

**KARAKTERISASI UKURAN DAN MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS*
DARI AMPAS TEBU DENGAN VARIASI KONSENTRASI
ALGINAT: SELULOSA**

SKRIPSI

Oleh:
FAIQOTUL HIMMAH
NIM. 12630050



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**KARAKTERISASI UKURAN DAN MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS*
DARI AMPAS TEBU DENGAN VARIASI KONSENTRASI
ALGINAT: SELULOSA**

SKRIPSI

Oleh
FAIQOTUL HIMMAH
NIM. 12630050

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
2019

**KARAKTERISASI UKURAN DAN MORFOLOGI PERMUKAAN BEADS
DARI AMPAS TEBU DENGAN VARIASI KONSENTRASI
ALGINAT: SELULOSA**

SKRIPSI

Oleh :
FAIQOTUL HIMMAH
NIM. 12630050

Telah Diperiksa dan Disetujui Untuk Diuji
Tanggal 21 Juni 2019

Pembimbing I

Pembimbing II



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



Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012

Mengetahui,
Ketua Jurusan



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

**KARAKTERISASI UKURAN DAN MORFOLOGI PERMUKAAN *BEADS*
DARI AMPAS TEBU DENGAN VARIASI KONSENTRASI
ALGINAT: SELULOSA**

SKRIPSI

Oleh :
FAIQOTUL HIMMAH
NIM. 12630050

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 21 Juni 2019

Penguji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP.19810811 200801 2 010	(.....)
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	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIP. 19851020 201903 2 012	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



Elok Kamillah Hayati, M,Si
NIP. 197900620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Faiqotul Himmah

NIM : 12630050

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Karakterisasi Ukuran dan Morfolgi Permukaan *Beads* dari Ampas Tebu dengan Variasi Kosentrasi Alginat: Selulosa

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 dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 21 Juni 2019

Yang membuat pernyataan,



Faiqotul Himmah
NIM. 12630050

MOTTO

“Sesungguhnya Allah tidak akan mengubah nasib suatu kaum, kecuali kaum itu
yang mengubahnya”

(Q.S. ar-Ra’du ayat 11)



PERSEMBAHAN

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dengan rasa syukur kepada Allah Swt penulis persembahkan skripsi ini kepada:

Ayahanda Alm. Ridwan, ibunda Siti Chalimah, serta ke empat saudara saya,

Khujjatul Ilmi, Ahmad Shofi Mubarak, Mas Udah, dan Muhammad Ikhwanus

Shofa. Lu'lu'ul Barroh yang selalu semangat mendorong penulis untuk

menyelesaikan skripsi ini.



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb.

Syukur *Alhamdulillah* penulis haturkan kehadirat Allah Swt yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“KARAKTERISASI UKURAN DAN MORFOLOGI PERMUKAAN BEADS DARI AMPAS TEBU DENGAN VARIASI KONSENTRASI ALGINAT: SELULOSA”**. 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. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag., selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Eny Yulianti, M.Si., Susi Nurul Khalifah, M.Si, selaku dosen pembimbing 1 dan pembimbing 2 yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan.
5. Rahmawati Ningsih, M.Si., Rif'atul Mahmuda, M.Si., selaku penguji utama dan konsultan yang telah memberikan pengarahan.

6. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia, terutama seluruh dosen, terima kasih atas segenap ilmu dan bimbingannya.
7. Bapak, ibu, dan adik tercinta yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu.
8. Tim *Beads* yaitu Anne, Lilis, Sindi, Cicik, Adi, dan Azizah terima kasih telah memberikan motivasi, pengetahuan, canda tawa, dan segala bentuk bantuan kepada penulis dalam penelitian ini.
9. 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, 23 Mei 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المستخلص	xvii
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Batang Ampas Tebu sebagai Sumber Biopolimer	7
2.2 Selulosa	7
2.3 Ekstraksi dan Hidrolisis Selulosa dari Ampas Tebu	8
2.4 Pembuatan Selulosa Xantat	11
2.5 Metode Pembuatan Komposit Beads Alginat-Selulosa	12
2.6 Karakterisasi	15
2.6.1 Karakterisasi Ukuran <i>Beads</i> Menggunakan Mikroskop Optik	15
2.6.2 Karakterisasi Bentuk Permukaan <i>Beads</i> Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy</i> <i>Dispersion X-ray (SEM-EDX)</i>	16
2.7 Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Perspektif Islam	18

