hubungannya dengan selulosa (Perez, *dkk*, 2002). Lignin merupakan senyawa polimer yang tersusun dari unit fenil propana melalui ikatan eter (C-O-C) dan ikatan karbon (C-C). Struktur lignin mengalami degradasi saat berada dalam kondisi asam dan suhu tinggi. Pada suhu tinggi, lignin akan terlepas dari selulosa (Taherzadeh, 2007). Kondisi asam dapat menyebabkan lignin terkondensasi, yaitu lignin yang telah lepas dari selulosa terkondensasi sehingga akan mengendap.

Menurut Putra (2012), hemiselulosa lebih larut dalam alkali encer daripada air. Hemiselulosa merupakan senyawa yang berfungsi dalam mempercepat pembentukan, sehingga hilangnya hemiselulosa dapat mengakibatkan terbentuknya lubang antar fibril dan semakin berkurangnya ikatan antar serat. Suatu proses penghilangan lignin maupun senyawa non-selulosa pada material berlignoselulosa disebut delignifikasi.

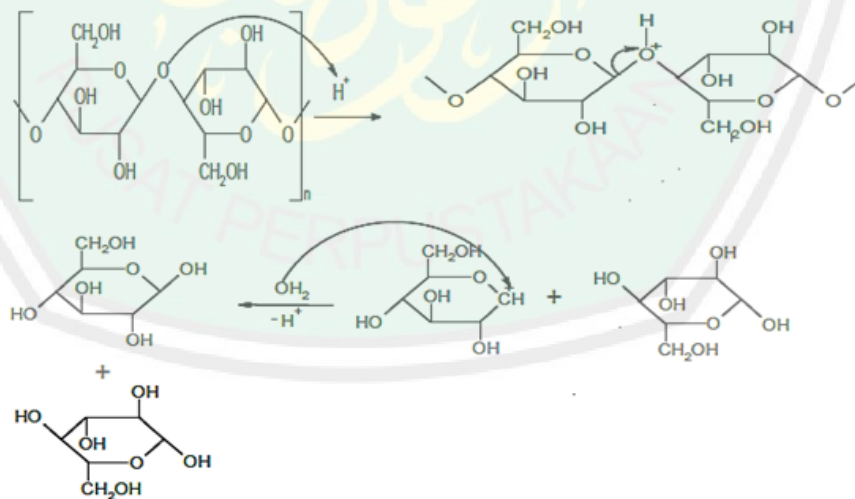
Proses pemisahan selulosa dari senyawa lainnya dapat menggunakan pelarut seperti,  $\text{NH}_4\text{OH}$ ,  $\text{KOH}$ , dan  $\text{NaOH}$  (Rika, 2012). Menurut Sun, *dkk.* (2004), digunakannya pelarut alkali  $\text{NaOH}$  dapat melarutkan lignin sekaligus hemiselulosa. Larutan alkali  $\text{NaOH}$  pada polimer tersebut akan mendegradasi lignin akibat transfer ion hidrogen dari gugus hidroksil pada lignin ke ion hidroksil  $\text{NaOH}$ . Berikut reaksi degradasi lignin dengan pelarut  $\text{NaOH}$  :

Menurut Buranov (2008), pemutusan ikatan lignin terjadi akibat terikatnya lignin pada karbohidrat melalui asam fenolik dengan ikatan eter dan asam fenolik terikat pada karbohidrat dengan ikatan ester, yang disebut dengan lignin/fenolik-karbohidrat. Ikatan ester pada kompleks lignoselulosa bersifat lemah akibat basa  $\text{NaOH}$ , dimana ion  $\text{OH}^-$  akan memutuskan ikatan ester, sedangkan ion  $\text{Na}^+$  berikatan dengan gugus fenolik yang terputus, membentuk garam sehingga mudah larut dalam air dan lignin ikut larut.

Menurut Puspitasari (2017), pada delignifikasi masih dihasilkan ekstrak yang berwarna kecoklatan sehingga perlu dilakukan proses pemutihan (*bleaching*). Zat pemutih berfungsi untuk menghilangkan dan mendegradasi lignin (warna). Berdasarkan Putra (2012), zat pemutih yang dapat digunakan antara lain sodium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ), kaporit ( $\text{CaOCl}_2$ ), natrium peroksida ( $\text{Na}_2\text{O}_2$ ), dan  $\text{HCl}$ .

Menurut Putra (2012), zat pemutih  $\text{NaClO}_2$  pada ekstraksi enceng gondok memiliki kemampuan *bleaching* yang lebih efektif dibandingkan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dan  $\text{HCl}$ , yaitu dapat melarutkan kadar hemiselulosa sebesar 0,113 %. Pada  $\text{H}_2\text{O}_2$  dapat melarutkan hemiselulosa sebesar 0,062 % dan pada  $\text{HCl}$  0,087 %. Kelarutan hemiselulosa, klorinat, dan lignin akan meningkatkan tingkat *brightness* pada sampel yang dihasilkan, sehingga digunakan agen *bleaching*  $\text{NaClO}_2$ .

Hidrolisis selulosa merupakan proses peruraian senyawa glukosa oleh senyawa air. Proses hidrolisis selulosa, salah satunya dapat dilakukan dengan pengasaman menggunakan larutan encer hingga menghasilkan produk berupa mikrokristalin. Larutan asam yang digunakan dalam hidrolisis adalah asam klorida (HCl), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), asam nitrat (HNO<sub>3</sub>), dan asam perklorat (HClO<sub>4</sub>). Pada penelitian ini, digunakan larutan encer HCl. Menurut Halim (1995), bahwa larutan encer HCl memiliki kereaktifan yang lebih baik dari asam-asam lainnya, seperti H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan HNO<sub>3</sub>. Penelitian Suvachittanont dan Pookingdao (2013), dihasilkan peningkatan kristalinitas dari 71,13% menjadi 86,31%, yang diselingi dengan penurunan ukuran kristal dari 0,22 menjadi 0,15 pada hidrolisis serat selulosa dengan menggunakan larutan HCl 1 mmol/L dengan perbandingan 1:2. Mekanisme hidrolisis selulosa dalam suasana asam dapat ditunjukkan pada gambar 2.4.



Gambar 2.4 Mekanisme reaksi hidrolisis asam pada selulosa (Fengel dan Weigener, 1995)

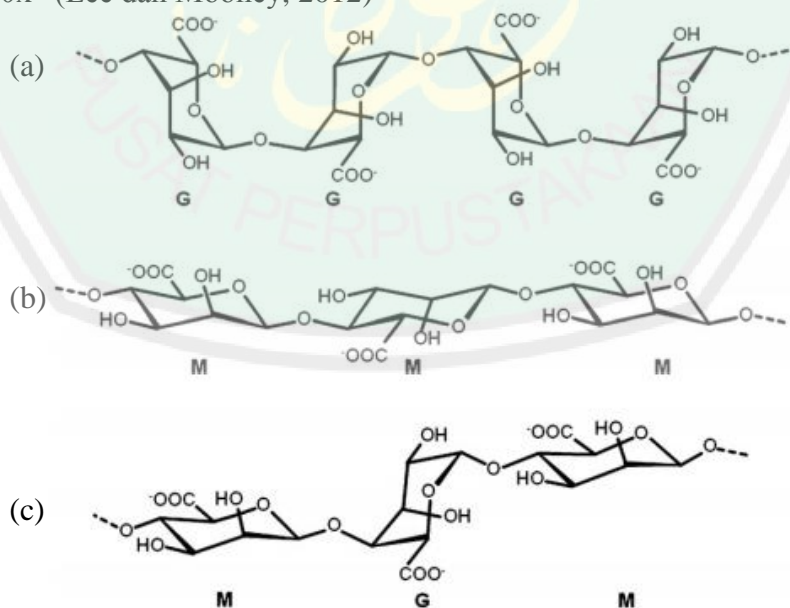


### 2.3 Sodium Alginat Sebagai *Beads* Alginat-Selulosa

Menurut Rowe, *et al* (2006), sodium alginat banyak digunakan dalam dunia formulasi farmasi. Sodium alginat digunakan sebagai pengikat dan disintegrasi dalam formulasi tablet karena dapat meningkatkan viskositas larutan. Sodium alginat merupakan polimer linier yang mengandung blok (1,4)  $\beta$ -link-residu d-mannuronat yang disebut blok M dan  $\alpha$ -1-guluronat yang disebut blok G (Lee dan Mooneya, 2012). Struktur kimia blok G dan blok M dari sodium alginat pada gambar 2.5.

Kandungan asam guluronat yang tinggi cenderung mempunyai struktur kaku dan porositas yang besar. Residu asam guluronat mempunyai ikatan karbon 1,4-di-axial, sehingga struktur pita dari polimer melengkung. Struktur ini stabil dengan adanya ikatan hidrogen antara gugus OH pada C<sub>2</sub> dari residu yang satu dengan gugus -COO- dari residu tetangganya.

Struktur ini dimanfaatkan pada proses *crosslink beads* membentuk model “egg-box” (Lee dan Mooney, 2012)



Gambar 2.5 Struktur kimia sodium alginat (a) residu asam guluronat (blok G); (b) residu asam mannuromat (blok M); (c) residu asam guluronat dan mannuronat (blok GM) (Lee dan Mooney, 2012).

Menurut Sonmez, *et al* (2016), keunggulan menggunakan sodium alginat adalah merupakan polimer yang dapat diuraikan, bersifat hidrofilik, kelimpahan dan keberadaan tempat pengikatan karena gungsi gugus karboksilatnya. Sodium alginat mampu membentuk gel dengan cara induksi gugus karboksil dengan adanya polivalen kation, khususnya dengan ion kalsium seperti  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ ,  $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{CaO}_{12}$  melalui interaksi ionik. Ion yang umum digunakan untuk ikatan silang kimia alginat adalah  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$  (Kuo dan Ma, 2007). Menurut Kim, *et al* (2009), sifat mekanik alginat ditingkatkan dengan cara mengkombinasikan bahan lainnya seperti karbon aktif, selulosa, dll.

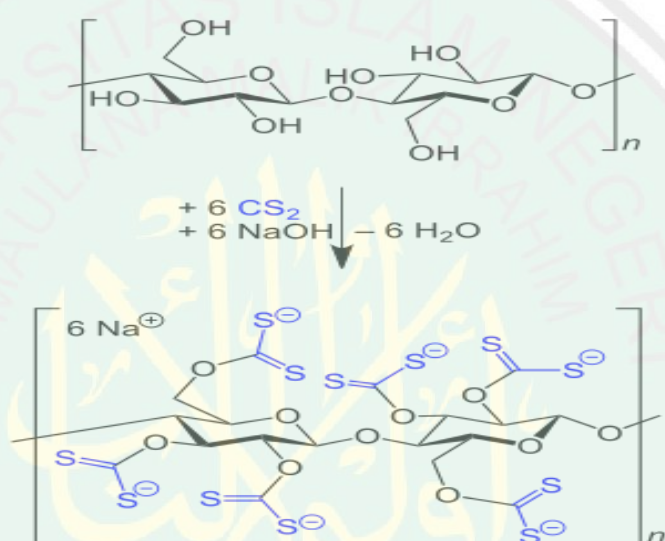
#### 2.4 Potensi Kalsium Karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) Sebagai Porogen

Kemampuan adsorpsi *beads* alginat-selulosa dapat ditingkatkan dengan penambahan porogen  $\text{CaCO}_3$ . Menurut Suvachittanont dan Pookingdao (2013), semakin meningkat konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  yang ditambahkan, maka pori-pori *beads* yang dihasilkan semakin besar dan permukaannya semakin halus. Sedangkan ketika semakin kecil konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  yang ditambahkan, maka permukaan *beads* lebih kasar. Menurut Choi, *et al* (2002), penambahan porogen  $\text{CaCO}_3$  pada proses pembuatan *beads*, menghasilkan produk yang lebih halus serta kekuatan mekanik yang tinggi dibandingkan dengan penambahan porogen  $\text{NaHCO}_3$ .

Menurut Choi, *et al* (2002), Reaksi pembentukan pori oleh  $\text{CaCO}_3$  dengan menghasilkan gas  $\text{CO}_2$  (karbon dioksida) yang berupa gelembung. Porogen  $\text{CaCO}_3$  direaksikan dengan asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) untuk membentuk gas  $\text{CO}_2$ .

## 2.5 Metode Pembuatan *Beads* Alginat-Selulosa

Selulosa dilarutkan dengan mengganti gugus OH dengan senyawa tertentu misalnya karbon disulfida ( $\text{CS}_2$ ), membentuk selulosa xantat. Menurut Suvachittanont dan Pookingdao (2013) dan Wang dkk. (2013), selulosa xantat dapat diproduksi dengan mereaksikan selulosa alkali dengan  $\text{CS}_2$  dan  $\text{NaOH}$  6%. Larutan yang didapat disebut larutan viskosa yang memiliki viskositas tinggi yaitu sebesar 2,3-2,5 Pa s. Berikut adalah reaksi pembentukan selulosa xantat:

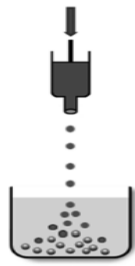


Gambar 2.6 Mekanisme reaksi selulosa xantat (Wang, dkk., 2013)

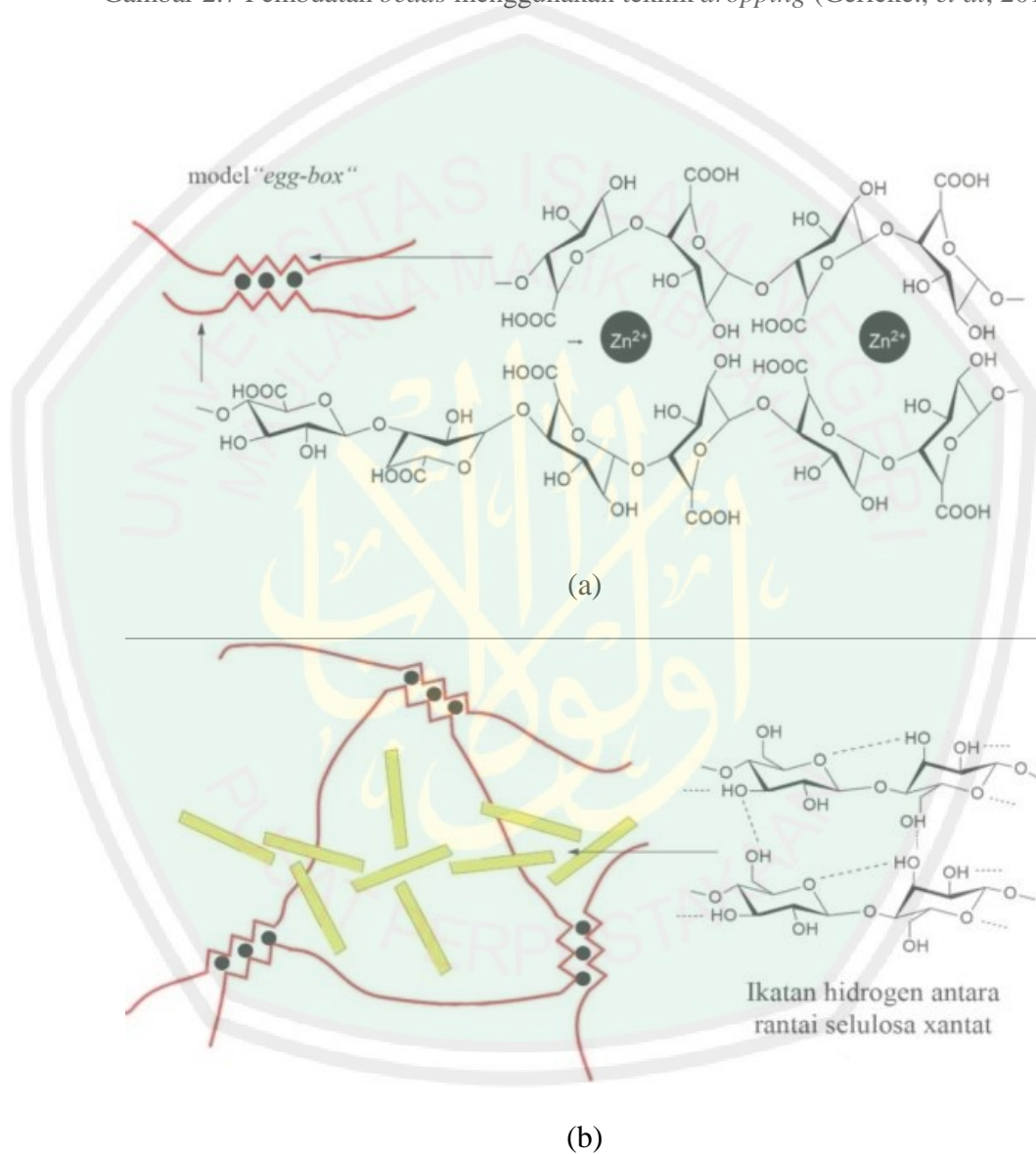
Pembentukan komposit menggunakan selulosa saat ini sangat berkembang, salah satunya adalah komposit alginat-selulosa dalam bentuk *beads*. Menurut Ayuningtyas (2012), persentase efisiensi penjerapan alginat *beads* sebagai media tanam sebesar 71,09% dan dalam kurun waktu 60 menit pelepasannya sebesar 58,06%. Sedangkan menurut Kurniawan, dkk. (2012), persentase efisiensi penjerapan komposit *beads* alginat-kitosan sebagai sistem penghantaran obat pelepasan terkendali lebih tinggi yaitu 87,45% dan dalam kurun waktu 60 menit pelepasannya lebih rendah yaitu 38%.

Menurut Sonmez, dkk. (2016), semakin meningkat komposisi selulosa dalam komposit *beads* alginat-selulosa maka persentase adsopsinya juga semakin meningkat. Selulosa 10% dapat mengadsopsi 68% logam berat, sedangkan persentase adsopsi selulosa 25% sebesar 80%. Hal tersebut, dikarenakan sifat kimia selulosa yang tidak larut dalam air, sehingga waktu kontak antara *beads* dan senyawa tarjet lebih lama. Dengan kata lain, semakin meningkatkan konsentrasi selulosa dalam komposit *beads* maka daya efisiensinya lebih besar.

Larutan komposit dan porogen yang telah homogen dimasukkan ke dalam *syringe needle* dan ditetaskan perlahan dalam larutan tautan silang. Jika konsentrasi tautan silang cukup tinggi, maka *beads* dapat menjadi kaku, titik leleh tinggi, dan padat yang tidak dapat mengembang (Ayuningtyas, 2012). Dalam penelitian ini menggunakan penaut silang zink asetat. Menurut Adiningsih (2012), konsentrasi larutan zink asetat 5% menghasilkan *beads* basah dan kering yang berbentuk bulat. Sehingga, dalam penelitian ini menggunakan konsentrasi zink asetat 5%. Metode tautan silang (*cross-link*) ini disebut gelasi ionik. Pada pembentukan komposit *beads* alginat-selulosa, *cross-link* molekul dibentuk antara gugus karboksil dari alginat (COO-) dan gugus asetil (-OCH<sub>3</sub>) dari selulosa yang bermuatan negatif dengan ion positif yang berasal dari Zn<sup>2+</sup> yang akan membentuk “*egg box*”. Pada gambar 2.8 (a) pembuatan *beads* dengan mengiteraksikan selulosa xantat dan alginat yang bereaksi dengan zink, sedangkan antara rantai selulosa xantat terjadi ikatan hidrogen



Gambar 2.7 Pembuatan *beads* menggunakan teknik *dropping* (Gericke., *et al*, 2013)



Gambar 2.8 (a) Reaksi *crosslink* antara alginat dengan  $Zn^{2+}$ , dan (b) interaksi antara selulosa xantat dan alginat yang bereaksi dengan  $Zn^{2+}$  (Puspitasari, 2017)

## 2.6 Karakterisasi Permukaan Menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX)

SEM merupakan mikroskop elektron yang menggunakan fokus sinar elektron bereaksi dengan sampel untuk menghasilkan gambar topologi dan komposisi relatif. Komponen utama pada enis SEM terdapat sumber elektron, kolom yang mengandung lensa elektron, wadah sampel, dan tampilan computer. Saat berinteraksi denga sampel, focus sinar elektron akan menghasilkan elektron sekunder (SE), *backscattered electron* (BSE), dan karakteristik sinar X, kemudian dideteksi dengan masing-masing detektor dan ditampilkan pada monitor. Elektron sekunder merupakan tipe sinyal yang biasa digunakan untuk memprosesgambar pada SEM. SE relatif akurat untuk menghasilkan kontras topologi dari sampel seperti ekstur permukaan dan kekerasan. Hanya SE yang dapat mencapai detector yang dapat menghasilkan gambar, dan SE yang terhalang akan menghasilkan kontras gelap pada gambar. Selain itu, tegangan rendah elektron disinar primer kemungkinan besar akan menghasilkan SE dari permukaan sampel, sehingga secara akurat dapat menggambarkan informasi topografi rinci dari sampel. BSE merupakan pemindaian yang melibatkan energi lebih tinggi dari 50 eV. BSE akan menghasilkan perbedaan relatif gambar topologi dari SE. Bentuk gambar SEM biasanya terkolerasi dengan deteksi sinyal yang diterima dari interaksi antara sinyal elektron dengan spesimen topologi.

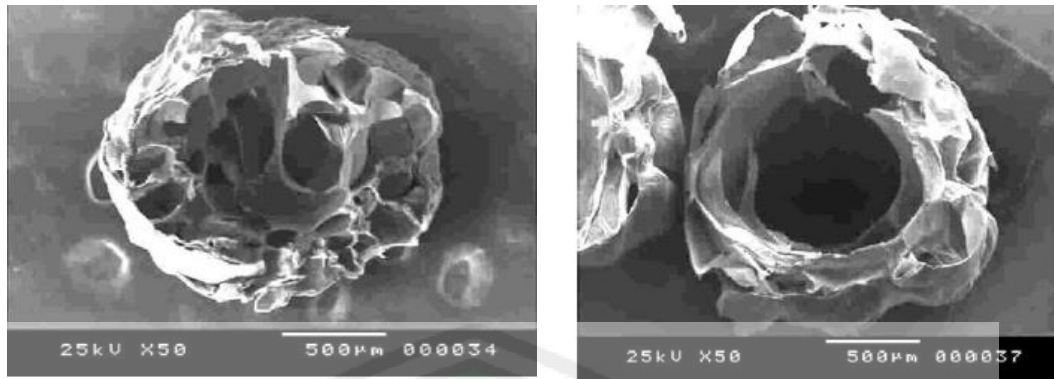
*Energy dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDX) merupakan deteksi komposisi unsur melalui penggunaan SEM. EDX mampu mendeteksi unsur yang memiliki jumlah atom yang lebih tinggi dari boron dan unsur yang dapat dideteksi memiliki konsentrasi paling sedikit 0.1%. aplikasi EDX yaitu identifikasi

material, identifikasi kontaminasi. Prinsip EDX yaitu setelah bertabrakan dengan berkas elektron pada SEM, sampel akan berinteraksi dengan sinar dan menghasilkan sinar-X yang khas, karena salah satu prinsip yaitu unsur memiliki spektra emisi sinar-X yang sama, sehingga dapat diidentifikasi dan dihitung konsentrasi dalam sampel. (Mutalib dkk., 2017)

Analisis kualitatifnya adalah dengan mengidentifikasi garis spectrum dari sinar X-Ray. Analisis kuantitatifnya dengan membandingkan setiap unsur pada sampel dengan unsur yang samapada standart kalibrasi yang telah diketahui komposisinya (Goldstein.2003). kombinasi SEM dengan EDX merupakan dua perangkat analisis yang digabungkan menjadi satu panel analitis sehingga mempermudah analisis dan lebih efisien. Analisa SEM-EDX dilakukan untuk memperoleh gambaran permukaan atau fitur material dengan resolusi sangat tinggi hingga memperoleh suatu tampilan dari permukaan sampel yang kemudian dikomputasikan dengan software untuk menganalisa komponen materialnya baik dari kuantitatif maupun kualitatifnya (Anwar. 2016)

Menurut Masrukan, *et al* (1999), karakterisasi menggunakan SEM merupakan analisis dari suatu permukaan. Gambar permukaan yang diperoleh merupakan morfologi dan topografi yang berasal dari penangkapan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. Kombinasi SEM dengan EDX merupakan gabungan dua alat yang bermanfaat untuk mendapatkan analisis yang detail dan lebih efisien (Anwar, 2016).

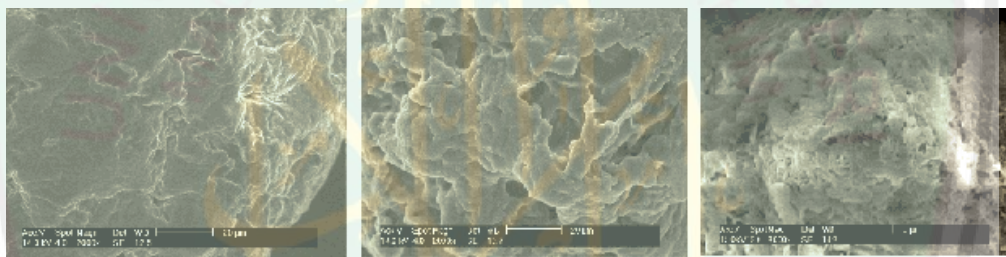
Berikut ini merupakan hasil karakterisasi SEM suatu *beads* setelah penambahan variasi porogen  $\text{CaCO}_3$ :



(a)

(b)

Gambar 2.10 Hasil SEM selulosa *beads* variasi  $\text{CaCO}_3$  a) 0,5  $\text{CaCO}_3$ /alginat (w/w), b) 1  $\text{CaCO}_3$ /alginat (w/w) (Choi., *et al*, 2002)



(a)

(b)

(c)

Gambar 2.11 Hasil SEM selulosa *beads* dengan variasi  $\text{CaCO}_3$  a)  $\text{CaCO}_3$  10 gram b) 20 gram c) 30 gram (Suvachittanont and Pookingdao, 2013)



## BAB III METODOLOGI

### 3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Februari - Mei 2018 di Laboratorium Riset Kimia Fisika Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

### 3.2 Alat dan Bahan

#### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan meliputi: seperangkat alat gelas, cawan porselen, penjepit kayu, desikator, kertas pH, oven, *hot plate*, seperangkat alat reflux, timbangan analitik, kertas saring, *aluminium foil*, *hair dryer*, magnetic *stirrer*, *syringe needle* 18G, *shaker incubator*, SEM-EDX

#### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan meliputi: ampas tebu yang berasal dari daerah Malang, natrium hidroksida (NaOH) p.a., zink asetat ( $C_4H_6O_4Zn$ ), natrium alginate ( $C_6H_7O_6Na$ )n, asam klorida (HCl) 37 % p.a.,  $CS_2$  p.a, natrium klorit ( $NaCl_2O$ ) p.a, aquades, kalsium karbonat ( $CaCO_3$ ), dan aquademin.

### 3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory*, yaitu sintesis dan karakterisasi selulosa xantat *beads* dari batang jagung. Sampel diperoleh dari Kabupaten Malang. Pada penelitian ini melakukan ekstraksi batang jagung untuk menghilangkan senyawa non-selulosa, menggunakan konsentrasi NaOH 6 % dalam pembentukan selulosa xantat. Selulosa yang didapat, digunakan

sebagai bahan untuk membuat *beads* alginat-selulosa, ditambahkan  $\text{CaCO}_3$  sebagai pembentuk pori selanjutnya diidentifikasi permukaan porinya.

### 3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung
3. Pembuatan selulosa xantat dengan penambahan  $\text{CS}_2$  dan pelarut NaOH 6%
4. Pembuatan selulosa xantat dengan variasi porogen  $\text{CaCO}_3$
5. Karakterisasi
6. Analisis data

### 3.5 Cara Kerja

#### 3.5.1 Preparasi Sampel

Batang jagung dibersihkan kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Dihaluskan sampel kering dengan digiling dan diayak dengan ayakan 100 mesh. Selanjutnya, dioven selama 24 jam pada suhu  $90^\circ\text{C}$ .