BAB III METODOLOGI

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	21
3.4 Tahapan Penelitian	21
3.5 Pelaksanaan Penelitian	22
3.5.1 Preparasi Sampel	22
3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Ampas Tebu	22
3.5.3 Pembuatan <i>Beads</i> dengan Variasi Komposisi Alginat:Selulosa Xantat	22
3.5.4 Karakterisasi	23
3.6 Analisis data	25

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengamatan Daya Swelling, Bentuk dan Ukuran Mikropartikel	26
4.2 Karakterisasi FTIR	31
4.3 Karakterisasi SEM-EDX	32
4.4 Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Perspektif Islam	35

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37

DAFTAR PUSTAKA	38
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN	43
-----------------------	-----------

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Molekul Selulosa (Wibisono, 2011)	8
Gambar 2.2 Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH (Safaria, 2013)	9
Gambar 2.3 Mekanisme reaksi hidrolisis asam pada selulosa (Fengel dan Weigener, 1995)	11
Gambar 2.4 Reaksi pembentukan selulosa xantat (Homagai, 2010)	12
Gambar 2.5 (a) Reaksi ikat silang antara alginat dengan ion zink, (b) interaksi antara rantai selulosa xantat dan alginat yang beteaksi dengan ion zink (Wang, dkk., 2016)	14
Gambar 2.6 Hasil SEM selulosa beads variasi CaCO ₃ a) 0,5 CaCO ₃ /alginat (w/w); b) 1 CaCO ₃ /alginat (w/w) (Choi., et al, 2002)	17
Gambar 2.7 Hasil SEM beads dengan CaCO ₃ 2gr dengan perbesaran (a)30.00K x (b) 10.00K x (c) 5.00K x dan (d) 3.00K x	17
Gambar 2.8 Hasil SEM-EDX beads dengan variasi porogen (a) CaCO ₃ 2 gr (b) CaCO ₃ 4 gr (c) CaCO ₃ 6 gr	18
Gambar 4.1 Hasil mikroskop optik antar variasi beads alginat: selulosa Basah	29
Gambar 4.2 Spektra IR selulosa xantat dan beads 2:0, 2:2, dan 2:6 (Puspitasari, S. 2017)	31
Gambar 4.3 SEM (a) Beads alginat:selulosa komposisi (2:0) perbesaran 15000x, (b) komposisi (2:0) perbesaran 30000x, (c) komposisi (2:2) perbesaran 15000x, (d) komposisi (2:2) perbesaran 30000x, (e) komposisi (2:6) perbesaran 15000x, (f) komposisi (2:2) perbesaran 30000x	33

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Hasil Mikroskop Optik <i>Beads</i> Alginat: Selulosa Kering	26
Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Diameter Rata-rata <i>Beads</i> Alginat: Selulosa Kering	27
Tabel 4.3 Hasil Uji Daya <i>Swelling</i> (Puspitasari, S. 2017)	28
Tabel 4.4 Hasil Pengukuran Diameter Rata-rata <i>Beads</i> Alginat: Selulosa Basah	29
Tabel 4.5 Data Bilangan Gelombang (cm^{-1}) Spektrum IR Selulosa Xantat dan <i>Beads</i> Alginat: Selulosa	32
Tabel 4.6 Berat Porsen dari Masing Masing Unsur <i>Beads</i> yang Terbentuk	35

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian	43
Lampiran 2 Diagram Alir	44
Lampiran 3 Preparasi Larutan	48
Lampiran 4 Hasil FTIR	52
Lampiran 5 Hasil SEM-EDX	54



ABSTRAK

Himmah, Faiqotul. 2019. **KARAKTERISASI UKURAN DAN MORFOLOGI PERMUKAAN BEADS DARI AMPAS TEBU DENGAN VARIASI KONSENTRASI ALGINAT: SELULOSA**. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing II: Susi Nurul Khalifah, M.Si; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si.