#### 3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Serbuk batang jagung sebanyak 50 gram direndam dalam 10% NaOH sebanyak 1000ml pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 90 menit. Kemudian, dicuci beberapa kali dengan aquades, diperas, dan dihasilkan pulp. Ditambahkan 40 ml asam asetat dan 200 ml natrium klorit ( $\text{NaCl}_2\text{O}$ ) 1% ke dalam pulp pada suhu  $75^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah itu, dicuci dengan aquades hingga netral dan diperas. (Suvachitanont, 2013). Selulosa yang didapatkan dihidrolisis dengan HCl 5% (1:20) pada suhu  $95^\circ\text{C}$  selama 1 jam sehingga didapatkan microfiber terdispersi.

### 3.5.3 Pembuatan larutan viskosa dengan penambahan CS<sub>2</sub> dan NaOH 6%

Lima gram selulosa batang jagung direndam dalam NaOH 20 % sebanyak 40 ml dalam beakerglas selama 3 jam. Selanjutnya diperas dan didiamkan selama 60 jam pada suhu kamar untuk *aging*. Selulosa alkali yang diperoleh direaksikan dengan 2,5 mL CS<sub>2</sub> p.a sampai membasahi semua permukaan dalam *shaker incubator* dengan kecepatan 150 rpm pada suhu ruang selama 3 jam sehingga didapatkan selulosa xantat (Wang, dkk, 2013). Hasil suspensi kemudian dilarutkan dalam NaOH 6 % sebanyak 30 ml.

### 3.5.4 Pembuatan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Porogen

#### CaCO<sub>3</sub>

Dua gram natrium alginat dilarutkan dalam 50 ml aquademin menggunakan stirrer dan ditambahkan CH<sub>3</sub>COOH beberapa tetes hingga larut. Dimasukkan larutan viskosa yang telah dibuat dengan perbandingan alginat:selulosa 1:3. Kemudian, dimasukkan CaCO<sub>3</sub> dengan variasi 0; 2; 4; dan 6 gram. Selanjutnya, ditambahkan aquademin sampai 100 ml dan dihomogenkan hingga sempurna. Larutan yang terbentuk ditetaskan menggunakan *syringe needle* 18G ke dalam C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>Zn 10 % sebanyak 100 ml dan didiamkan selama 24 jam. *Beads* yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan aquademin. *Beads* direaksikan dalam HCl 1 mmol/L, dengan perbandingan volume 1:8, kemudian dishaker pada kecepatan 150 rpm sampai tidak timbul gelembung. *Beads* dicuci sampai pH netral dengan aquademin. *Beads* basah yang dihasilkan, dikeringkan menggunakan oven suhu 37°C selama 5 jam (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013). Kemudian, diidentifikasi morfologi permukaannya.

### 3.5.5 Karakterisasi

#### 3.5.5.1 Analisis Morfologi Permukaan

Karakterisasi morfologi permukaan *beads* alginat-selulosa xantat terbaik dan control dianalisis menggunakan SEM-EDX. Sampel ditempatkan pada *carbon tape* dan *fine gold sputtering* diaplikasikan pada evaporator dan bertekanan tinggi. Tegangan akselerasi diatur selama pemindaian berjalan untuk mendapatkan gambar yang diinginkan. Gambar diambil pada perbesaran yang optimal hingga diperoleh morfologi permukaan yang paling jelas (Anggraeni, 2008).

#### 3.5.5.2 Analisis data

1. Hasil pengujian SEM berupa *image* morfologi.
2. Berat persen (%) unsur yang terkandung pada *beads*

## BAB IV PEMBAHASAN

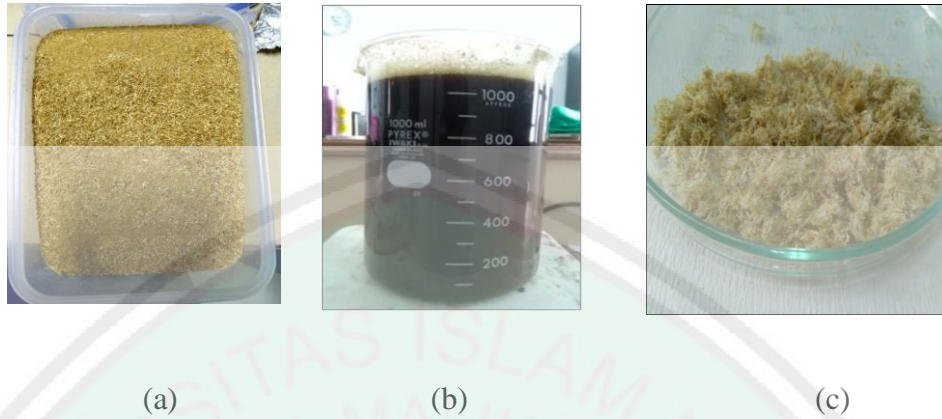
### 4.1 Preparasi Sampel Dan Ekstraksi Selulosa Dari Batang Jagung

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah batang jagung, yang diperoleh dari daerah Malang. Tahap preparasi sampel meliputi pengeringan dan penghalusan sampel. Tujuan dari pengeringan dilakukan didalam oven dengan menggunakan suhu  $95^{\circ}\text{C}$  agar kadar air dalam sampel menghilang dan juga menghambat pertumbuhan mikroorganisme yang dapat merusak sampel. Selanjutnya penghalusan berfungsi untuk memperbesar luas permukaan sampel sehingga interaksi antara sampel dan pelarut dapat maksimal. Pengayakan dilakukan untuk menyamakan ukuran serbuk sehingga memaksimalkan kelarutan dalam pelarut ketika ekstraksi.

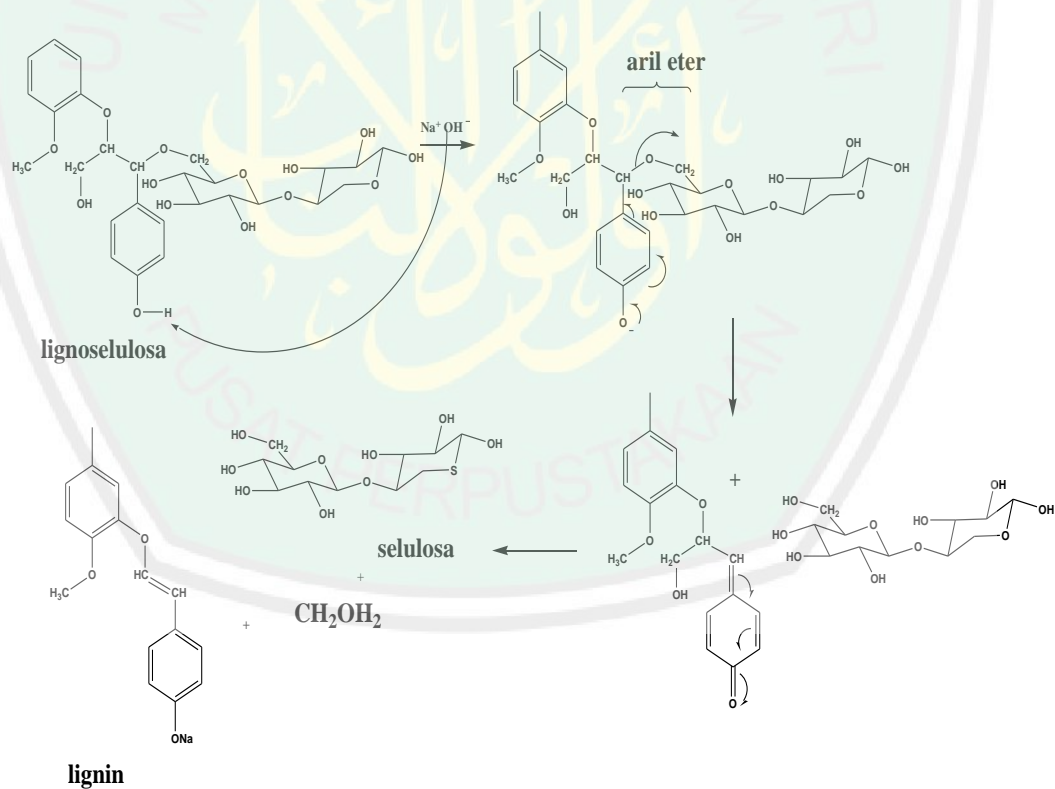
Peluang dapat dimanfaatkannya batang jagung sebagai selulosa *beads* dikarenakan kandungan selulosa dalam batang jagung yang cukup besar yaitu 42,4%, karena selulosa memiliki sifat kuat tarik yang tinggi, tidak larut dalam kebanyakan pelarut bersifat hidrofilik namun tidak larut dalam air dan juga sifat kristalin selulosa yang tinggi, Selain kandungan selulosa, dalam batang jagung juga mengandung lignin dan hemiselulosa sehingga perlu dilakukan delignifikasi.

Proses delignifikasi menggunakan NaOH dalam penelitian ini menghasilkan lindi hitam, sebagaimana Gambar 4.1 (b). Hal ini dikarenakan ion hidroksil dari NaOH menyerang atom H yang terikat pada gugus OH fenolik lignin, yang dilanjutkan terjadinya resonansi sehingga menyebabkan putusya ikatan antara lignin dan selulosa. Sedangkan, nukleofil dari lignin berikatan

dengan ion  $\text{Na}^+$  dari  $\text{NaOH}$  membentuk natrium fenolat yang mudah larut, sebagaimana Gambar 4.2

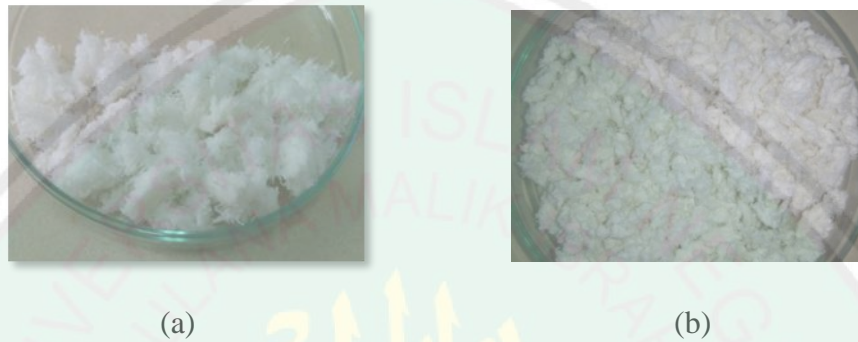


Gambar 4.1. (a) Serbuk batang jagung, (b) Lindi hitam, dan (c) Ekstrak selulosa hasil delignifikasi



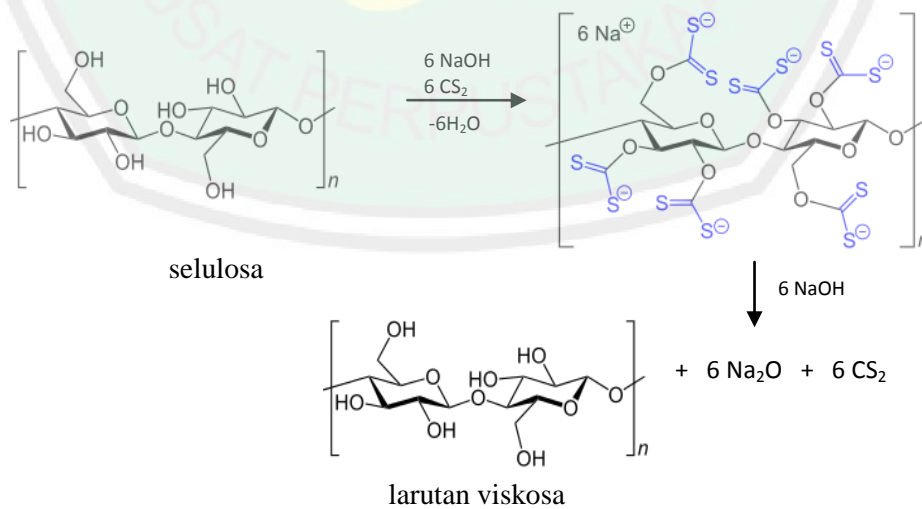
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dengan selulosa (Rosdiana, dkk., 2013, telah diolah kembali)

Setelah dilakukan proses delignifikasi untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa, maka ditambahkan  $\text{NaClO}_2$  yang bertujuan agar fiber yang dihasilkan menjadi lebih putih, hal ini karena oksidator kuat ( $\text{ClO}_2$ ) telah mendegradasi lignin dari gugus kromofor dan dilanjutkan dengan proses hidrolisis yakni dengan penambahan  $\text{HCl}$  dan menghasilkan fiber selulosa yang tetap putih.



Gambar 4.3 a) Fiber selulosa setelah penambahan  $\text{NaClO}_2$  b) fiber selulosa setelah hidrolisis

Fiber selulosa yang didapatkan ditambahkan  $\text{CS}_2$  dan dilarutkan dalam  $\text{NaOH}$  6 % untuk membuat larutan viskosa. Mekanisme reaksi pembuatan larutan viskosa ditampilkan pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Mekanisme reaksi pembuatan larutan viskosa (Wang, dkk., 2013, telah diolah kembali)

Konsentrasi NaOH mempengaruhi beberapa sifat larutan viskosa, diantaranya densitas, viskositas, dan berat molekul. Menurut Puspitasari (2017) Konsentrasi NaOH 6% digunakan dalam pembuatan larutan viskosa menghasilkan densitas 1,077 gr/ml dan viskositas 0,024 Pa.s

#### 4.2 Pembuatan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Porogen

##### CaCO<sub>3</sub>

Pembuatan *beads* alginat selulosa xantat ini dengan cara mencampurkan larutan viskosa dengan CaCO<sub>3</sub> sebagai agen pembentuk pori selanjutnya direaksikan dengan natrium alginat sehingga membentuk larutan yang kental. Campuran tersebut kemudian dicetak dengan cara *dropping* pada larutan cross link zink asetat. Digunakan zink asetat sebagai cross link bertujuan untuk menurunkan kemampuan *sweeling* dan mengurangi terjadinya rusaknya *beads* saat di larutan.

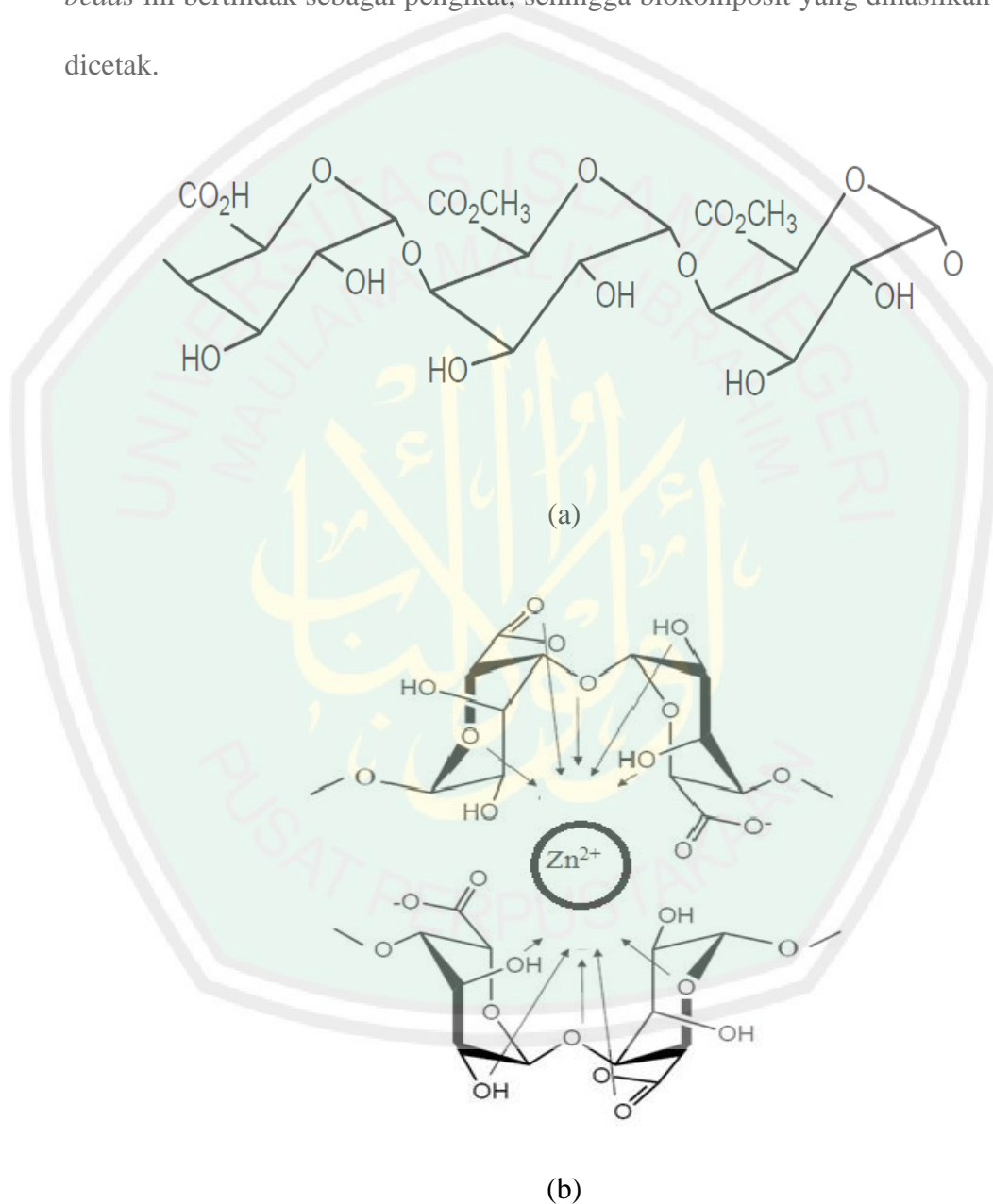


Gambar 4.5 (a) Teknik *dropping* dengan metode gelas ionik, dan (b) Pendiaman dalam larutan zink asetat

Agan cross link juga berfungsi agar selulosa *beads* yang dihasilkan tidak saling menyatu jika telah dicetak. Setelah selulosa *beads* dicetak pada larutan zink asetat, selulosa *beads* dibiarkan dulu sampai 24 jam pada larutan cross link agar selulosa *beads* yang dihasilkan semakin kaku dan keras. Semakin besar

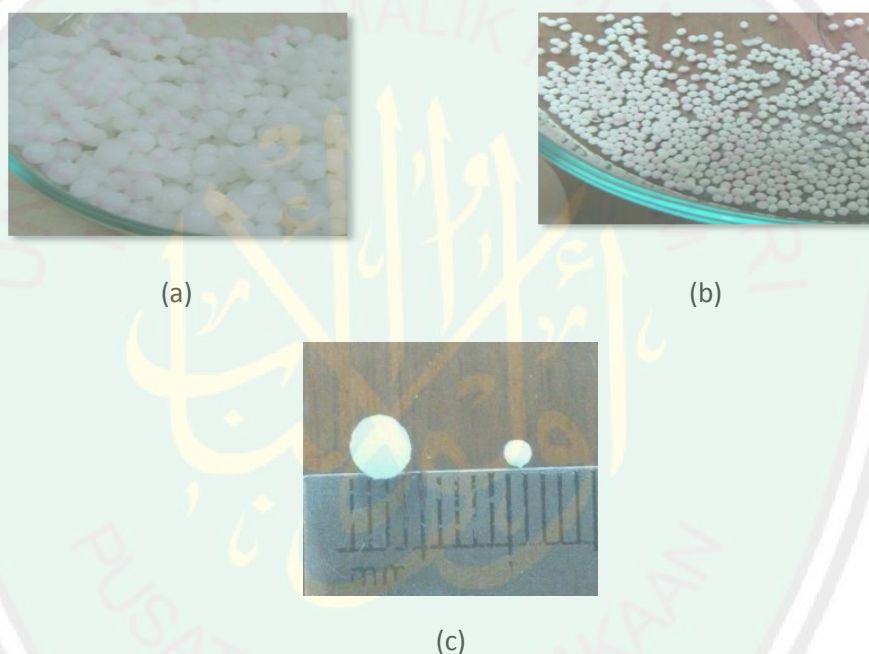


konsentrasi Zink asetat maka semakin kaku dan tidak mudah menempel satu dengan yang lain. Hal ini dikarenakan natrium alginat yang dicampurkan dalam larutan selulosa xhantat berinteraksi dengan kation divalen yaitu  $Zn^{2+}$ , sehingga *beads* yang dihasilkan dapat stabil. Natrium alginat dalam pembuatan selulosa *beads* ini bertindak sebagai pengikat, sehingga biokomposit yang dihasilkan dapat dicetak.



Gambar 4.6. a) Alginat b) Tautan silang alginat dengan  $Zn^{2+}$  (Yulianti,2016)

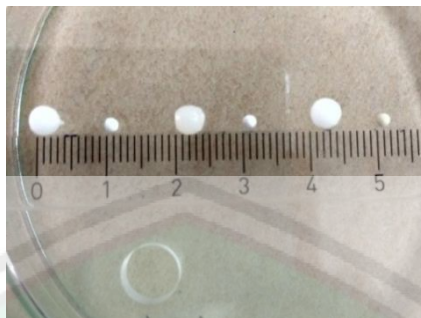
Diameter selulosa *beads* yang dihasilkan dipengaruhi oleh jarak antara syringe dengan agen cross link, besarnya konsentrasi agen cross link dapat menyebabkan *beads* yang dihasilkan lebih kaku, berbentuk lebih bulat, dan meningkatkan porinya. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ayuningtiyas (2012) bahwa semakin meningkat konsentrasi zink asetat, maka *beads* hidrogel yang dihasilkan lebih kaku dan lebih bulat. Setelah proses pencucian dengan menggunakan aquademin, *beads* dioven pada suhu 37°C sampai konstan. Bentuk fisik *beads* basah dan kering ditampilkan pada Gambar 4.9



Gambar 4.7. (a) *Beads* basah, (b) *Beads* kering, dan (c) diameter *beads* basah dan kering

Dalam penelitian ini, *beads* yang dihasilkan berbentuk bulat dan kaku. *Beads* yang dihasilkan dengan berbagai variasi konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  yakni 2 gr, gr dan 6 gr dapat menghasilkan *beads* yang lebih kaku. Gelasi ini terjadi akibat interaksi antara ion kalsium dengan residu asam guluronat yang dapat menyebabkan terjadinya perubahan bentuk tiga dimensi sehingga *beads* yang

dihasilkan lebih kuat (Poncelet, et all. 1999 dalam Purnamasari, 2011). Secara fisik penampilan *beads* yang terbentuk tidak terlihat adanya perbedaan.

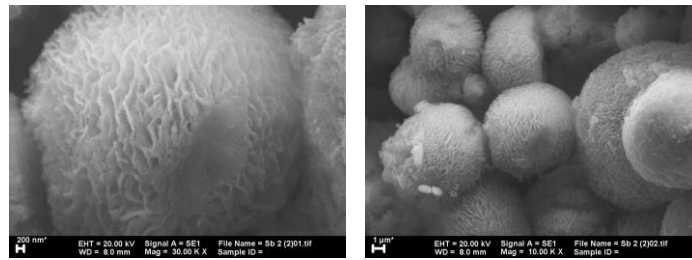


Gambar 4.8 beads basah dan kering dengan variasi konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  2 gr, 4 gr, dan 6 gr

#### 4.3 Karakterisasi Morfologi Dengan Menggunakan SEM - EDX

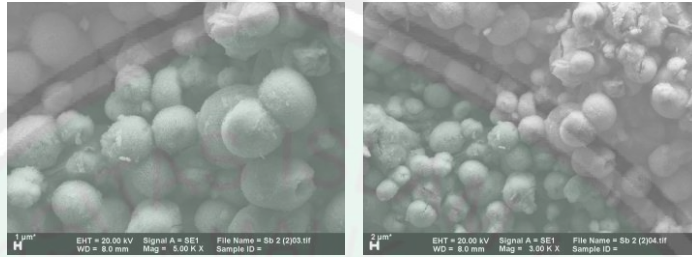
Analisis menggunakan SEM - EDX dilakukan untuk mengevaluasi morfologi permukaan *beads* yang dihasilkan serta distribusi dari porogen  $\text{CaCO}_3$  kedalam *beads* selulosa xantat. Pengujian menggunakan instrumen SEM-EDX dapat melihat topografi *beads* pada permukaan maupun ke dalam sampel *beads* dengan perbesaran hingga 30.000 x dengan energi yang digunakan berkisar 20.0 kV.

Suvachittanont and Pookingdao (2013) menjelaskan bahwa permukaan *beads* dapat semakin berpori dengan meningkatnya  $\text{CaCO}_3$ . Ketika konsentrasi  $\text{CaCO}_3$  lebih sedikit, permukaan *beads* yang dihasilkan lebih kasar namun jika kandungan  $\text{CaCO}_3$  semakin meningkat permukaan *beads* semakin halus dan pori semakin banyak. Berbanding terbalik dari hasil penelitian yang sudah dilakukan suvachittanonth and pookingdao, hasil yang didapatkan dalam penelitian ini semakin kecil  $\text{CaCO}_3$  yang ditambahkan pori yang dihasilkan semakin banyak.



(a)

(b)

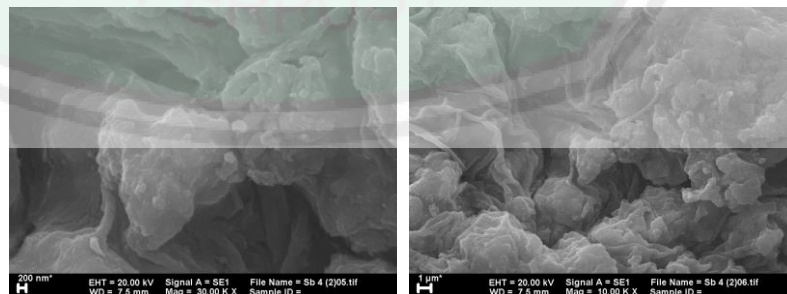


(c)

(d)

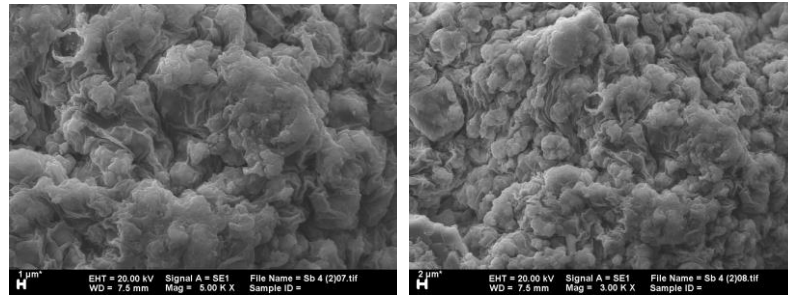
Gambar 4.7. Hasil SEM *beads* dengan  $\text{CaCO}_3$  2gr dengan perbesaran (a)30.00K x (b) 10.00K x (c) 5.00K x dan (d) 3.00K x

Dari hasil SEM *beads* dengan porogen  $\text{CaCO}_3$  2 gram dapat diketahui dari gambar 4.5 terlihat morfologi permukaan dari *beads* tersebut berbentuk bulatan yang sangat jelas dan banyak dengan ukuran seragam dimulai dari perbesaran 3.00Kx dan lebih jelas lagi pada perbesaran 30.00K x terlihat pada setiap bulatan masih terdapat rongga rongga partikelnya seragam yang menampakkan daya serap yang besar.