Kata Kunci: Ampas Tebu, Alginat, Selulosa, *Beads*, SEM-EDX

Pemanfaatan selulosa dari limbah ampas tebu untuk pembuatan beads alginat: selulosa diharapkan dapat meningkatkan nilai mutu dari limbah pertanian maupun industri. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi komposisi alginat: selulosa terhadap karakterisasi ukuran *beads* dan pengaruhnya terhadap morfologi permukaan *beads*, serta mengetahui komposisi alginat: selulosa xantat terbaik dalam pembuatan *beads*. Komposit *beads* alginat: selulosa xantat dibuat dengan variasi komposisi 2:0, 2:2, dan 2:6. *Beads* yang terbentuk kemudian dianalisis menggunakan mikroskop optik dan diukur diameter antar *beads* menggunakan aplikasi *image-j*. Morfologi sampel dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX.

Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa penambahan jumlah selulosa pada pembuatan *beads* berpengaruh terhadap daya *sweeling* dan diameter *beads*. Ukuran diameter terbaik berdasarkan pengukuran setelah uji *sweeling* diperoleh dari variasi alginat: selulosa 2:6, yakni sebesar 2,1mm. Hasil analisis morfologi permukaan *beads* menggunakan SEM-EDX juga menunjukkan pola *beads* berpori dan diperoleh hasil terbaik pada variasi komposisi alginat: selulosa 2:6 dengan nilai Zn sebesar 33,14%, yang berarti memiliki daya adsorpsi lebih besar dibandingkan dengan variasi komposisi lainnya.

ABSTRACT

Himmah, Faiqotul. 2019. **CHARACTERIZATION SIZE AND MORPHOLOGY OF BEADS SURFACE FROM SUGARCANE PULP WITH CONCENTRATION VARIATION ALGINATE: CELLULOSE**. Advisor I: Eny Yulianti, M.Sc; Advisor II: Susi Nurul Kholifah, M.Sc; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Sc.

Keywords: Sugarcane pulp, Alginate, Cellulose, Beads, SEM-EDX.

The use of cellulose from sugarcane pulp for the manufacture of alginate: cellulose beads is expected to increase the quality value of agricultural and industrial waste. The aim of this research was to determine the effect of variations in the composition of alginate: cellulose on the characterization of beads size and its effect on the surface morphology of the beads, as well as knowing the composition of alginate: cellulose xanthate best in making beads. Composite beads alginate: cellulose xanthate made with variations in composition 2: 0, 2: 2, and 2: 6. The beads formed were then analyzed using an optical microscope and measured between beads using an *image-j* application. The morphology of the sample was characterized using SEM-EDX.

The results of characterization showed that the addition of the number of cellulose in the making of beads affected the sweeping power and the diameter of the beads. The best diameter size based on measurements after the swelling test was obtained from variations of alginate: 2: 6 cellulose, which is equal to 2.1mm. The results of the analysis of beads surface morphology using SEM-EDX also showed a pattern of porous beads and obtained the best results on variations in the composition of alginate: 2: 6 cellulose with Zn values of 33.14%, which means that it has greater adsorption power than other composition variations.

المستخلص

الهمة، فائقة ٩١٠٢. وصف الحجم ومورفولوجية لسطح الخرز من راسب قصب السكر بنثرات تركيز ألجينات: سلولوز. المشرفة ١: إنني يوليانتني، الماجستير؛ المشرفة ٢: سوسي نور الخليفة، الماجستير؛ المستشار: رفعة المحودة، الماجستير

الكلمات الأساسية: راسب قصب السكر، ألجينات، سلولوز، خزر، SEM-EDX

يرجى من استيعاب السلولوز من راسب قصب السكر لصناعة الخرز ألجينات: سلولوز وجود ترقية جودة الراسب الزراعي والاصطناعي. يهدف هذا البحث إلى معرفة تأثير بنثرات تركيز ألجينات: سلولوز إلى وصف حجم الخرز وأثره إلى ومورفولوجية سطح الخرز، ومعرفة مكونات ألجينات: سلولوز زانثات الأفضل في صناعة الخرز. يتم تشكيل مركب الخرز من ألجينات: سلولوز زانثات بنثرات المكونات ٠:٢، ٢:٢، و ٦:٢. ويتم تحليل الخرز باستخدام الميكروسكوب البصري ويقاس القطر بين الأخرار باستخدام تطبيق *image-j*. ويتم مورفولوجية العينات باستخدام SEM-EDX وتحليل البيانات.