(a)

(b)



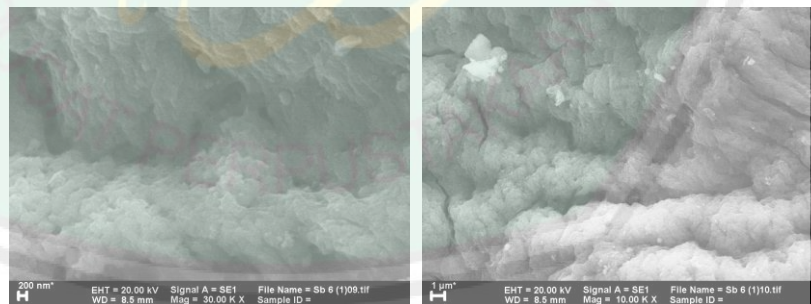
(c)

(d)

Gambar 4.8. Hasil SEM *beads* dengan  $\text{CaCO}_3$  4gr dengan perbesaran (a)30.00K x (b) 10.00K x (c) 5.00K x dan (d) 3.00K x

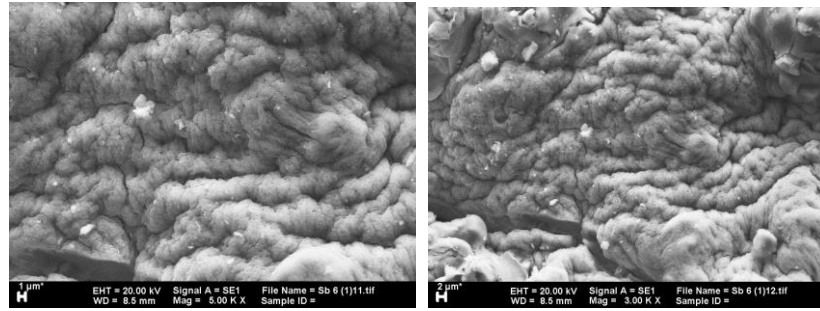
Morfologi permukaan dari *beads* dengan  $\text{CaCO}_3$  4gr tidak membentuk bulatan, beraglomerasi dan terlihat seperti gumpalan kapas, tidak dijumpai rongga dan bulatan dengan jelas, begitupun pada *beads* dengan  $\text{CaCO}_3$  6 gr didapatkan gambar morfologi permukaan yang meyerupai gumpalan kapas.

Dari penelitian suvacittanoth and pookingdao (2013) hasil morfologi selulosa *beads* dari tongkol jagung seperti pada gambar 2.11 ukuran pori meningkat dengan meningkatnya dosis porogen ( $\text{CaCO}_3$ ) dan permukaan *beads* lebih kasar, sehingga penyerapan air dan swellingnya lebih cepat.



(a)

(b)



(c)

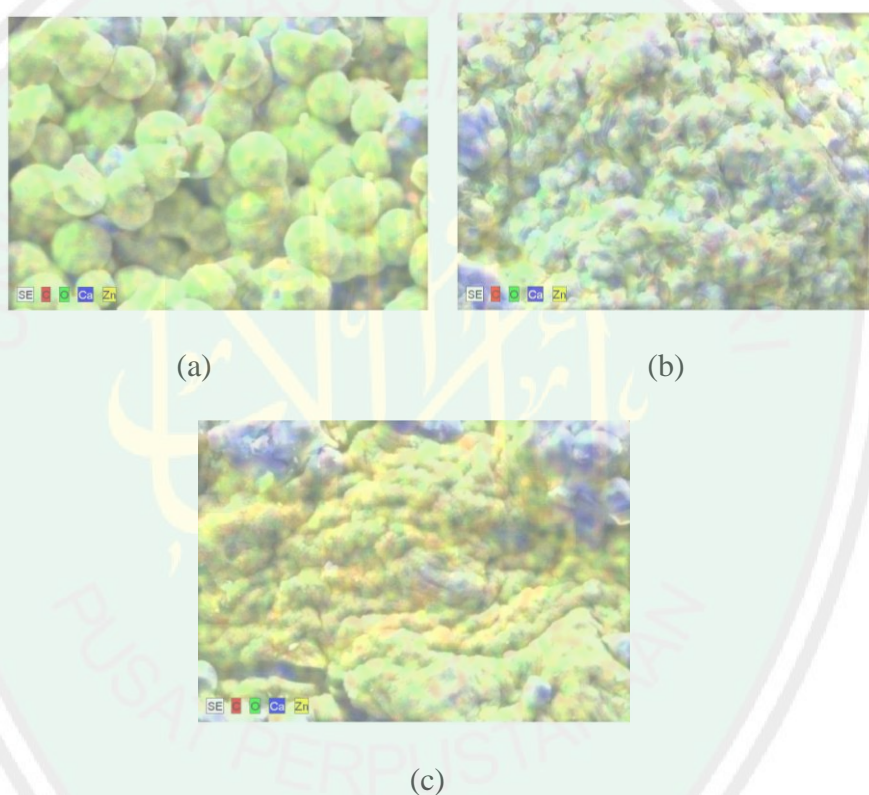
(d)

Gambar 4.9. hasil SEM *beads* dengan  $\text{CaCO}_3$  6gr dengan perbesaran (a)30.00K x (b) 10.00K x (c) 5.00K x dan (d) 3.00K x

Dari data yang dihasilkan dapat terlihat bahwa hasil terbaik dari analisis morfologi *beads* selulosa xantat dengan variasi porogen  $\text{CaCO}_3$  2, 4 dan 6 gr adalah morfologi *beads* dengan variasi  $\text{CaCO}_3$  2gr, hasil yang didapatkan kandungan Zn dari masing masing *beads* yang terbentuk lebih dominan, sehingga *beads* dapat berbentuk bulatan. Hal ini dimungkinkan karena adanya kompetisi antara divalen  $\text{Zn}^{2+}$  dan  $\text{Ca}^{2+}$ , yang lebih dominan divalen  $\text{Zn}^{2+}$  dan berikatan silang dengan selulosa ataupun alginat.

Table 4.1 berat persen dari masing masing unsur *beads* yang terbentuk

<b>Berat CaCO<sub>3</sub>    Persen Berat masing-masing unsur</b>				
	<b>Zn</b>	<b>Ca</b>	<b>O</b>	<b>C</b>
<b>CaCO<sub>3</sub> 2gr</b>	48,08 %	1,70 %	44,20 %	6,03 %
<b>CaCO<sub>3</sub> 4gr</b>	22,53 %	16,68 %	12,62 %	48,17 %
<b>CaCO<sub>3</sub> 6gr</b>	25,83 %	4,72 %	62,21 %	25,83 %

Gambar 4.10 hasil SEM-EDX *beads* dengan variasi porogen (a) CaCO<sub>3</sub> 2 gr (b) CaCO<sub>3</sub> 4 gr (c) CaCO<sub>3</sub> 6 gr

Hasil EDX ditunjukkan pada gambar 4.10 dihasilkan unsur yang terkandung dalam *beads* dengan variasi porogen dapat diketahui yakni unsur Zn, Ca, O, dan C. Dari gambar yang dihasilkan diketahui kandungan Ca yang terkandung dalam sampel sangat sedikit dibandingkan dengan kandungan Zn. Zink asetat yang digunakan sebagai crosslink mempengaruhi terbentuknya

morfologi pada *beads*, yaitu pada *beads* dengan porogen 2gr bentuk morfologinya bulat, beruang-ruang semakin besar luas permukaan *beads* maka kemampuan Zn untuk berikatan silang dengan selulosa semakin besar pula sehingga dapat membentuk morfologi *beads* yang bulat, ditunjukkan dengan hasil berat persen unsur Zn sebanyak 48,08%. Sedangkan pada *beads* dengan porogen 4gr dan 6gr terbentuk morfologi yang aglomerasi dan didapatkan berat persen unsur Zn sebanyak 22,53% dan 25,83%

#### 4.4 Perspektif Islam dan Sains

Manusia adalah makhluk yang diciptakan oleh Allah SWT paling sempurna dibanding yang lainnya. Kelebihan dari kesempurnaan manusia adalah pada akalunya. Melalui akalunya manusia bisa menjadi makhluk yang paling mulia dan makhluk yang paling hina. Dengan akal, manusia diperintahkan untuk memikirkan ciptaan Allah SWT yang berada dilangit, di bumi dan yang berada diantara keduanya. Sebagaimana firman Allah SWT dalam Surat Ali Imron ayat 190-191 :

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَآخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

*“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal. (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka.”*



Pada ayat 191 ini mendefinisikan orang-orang yang mendalam pemahamannya dan berpikir tajam (*ulul albab*), yaitu orang yang berakal orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah, hidayah, dan menggambarkan keagungan Allah (Shihab.2002). Atas penciptaan alam semesta ini, hendaknya menyadari tugas sebagai khalifah Allah, yang berkewajiban memakmurkan bumi serta menjadi rahmat bagi alam sekelilingnya, dengan menggali, meneliti, dan memanfaatkan segala ciptaan Allah. Berdasarkan hasil penelitian ini ternyata limbah batang jagung yang sudah kering yang biasanya dibakar atau dibuat bahan bakar peternak dapat dimanfaatkan kembali sebagai *beads* yang kedepannya mempunyai banyak manfaat, diantaranya sebagai bahan pengemban obat, atau bahan kosmetik (suvacittanoth. 2013). Sebagaimana Allah menyatakan hal tersebut dalam surat al-an'am ayat 95:

إِنَّ اللَّهَ فَالِقُ الْحَبِّ وَالنَّوَىٰ ۗ مَخْرُجُ الْحَيِّ مِنَ الْمَيِّتِ وَمَخْرُجُ الْمَيِّتِ مِنَ الْحَيِّ ۗ ذَٰلِكُمْ اللَّهُ فَاِنِّي تَوَفَّكُونَ

*Sesungguhnya Allah menumbuhkan butir tumbuh-tumbuhan dan biji buah-buahan. Dia mengeluarkan yang hidup dari yang mati dan mengeluarkan yang mati dari yang hidup. (Yang memiliki sifat-sifat) demikian ialah Allah, maka mengapa kamu masih berpaling?*

Surat Al An'am ayat 95 diatas dengan jelas menyatakan bahwa tumbuh-tumbuhan keluar (tumbuhan dari benda mati), artinya bahwa tumbuhan yang telah matipun dapat dimanfaatkan kembali untuk sesuatu yang lebih berguna. Sungguh besar kebesaran Allah, sebagaimana orang mukmin kita harus yakin sesungguhnya Allah menciptakan sesuatu tidak ada yang sia-sia, sebagaimana firman Allah dalam surat Shaad ayat 27 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ۚ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۚ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

*Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka*

Surat Shaad ayat 27 diatas menyatakan bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah adalah tanpa sia-sia baik itu tumbuhan maupun hewan dan lain sebagainya yang bisa dimanfaatkan oleh setiap makhluknya untuk bisa menjadi bahan renungan bagi makhluknya khususnya manusia. Sebagaimana limbah jagung yang biasanya dibuang atau dibakar dapat dimanfaatkan lebih lanjut sebagai bahan pengemban obat maupun bahan kosmetik yang bermanfaat bagi kebutuhan manusia.

Penelitian ini menunjukkan dengan adanya ilmu pengetahuan, kita mampu menelora sumber daya alam dengan optimal. Hal ini menunjukkan ilmu pengetahuan sangat penting bagi kehidupan manusia, dan dalam satu objek kecil saja terdapat banyak ilmu pengetahuan yang belum terungkap. Allah SWT bwerfirman dalam surah Al Kahfi ayat 109 :

قُلْ لَوْ كَانَ الْبَحْرُ مِدَادًا لِكَلِمَاتِ رَبِّي لَنَفِدَ الْبَحْرُ قَبْلَ أَنْ تَنفَدَ كَلِمَاتُ رَبِّي وَلَوْ جِئْنَا بِمِثْلِهِ مَدَدًا

*Katakanlah: Sekiranya lautan menjadi tinta untuk (menulis) kalimat-kalimat Tuhanku, sungguh habislah lautan itu sebelum habis (ditulis) kalimat-kalimat Tuhanku, meskipun Kami datangkan tambahan sebanyak itu (pula)"*

Surah Al Kahfi ayat 109 ini menjelaskan bahwa ilmu pengetahuan tidak akan pernah habis digali dan dituangkan kedalam tulisan. Seumpama air laut adalah tinta, air laut tersebut tidak akan cukup menuliskan ilmu pengetahuan yang Allah SWT ciptakan, bahkan jika air tersebut ditambahkan sebanyak sama dengan awalnya, ilmu pengetahuan yang Allah SWT ciptakan masih tidak dapat tertuliskan semuanya (yahya 2015). Tafsir tersebut menjelaskan bahwa ilmu

Pengetahuan yang diciptakan Oleh Allah SWT tidak terhingga. Manusia tidak akan mampu mengungkap semua ilmu pengetahuan yang diciptakan Allah SWT pengetahuan yang ada dalam *beads* selulosa mungkin hanya sebagian kecil saja dari pengetahuan Allah SWT dan apabila diteliti lebih lanjut mungkin ilmu pengetahuan mengenai *beads* selulosa pun tidak akan habis. Hal ini seharusnya menambah keyakinan kita terhadap Allah SWT.



## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Morfologi *beads* yang dihasilkan dari berbagai variasi porogen memiliki bentuk yang berbeda, *beads* selulosa xantat dengan porogen 2gr membentuk morfologi terbaik. Pada *beads* selulosa xantat dengan porogen  $\text{CaCO}_3$  2gr morfologinya berbentuk bulatan yang sangat jelas dan banyak dengan ukuran seragam. Pada tiap bulatan terdapat rongga-rongga yang sangat banyak yang menampakkan daya serap yang besar. Pada variasi ini ditemukan persen berat unsur Zn tertinggi yaitu sebesar 48,08%.

Pada *beads* selulosa xantat dengan porogen 4gr dan 6gr tidak tampak terjadi aglomerasi, tidak dijumpai bulatan dan rongga dengan jelas. Persen berat unsur Zn yaitu 22,53% dan 25,83%.

#### 5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan peneliti menyarankan:

1. Jarak syringe perlu diperhatikan untuk membentuk *beads* yang seragam
2. Perlu dilakukan variasi agen pengikat silang/crosslink untuk mendapatkan karakteristik produk yang lainnya

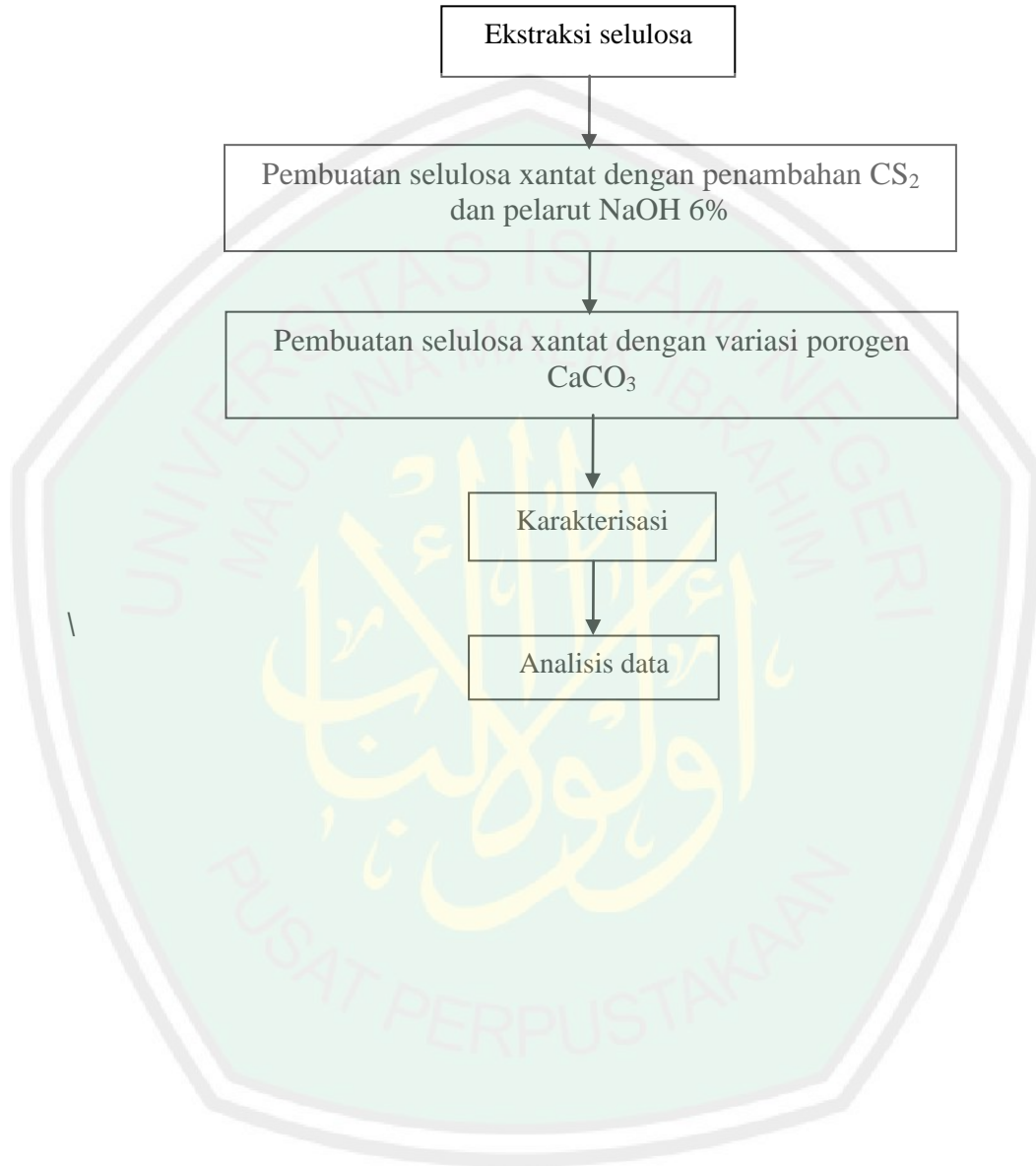
## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2009. Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains dan Nanoteknologi*. Vol.2, No.1. Hal 1-9.
- Anggraeni, N. H. 2008. Analisa SEM (Scanning Electron Microscopy) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetic Menjadi Hematite. Seminar Nasional VII, Rekayasa dan Aplikasi Teknik Mesin di Industri. Bandung
- Anwar, Syaiful. 2016. *Pengantar Kimia Tanah*. Bogor: IPB Press
- Ayuningtyas, fathia. 2012. Pembuatan Dan Karakterisasi *Beads* Hydrogel Dari Berbagai Polimer Sebagai Media Tanam. *Skripsi*. Universitas Indonesia : Jakarta
- Boufi, S dan Chaker,A. 2016. Easy Production of Cellulose Nanofibrils from Corn Stalk by a Conventional High Speed Blender. *Industrial Crops and Products*. 1-9.
- Buranov, A. U. dan Mazza, G. 2008. Lignin in straw of herbaceous crops. *Ind Crops Prod*. 28: 237-259.
- Chardin, H., A. C. Acevedoa, S dan Risnes. 1998. Scanning Elektron Microscopy and Energy-Dispersive X-Ray Analysis of Defects in Mature Rat Incisor Enamel After Thyroparathyroidectomy. *Archieves of Oral Biology*, 43 (1998) 317-327
- Choi, B.Y., Park, H.J., Hwang, S.J., dan Park, J.B. 2002. Preparation of Alginate *Beads* for Floating Drug Delivery System: Effects of CO<sub>2</sub> Gas-Forming Agents. *International Journal of Pharmaceutics*, 239(1-2): 81-91
- Ganstrom, M. 2009. Cellulose Derivatives: Synthesis, Properties and Applications. *Disertasion*. Helsinki: Helsinki University Printing House.
- Gericke, M., Trygg, J., dan Fardim, P. 2013. Functional Cellulose *Beads*: Preparation, Characterization, and Applications. *Chemical Review*, 113(7): 4812-4836
- Jaya, D.M.N. 2005. A Study on the Growth and Structure of Titania Nanotubes. *Journal of Material Research* 19(2): 417-422.
- Kim, Dong-Ju., Jae-Woo Choi., Ki-Seok Yang., dan Cheol Euile. 2009. Adsorption of Zinc and Toluene by Alginate Complex Impregnated with Zeolite and Activated Carbon. *Curr Appl Phys*. 9. 694-697

- Kuo, C.K. dan Ma, P.X. 2007. Maintaining dimensions and mechanical properties of ionically crosslinked alginate hydrogel scaffolds in vitro, *Biomedical Materials Research Part A*, 84(4), pp. 899-907
- Perez J., J. Munoz-Dorado, T. de la Rubia and J. Martinez. 2002. Biodegradation and biological treatments of cellulose, hemicellulose and lignin: an overview. *Int. Microbiol.* 5:53-63
- Puspitasari, S. 2017. Preparasi dan Karakterisasi Komposit *Beads* Alginat-Selulosa dari Ampas Tebu melalui Metode Gelasi Ionik dengan  $\text{CaCO}_3$  Sebagai Porogen. *Skripsi*. Malang: UIN Malang
- Putera, R.D.H. 2012. Ekstraksi Serat Selulosa dari Tanaman Eceng Gondok (*Eichornia Crassipes*) dengan Variasi Pelarut. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik UI.
- Rika Julfana, Zahara, Idiawati, Hidrolisis Enzimatis Selulosa dari Ampas Sagu Menggunakan Campuran Selulase dari *Trichoderma reesei* dan *Aspergillus Niger*, JKK, Volume 2(1).
- Rowe, R.C., Sheskey, P.J., dan Quinn, M.E. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, Edisi 6. London: Pharmaceutical Press
- Taherzadeh, m. J. A. K. 2007. *Acid-Based Hydrolysis Processes For Ethanol From Lignocellulosic Materials: a review*. *Bioresources*, 2(3), 472-499.
- Sönmez, ficai, ficai, trusca, andronesco, 2016, *Alginate/Cellulose Composite Beads For Environmental Applications*, U.P.B. Sci. Bull., Series B, Vol. 78, Iss. 2
- Suvachittanont dan pookingdao, 2013, *Development Of Porous Spherical Cellulose Bead Production From Corn Cob As An Exfoliating Agent For Cosmetic Industries*, j. Chem. Chem. Eng. 7 (2013) 1156-1163
- Wang, K., Nune, K.C., Misra, R.D.K. 2016. The Functional Response of Alginate-Gelatin-Nanocrystalline Cellulose Injectable Hydrogels Toward Delivery of Cells and Bioactive Molecules. *Acta Biomaterialia*, 36(1) : 143-151
- Wang, T., Li, B., dan Si, H. 2013. Preparation of Regenerated Cellulose Bead and Its Coating with Cyclodextrins. *Cellulose Chemistry and Technology*, 47(1-2): 37-47.
- Yulianti, E., Mahmudah, R. dan Dianti, M.R. 2016. Pembuatan Nature Celulosa Beads Dari Batang Jagung Sebagai Pengemban Senyawa Aktif Antidiabetic Tanaman Kelor Moringa Oleivera. *Lapran DIKTIS UIN Maliki Malang*. Jakarta : KEMENAG RI

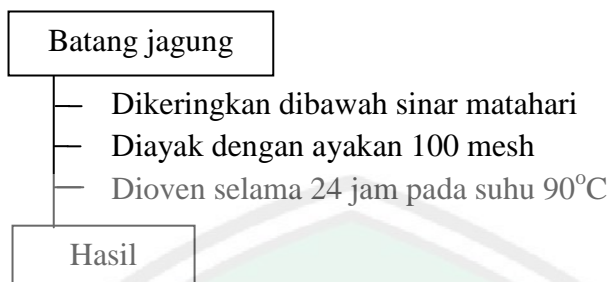
## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Rancangan Penelitian

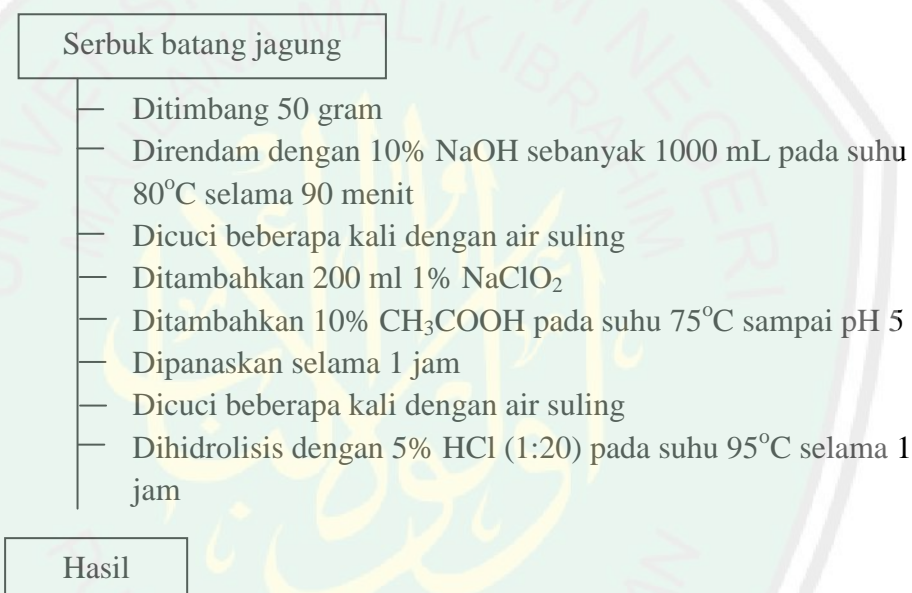


## Lampiran 2. Diagram Alir

### 1. Preparasi Sampel

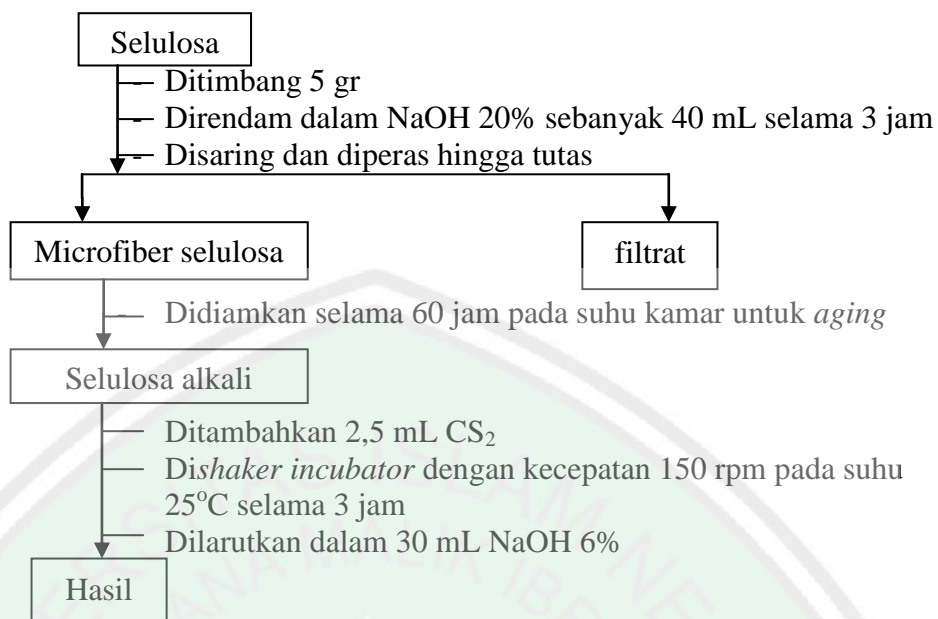


### 2. Ekstraksi Selulosa dari batang jagung





### 3. Pembentukan Selulosa Xantat



#### 4. Penentuan Konsentrasi Terbaik $\text{CaCO}_3$ dalam Pembentukan Pori Bead

##### Natrium alginat

- Ditimbang 2 gram
- Dilarutkan dalam 50 ml aqua demineralisata
- Ditambah 10%  $\text{CH}_3\text{COOH}$  hingga larut
- Dimasukkan selulosa xantat dengan perbandingan alginat-selulosa 1:3.
- dimasukkan  $\text{CaCO}_3$  dengan variasi 0; 2; 4; dan 6 gram yang telah dilarutkan dengan aqua demineralisata beberapa mL
- Ditambah aqua demineralisata hingga 100 mL
- Dihomogenkan
- Dicetak menggunakan *syringe needle* 18G
- Diteteskan pada larutan 5% zink asetat
- Didiamkan hingga 24 jam
- Disaring
- Dicuci menggunakan aqua demineralisata hingga netral
- Ditambahkan HCl 1 mmol/L dengan perbandingan 1:8
- Disentrifugasi hingga tidak timbul gelembung
- Disaring
- Dicuci menggunakan aqua demineralisata hingga netral
- Dioven pada suhu  $37^\circ\text{C}$  selama 24 jam

##### Hasil

## 5. Analisis Morfologi Permukaan



### Lampiran 3: Preparasi Larutan

#### 1. Ekstrasi Selulosa

##### a. NaClO<sub>2</sub> 1% dalam 250 mL

Diketahui:

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

$$V_2 = 250 \text{ mL}$$

Ditanya:  $V_1$

Jawab:

$$25\% \times V_1 = 1\% \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1\% \times 250 \text{ mL}}{25\%}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Jadi, larutan NaClO<sub>2</sub> 1% dibuat dari larutan NaClO<sub>2</sub> 25% dengan mengencerkan 10 mL NaClO<sub>2</sub> dalam 250 mL akuades.