فنتائج الوصف تدل على أن إضافة عدد السلولوز في صناعة الخرز تؤثر قوة التضخم والقطر من الخرز. فأفضل حجم القطر المناسب على القياس بعد اختبار التضخم يكتسب نثرات تركيز ألجينات: سلولوز ٦:٢ بقدر ١،٢ ميلي متر. ونتيجة التحليل المورفولوجي من سطيحة الخرز باستخدام SEM-EDX تدل على نمط الخرز ذي السم ويكتسب أفضل النتيجة من نثرات تركيز ألجينات: سلولوز ٦:٢ بقيمة Zn بدرجة ٤١،٣٣ في المائة بمعنى أن قوة الامتزاز أكبر من نثرات أخرى.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tanaman tebu merupakan sumber gula utama yang menjadi salah satu kebutuhan pokok bagi rakyat Indonesia. Selain menghasilkan produk utama berupa gula, tanaman tebu juga menghasilkan produk samping berupa ampas tebu yang cukup tinggi. Direktorat Jenderal perkebunan (2009), melaporkan bahwa produksi tebu di Indonesia yang mencapai total 33 juta ton/tahunnya menghasilkan kurang lebih 10 juta ton limbah ampas tebu/tahun. Potensi limbah ampas tebu umumnya dimanfaatkan untuk bahan bakar *boiler* di pabrik gula, sumber energi listrik, pakan ternak, pulp dan sebagai bahan baku pembuatan kompos (Ariningsih, 2014). Menurut Hermiati, dkk, (2010) ampas tebu mengandung 3,1% air, 20,0% hemiselulosa, 24,2% lignin dan 52,7% selulosa. Besarnya persentase kandungan selulosa pada ampas tebu dapat menjadi alternatif dalam pemanfaatan ampas tebu sebagai sumber selulosa yang dapat digunakan dalam pembuatan *beads* ataupun obat-obatan dibidang farmasi, sehingga lebih bernilai ekonomis sekaligus menjadi upaya penanggulangan limbah padat industri maupun pertanian. Hal ini telah disebutkan dalam Al Quran Surat Ali Imran/3 : 191.

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَمَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا
مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا 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/3: 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, mencerminkan suatu bentuk perenungan dalam mempelajari tentang pengolahan limbah yang sering dianggap kurang bermanfaat menjadi bahan utama berupa selulosa pada pembuatan *beads* selulosa-alginat yang dapat dimanfaatkan dalam enkapsulasi obat.

Selulosa merupakan salah satu polimer yang ketersediaannya melimpah di alam. Keberadaan selulosa dapat mencapai milyaran ton untuk setiap tahunnya (Klemm, 1998). Umumnya, pemanfaatan selulosa dapat dimanfaatkan dalam berbagai produk, diantaranya sebagai salah satu komposisi utama dalam pembuatan *beads* sebagai *delivery drug*, adsorben, dan media tanam. Menurut Ganstrom (2009), turunan selulosa dapat berupa selulosa asetat, selulosa xantat, ataupun CMC (*carboximethyl cellulose*). Jika turunan selulosa tersebut dibandingkan, pembentukan selulosa xantat lebih mudah dari pada selulosa asetat ataupun CMC, karena proses pembuatannya secara langsung tanpa harus diisolasi dari campuran terlebih dahulu (Gericke, dkk, 2013). 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).

Suvachittanont dan Pookingdao (2013) menyatakan bahwa keunggulan dari pembuatan *beads* diantaranya memiliki distribusi ukuran partikel yang seragam, struktur yang sangat berpori dengan luas permukaan yang tinggi, memiliki reaktivitas kimia, dan kekuatan mekanik yang tinggi. Menurut Sonmez, dkk (2016), daya adsorpsi *beads* dapat dipengaruhi oleh komposisi selulosa dalam pembuatan komposit *beads* alginat-selulosa. Peningkatan daya adsorpsi tersebut, meningkat sebesar 68% menjadi 80% dengan komposisi selulosa sebesar 10 % dan 25 %, sedangkan *beads* alginat tanpa selulosa hanya dapat mengadsorpsi sebesar 19 %.

Puspitasari (2017), menggunakan komposisi alginat : selulosa 2:0; 2:2, 2:6, 2:16, dan 2:30 dengan menggunakan larutan viskosa terbaik (NaOH 6%) dan CaCO₃ sebagai agen pembentuk pori. *Beads* dengan komposisi 2:16 dan 2:30 tidak dapat terbentuk *beads*, sedangkan pada komposisi alginat: selulosa 2:0; 2:2, dan 2:6 terbentuk *beads* dengan nilai daya *swelling* tertinggi pada komposisi 2:6 pada perendaman 24 jam. Hal tersebut terjadi karena adanya pengaruh interaksi pada matrik polimer, pengaruh ukuran partikel, dan kehomogenan partikel akibat penambahan jumlah selulosa xantat yang menjadikan berat molekul meningkat sehingga titik lelehnya juga ikut meningkat dan sulit terbentuk *Beads* .

Kemampuan adsorpsi dapat ditingkatkan dengan penambahan agen pembentuk pori (porogen). Menurut Chao, dkk, (2006) dan Zhou, dkk, (2008), porogen yang dapat digunakan diantaranya adalah NaCl, KCl, NaHCO₃, Na₂SO₄, dan K₂HPO₄. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Choi, dkk (2002),

penambahan porogen CaCO_3 pada proses pembuatan *beads*, menghasilkan produk yang lebih halus serta kekuatan mekanik yang tinggi dibandingkan dengan penambahan porogen NaHCO_3 .

Pembentukan *beads* dapat menggunakan beberapa metode, diantaranya yaitu pemisahan fase koaservasi, semprot kering dan pengeringan beku, suspensi udara, metode penguapan pelarut, dan metode *gelasi ionik* (Swarbick dan Boylan, 1995). Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah *gelasi ionik* yang dinilai sebagai metode paling sederhana, murah, dan mudah dikontrol. Menurut Swarbick (2007), metode gelasi ionik melibatkan pembentukan ikatan saling silang antara polielektrolit dengan ion multivalennya untuk memperkuat kekuatan mekanis dari partikel yang terbentuk. Agen penaut silang atau *crosslinking agent* dapat berupa ion divalen, diantaranya yaitu Ca^{2+} dan Zn^{2+} .

Menurut Ayuningtyas (2012), larutan zink asetat 10 % yang digunakan dapat dihasilkan *beads* yang bulat, lebih keras, dan tidak lengket. Hal ini dikarenakan semakin banyak jumlah zink yang terikat pada polimer, maka semakin besar tautan silang yang terjadi dalam bentuk *beads* semakin bulat. Penaut silang dapat berpengaruh terhadap daya adsorpsi. Menurut Sonmez, dkk (2016), daya adsorpsi pada zink asetat lebih besar dibandingkan kalsium klorida, yaitu sebesar 80 %, sedangkan pada Ca^{2+} hanya sebesar 14 % pada adsorpsi logam berat. Hal ini dipengaruhi oleh lebih besarnya ke elektronegatifan Zn^{2+} dibandingkan dengan Ca^{2+} .

Berdasarkan latar belakang di atas, maka perlu dilakukan pengembangan analisis ukuran *beads* dan analisis morfologi lebih lanjut pada hasil sintesis *beads* alginate-selulosa dengan variasi komposisi 2:0, 2:2, dan 2:6 untuk mengetahui

karakterisasi ukuran dan daya adsorpsi terbaik pada *beads* yang terbentuk. Selanjutnya untuk analisis ukuran *Beads* dilakukan dengan pengamatan menggunakan mikroskop optic dan kemudian dilakukan karakterisasi morfologi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscopy Dispersion X-ray* (SEM-EDX).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, dapat dirumuskan permasalahan yaitu, bagaimana pengaruh variasi komposisi alginat: selulosa terhadap ukuran, morfologi dan komposisi *beads*?

1.3 Tujuan

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh variasi komposisi alginat: selulosa terhadap karakterisasi ukuran, morfologi dan komposisi *beads*.