##### b. CH<sub>3</sub>COOH 10% dalam 100 mL

Diketahui:

$$M_1 = 99,85\%$$

$$M_2 = 10\%$$

$$V_2 = 250 \text{ mL}$$

Ditanya:  $V_1$

Jawab:

$$99,85\% \times V_1 = 10\% \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10\% \times 100 \text{ mL}}{99,85\%}$$

$$V_1 = 10,02 \text{ mL}$$

Jadi, larutan CH<sub>3</sub>COOH 10% dibuat dari larutan CH<sub>3</sub>COOH 99,85% dengan mengencerkan 10,02 mL CH<sub>3</sub>COOH dalam 100 mL.

##### c. HCl 5% dalam 1000 mL

Diketahui:

$$M_1 = 37\%$$

$$M_2 = 5\%$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$

Ditanya:  $V_1$

Jawab:

$$37\% \times V_1 = 5\% \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{5\% \times 1000 \text{ mL}}{37\%}$$

$$V_1 = 135,1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan HCl 5% dibuat dari larutan HCl 37% dengan mengencerkan 135,1 mL HCl dalam 1000 mL akuades.

## 2. Preparasi *Beads*

### a. NaOH 20% dalam 100 mL

Diketahui:

$$m_2 = 20 \text{ gr}$$

$$V_1 = 100 \text{ gr}$$

$$V_2 = 100 \text{ gr}$$

Ditanya:  $m_1$

Jawab:

$$\frac{m_1}{V_1} = \frac{m_2}{V_2}$$

$$\frac{m_1}{100 \text{ mL}} = \frac{20 \text{ gr}}{100 \text{ mL}}$$

$$m_1 = \frac{2000 \frac{\text{gr}}{\text{mL}}}{100 \text{ mL}}$$

$$m_1 = 20 \text{ gr}$$

Jadi, larutan NaOH 20% dibuat dengan 20 gr NaOH yang diencerkan dalam 100 mL akuades.

### b. Zink asetat 5% dalam 100 mL

Diketahui:

$$m_2 = 5 \text{ gr}$$

$$V_1 = 100 \text{ gr}$$

$$V_2 = 100 \text{ gr}$$

Ditanya:  $m_1$

Jawab:

$$\frac{m_1}{V_1} = \frac{m_2}{V_2}$$

$$\frac{m_1}{100 \text{ mL}} = \frac{5 \text{ gr}}{100 \text{ mL}}$$

$$m_1 = \frac{500 \frac{\text{gr}}{\text{mL}}}{100 \text{ mL}}$$

$$m_1 = 5 \text{ gr}$$

Jadi, larutan zink asetat 5% dibuat dengan 5 gr zink asetat yang dalam 100 mL akuades.

**c. HCl 1 mmol/L**

Diketahui:

$$bj = 1,19 \frac{gr}{mL}$$

$$Mr = 36,5 \frac{gr}{mol}$$

$$M = 37\%$$

$$M_2 = 0,001$$

$$V_2 = 1000 \text{ mL}$$

Ditanya:  $V_1$

Jawab:

$$M = \% \times bj \times \frac{1000}{Mr}$$

$$M = 37\% \times 1,19 \frac{gr}{mL} \times \frac{1000 \frac{mL}{L}}{36,5 \frac{gr}{mol}}$$

$$M = \frac{440,3 \text{ mol}}{36,5 \text{ L}}$$

$$M = 12,06 \frac{\text{mol}}{\text{L}} (M)$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,06 \times V_1 = 0,001 \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,001 \times 1000 \text{ mL}}{12,06}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ mL}$$

Jadi, larutan HCl 1 mmol/L dibuat dengan HCl 37% dengan mengencerkan 0,1 mL HCl dalam 1000 mL akuades.

**d. NaOH 6% dalam 100 mL**

Diketahui:

$$m_2 = 6 \text{ gr}$$

$$V_1 = 100 \text{ gr}$$

$$V_2 = 100 \text{ gr}$$

Ditanya:  $m_1$

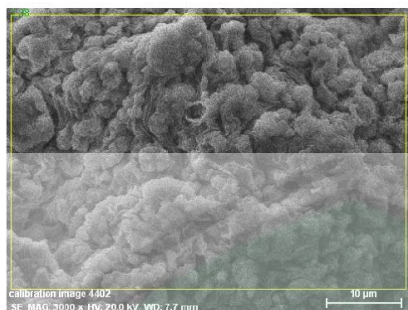
Jawab:

$$\begin{aligned}\frac{m_1}{V_1} &= \frac{m_2}{V_2} \\ \frac{m_1}{100 \text{ mL}} &= \frac{6 \text{ gr}}{100 \text{ mL}} \\ m_1 &= \frac{600 \frac{\text{gr}}{\text{mL}}}{100 \text{ mL}} \\ m_1 &= 6 \text{ gr}\end{aligned}$$

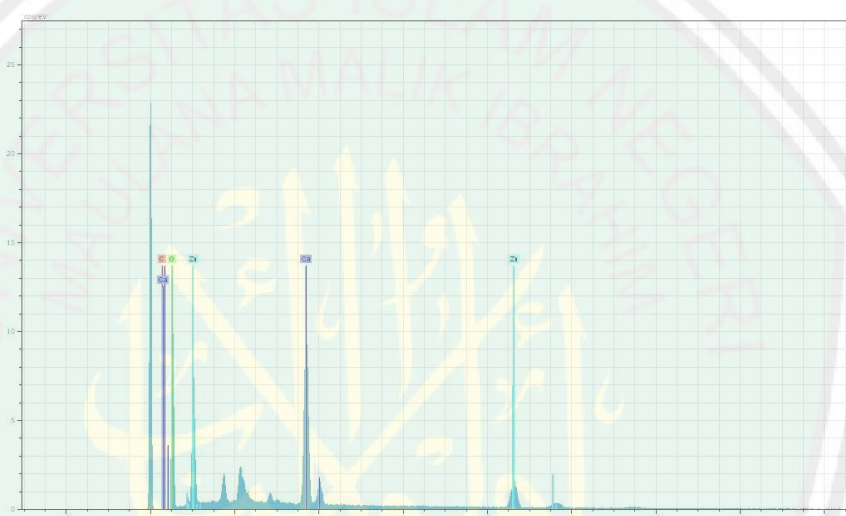
Jadi, larutan NaOH 6% dibuat dengan 6 gr NaOH yang diencerkan dalam 100 mL akuades



Sb 4 (2)



Calibration image 4402  
SE MAG:3000x HV:20.0kV WD:7.7mm  
calibration image 4402 Date:1/4/2017 11:30:57 AM Image size:512 x 384 Mag:3000x HV:20.0kV



3 38 Date:1/4/2017 11:31:34 AM HV:20.0kV Puls th.:6.39kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	42.37	48.17	62.43	5.3
Zn	30	K-series	19.82	22.53	7.14	0.6
Ca	20	K-series	14.67	16.68	8.63	0.5
C	6	K-series	11.10	12.62	21.79	1.5
Total:			87.97	100.00	100.00	

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	42.37	48.17	62.43	5.3
Zn	30	K-series	19.82	22.53	7.14	0.6
Ca	20	K-series	14.67	16.68	8.63	0.5
C	6	K-series	11.10	12.62	21.79	1.5

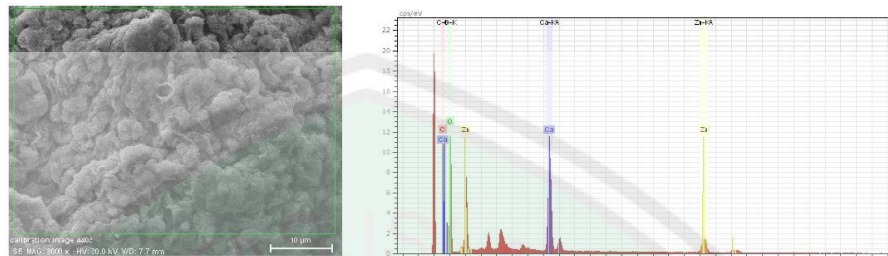
Total: 87.97 100.00 100.00

1/4/2017

1. Page



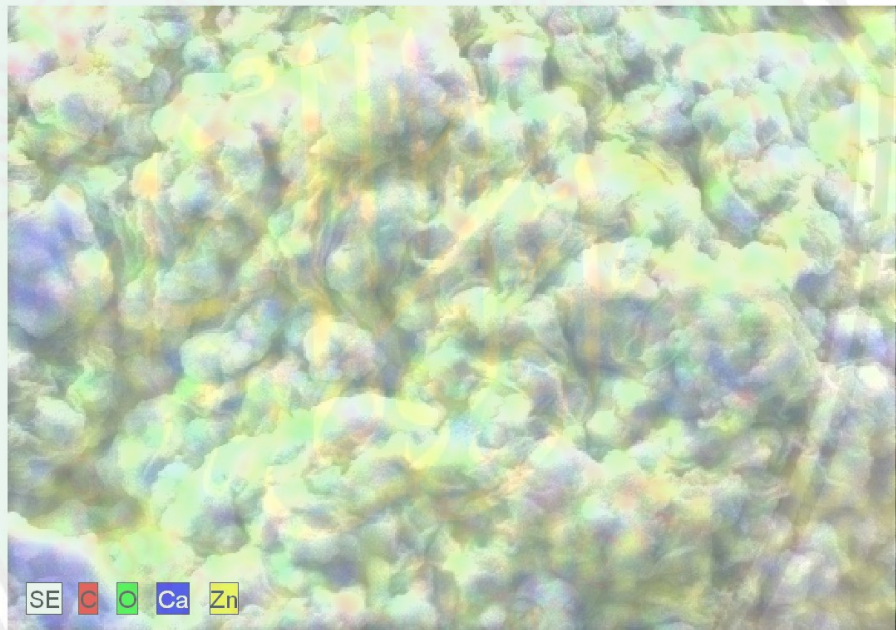
Sb 4 (2)



calibration image 4403 Date: 1/4/2017 11:30:57  
AM Image size: 512 x 384  
Mag: 3000x HV: 20.0kV

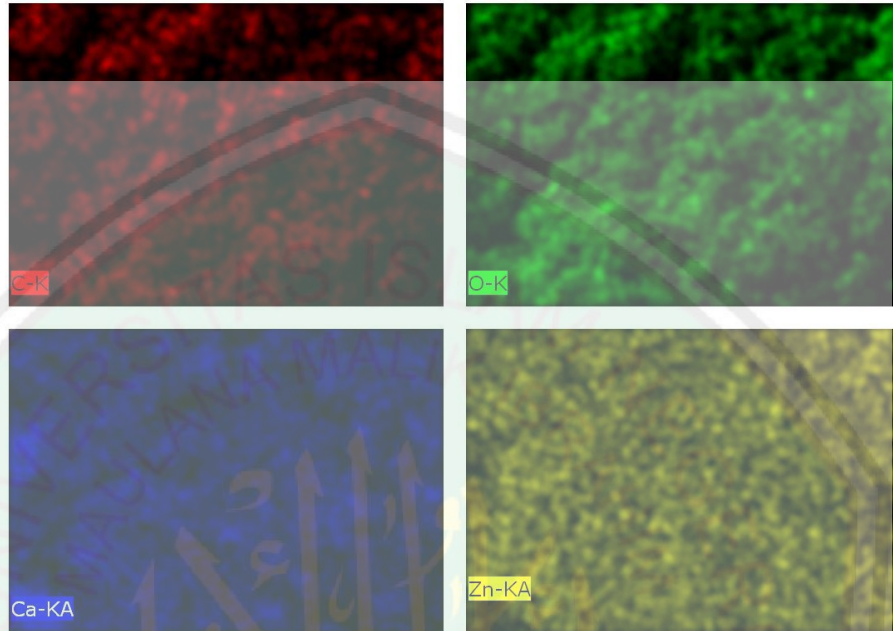
Map Date: 1/4/2017 11:33:08 AM HV: 20.0kV  
Puls th.: 5.98kcp/s

calibration image 21 3419 Date: 1/4/2017 11:33:08 AM Image size: 494 x 345  
Mag: 3000x HV: 20.0kV