1.4 Batasan Masalah

Penelitian ini dibatasi dengan:

1. Ampas tebu yang digunakan adalah ampas tebu yang berasal dari Turen, Malang.
2. Komposisi alginat: selulosa yang digunakan adalah 2:0, 2:2, dan 2:6.
3. Variasi porogen CaCO_3 yang digunakan adalah 2 gram
4. Agen *crosslinking* berupa zink asetat ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$) 5%.

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini, diharapkan:

1. Meminimalisir dampak pembuangan limbah ampas tebu.
2. Meningkatkan nilai ekonomi limbah pertanian dan industri berupa ampas tebu.
3. Memberikan informasi lebih lanjut mengenai pengaruh komposisi *beads* alginate: selulosa terhadap efisiensi penyerapan senyawa dalam mikrokapsul (daya *swelling*) dilihat dari morfologi permukaan pori yang terbentuk.



BAB II

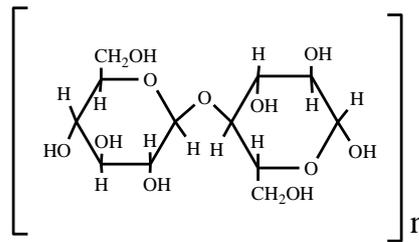
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Batang Ampas Tebu sebagai Sumber Biopolimer

Biopolimer atau polimer alam merupakan salah satu dari macam polimer, molekul besar yang tersusun atas monomer-monomer yang terhubung antar satu sama lain yang terdapat pada makhluk hidup (Suyanto, 2015). Salah satu sumber biopolimer adalah ampas tebu, yaitu limbah padat yang berasal dari limbah pertanian dan industry gula. Ampas tebu mengandung air 3,1%, hemiselulosa 20,0%, lignin 24,2%, dan selulosa 52,7% (Hermiati, dkk., 2010). Tingginya kadar selulosa yang dimiliki ampas tebu, dengan jumlah ampas tebu yang terus meningkat tersebut sangat berpotensi dalam pemanfaatan lebih lanjut.

2.2 Selulosa

Selulosa merupakan biopolimer yang diperoleh dalam dinding sel tanaman. Polimer ini tersusun atas glukosa dengan ikatan β -1,4 glukosida dalam rantai lurus, tidak bercabang, bersifat sedikit kaku. Rantai panjang selulosa dihubungkan oleh ikatan hidrogen secara kuat membentuk mikrofibril. Kekuatan ini menyebabkan, mikrofibril yang berikatan menjadi matriks karbohidrat dan bekerjasama dalam meningkatkan kekakuan dinding sel tumbuhan (Perez dkk. 2002). Rumus molekul selulosa adalah $(C_6H_{10}O_5)_n$, dimana n merupakan jenis unit ulang dari senyawa tersebut. Struktur molekul selulosa dapat ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur Molekul Selulosa (Wibisono, 2011)

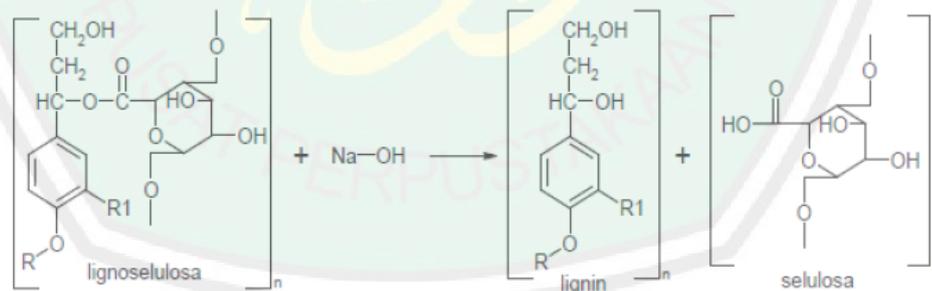
Secara kimia, selulosa memiliki kelarutan dalam air yang tinggi. Besarnya tingkat kelarutan selulosa dalam air disebabkan karena banyaknya kandungan gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air. Akan tetapi, pada kenyataannya selulosa tidak larut dalam air dan juga dalam pelarut organik 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*).