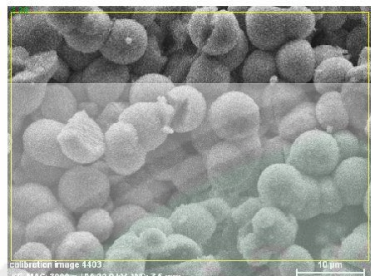
1/4/2017

2. Page

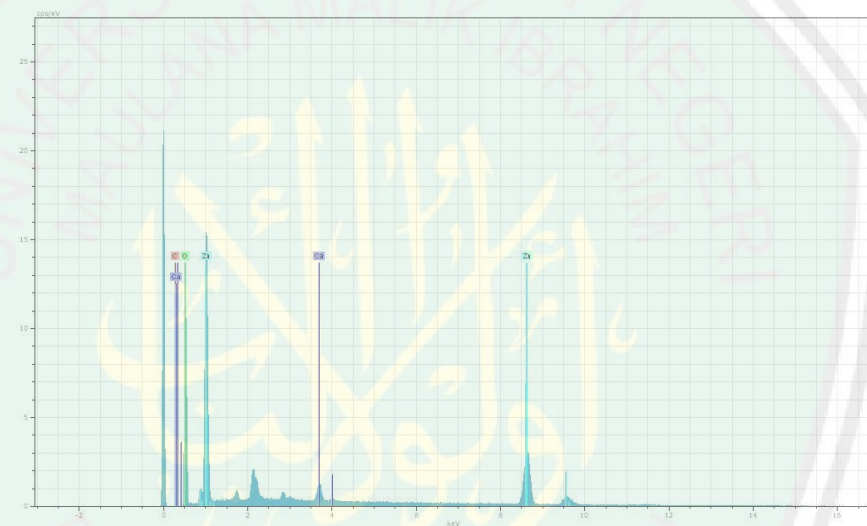


C-K, O-K, Ca-KA, Zn-KA Date: 1/4/2017 11:33:52 AM  
Image size: 494 x 345  
Mag: 3000x  
HV: 20.0kV

Sb 2 (2)



calibration image 4403 Date: 1/4/2017  
 11:35:40 AM Image size: 512 x  
 384 Mag: 3000x HV: 20.0kV



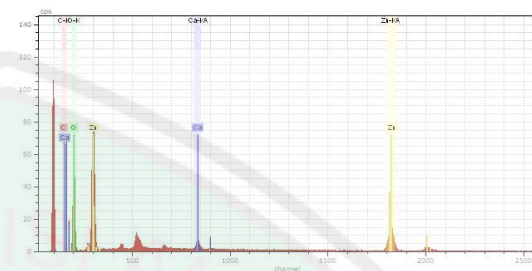
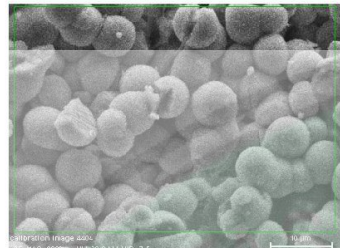
3 38 Date: 1/4/2017 11:36:10 AM HV: 20.0kV Puls th.: 5.94kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
Zn	30	K-series	40.61	48.08	18.19	1.2
O	8	K-series	37.33	44.20	68.34	4.7
C	6	K-series	5.09	6.03	12.42	0.9
Ca	20	K-series	1.43	1.70	1.05	0.1
Total:			84.46	100.00	100.00	

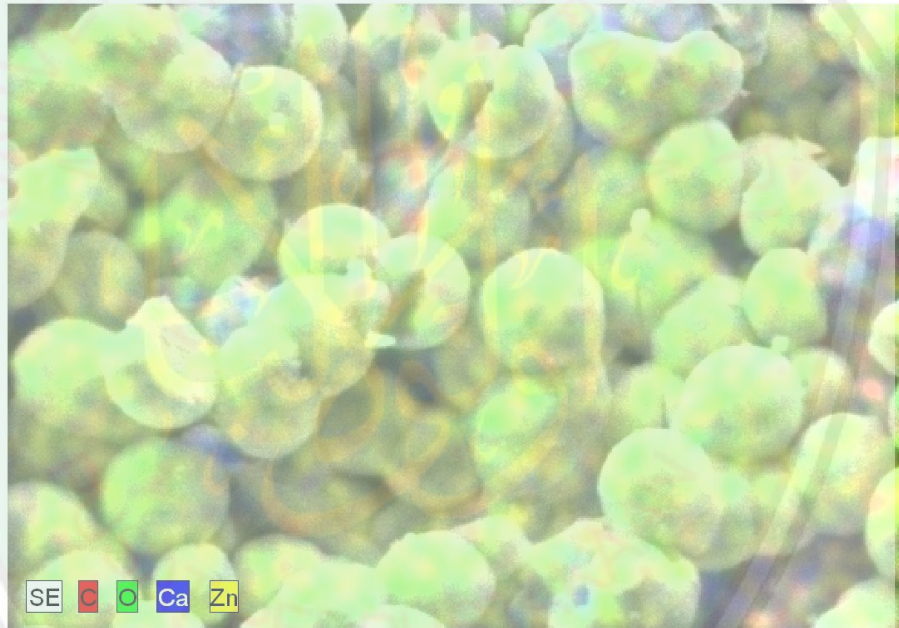
1/4/2017

4. Page

Sb 2 (2)

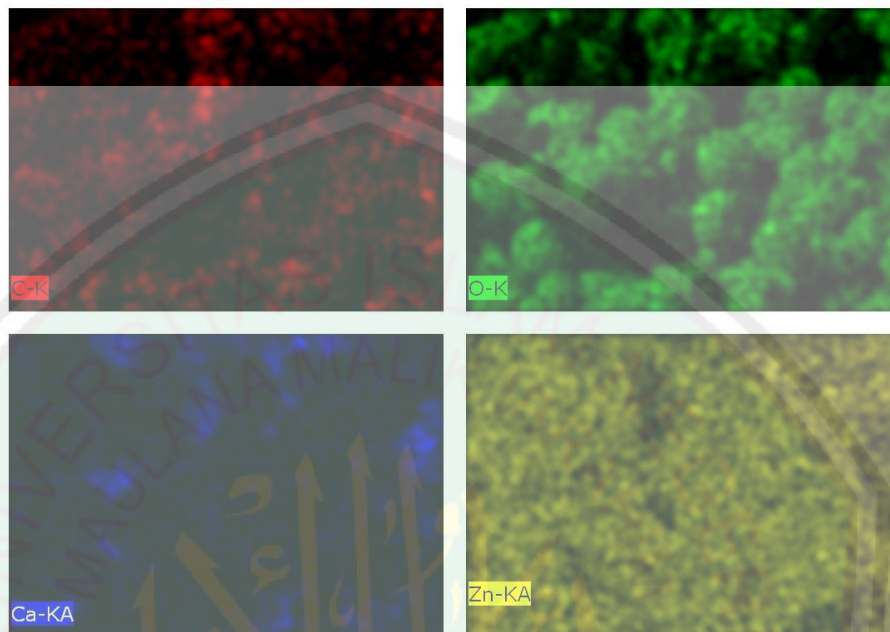


calibration image 21 3420 Date: 1/4/2017 11:37:04 AM Image size: 494 x  
 345 Mag: 3000x HV: 20.0kV



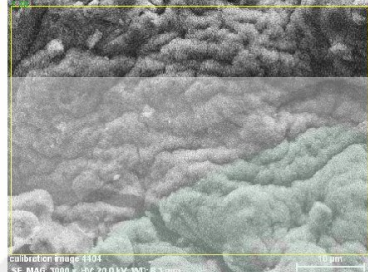
1/4/2017

5. Page

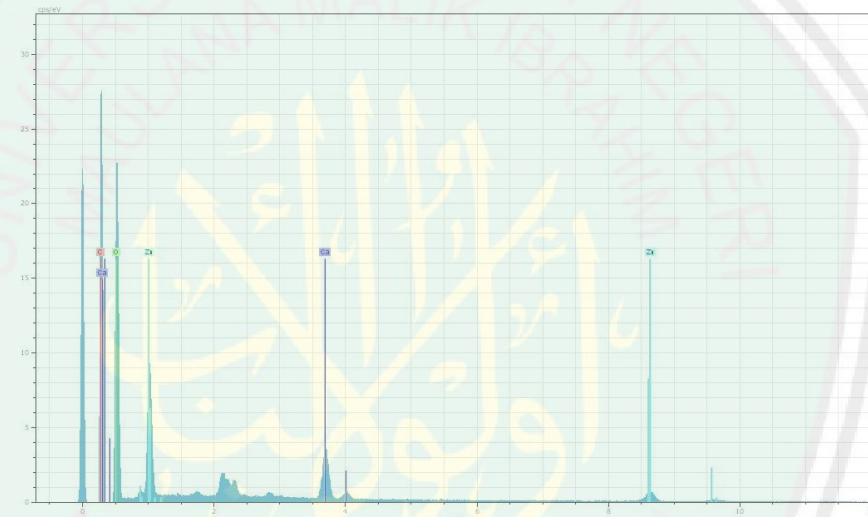


C-K, O-K, Ca-KA, Zn-KA Date:1/4/2017 11:37:47 AM  
Image size:494 x 345  
Mag:3000x  
HV:20.0kV

Sb 6 (1)



calibration image 4404  
 SE Map 200k x HV: 20.0kV-ME: 8.3mm  
 calibration image 4404 Date: 1/4/2017  
 11:51:15 AM Image size: 512 x  
 384 Mag: 3000x HV: 20.0kV



3 38 Date: 1/4/2017 11:51:43 AM HV: 20.0kV Puls th.: 6.86kcps

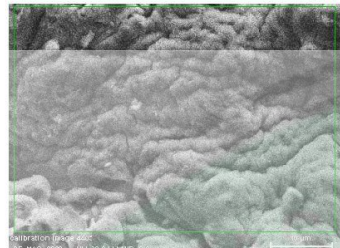
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	62.21	62.21	62.04	19.5
C	6	K-series	25.83	25.83	34.32	8.4
Zn	30	K-series	7.24	7.24	1.77	0.2
Ca	20	K-series	4.72	4.72	1.88	0.2

Total: 100.00 100.00 100.00

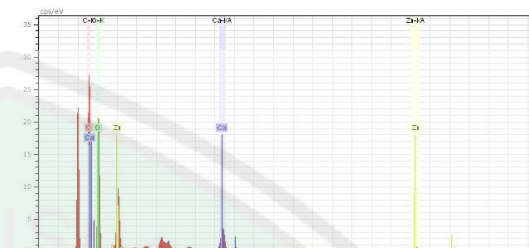
1/4/2017

7. Page

Sb 6 (1)

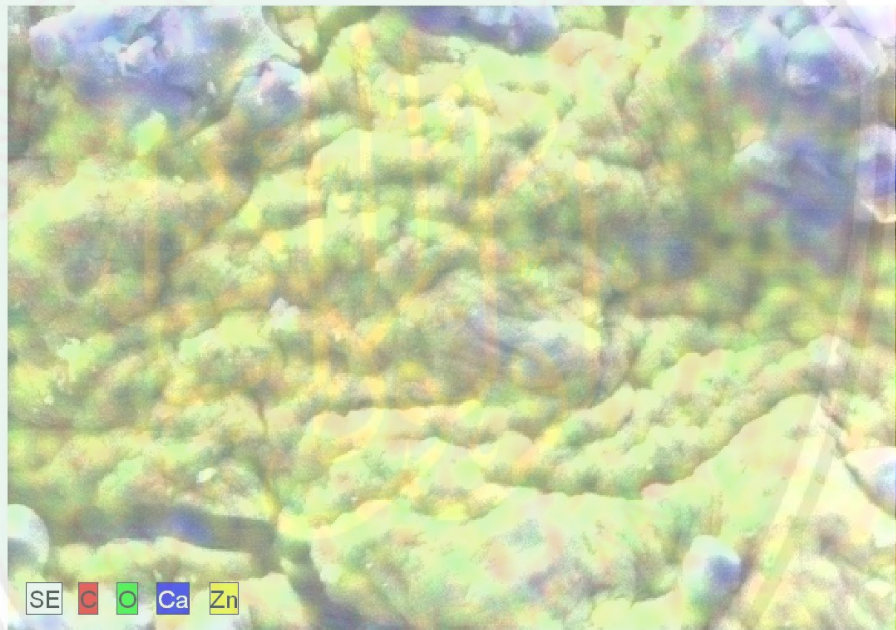


calibration image 4405 Date:1/4/2017 11:51:15  
AMImage size:512 x  
384Mag:3000xHV:20.0kV



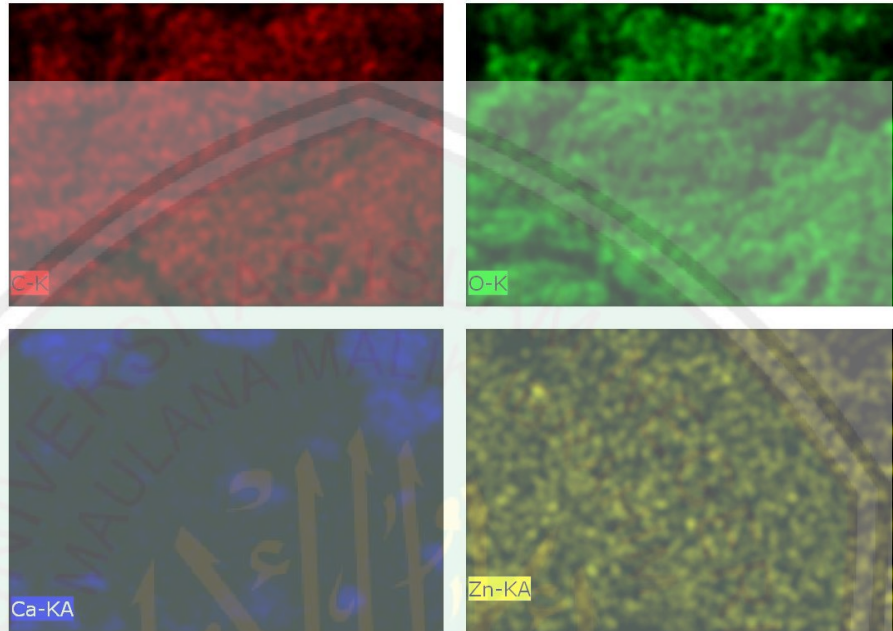
Map Date:1/4/2017 11:52:56 AM HV:20.0kV  
Puls th.:5.83kcps

calibration image 21 3421 Date:1/4/2017 11:52:56 AMImage size:494 x  
345Mag:3000xHV:20.0kV



1/4/2017

8. Page



C-K, O-K, Ca-KA, Zn-KA Date: 1/4/2017 11:53:40 AM  
Image size: 494 x 345  
Mag: 3000x  
HV: 20.0kV