2.3 Ekstraksi dan Hidrolisis Selulosa dari Ampas Tebu

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 dengan lingo-selulosa disebut delignifikasi.

Proses pemisahan selulosa dari senyawa lainnya dapat menggunakan pelarut seperti, NH_4OH , KOH , dan NaOH (Rika, 2012). Menurut Sun, *dkk.* (2004), digunakannya pelarut alkali NaOH dapat melarutkan lignin sekaligus hemiselulosa. Larutan alkali NaOH pada polimer tersebut akan mendegradasi lignin akibat transfer ion hidrogen dari gugus hidroksil pada lignin ke ion hidroksil NaOH . Berikut reaksi degradasi lignin dengan pelarut NaOH , ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH (Safaria, 2013)

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-

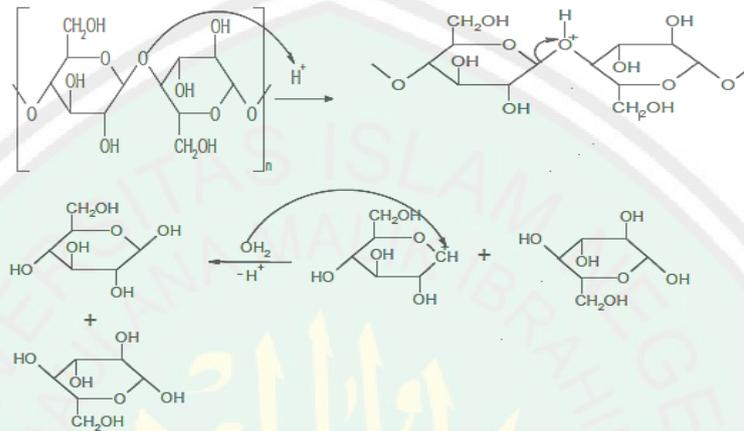
karbohidrat. Ikatan ester pada kompleks lignoselulosa bersifat lemah akibat basa NaOH, dimana ion OH^- akan memutuskan ikatan ester, sedangkan ion Na^+ berikatan dengan gugus fenolik yang terputus, membentuk garam sehingga mudah larut dalam air dan lignin ikut larut.

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 (NaClO_2), kaporit (CaOCl_2), natrium peroksida (Na_2O_2), dan HCl.

Menurut Putra (2012), zat pemutih NaClO_2 pada ekstraksi enceng gondok memiliki kemampuan *bleaching* yang lebih efektif dibandingkan H_2O_2 dan HCl, yaitu dapat melarutkan kadar hemiselulosa sebesar 0,113 %. Pada H_2O_2 dapat melarutkan hemiselulosa sebesar 0,062 % dan pada HCl 0,087 %. Kelarutan hemiselulosa, klorinat, dan lignin akan meningkatkan tingkat *brightness* pada sampel yang dihasilkan, sehingga digunakan agen *bleaching* 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 mikrokrisalin. Larutan asam yang digunakan dalam hidrolisis adalah asam klorida (HCl), asam sulfat (H_2SO_4), asam nitrat (HNO_3), dan asam perklorat (HClO_4). 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_2SO_4 dan HNO_3 . 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 2.3.



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi hidrolisis asam pada selulosa (Fengel dan Weigener, 1995)

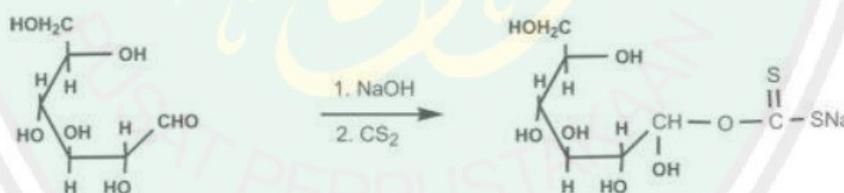
2.4 Pembuatan Selulosa Xantat

Pembuatan komposit *beads* selulosa telah banyak dilakukan, seperti penggunaan selulosa dengan senyawa turunannya. Menurut Zugeinmer (2008) selulosa yang kebanyakan digunakan dalam pembuatan *beads* adalah xantat, *carboxymethyl cellulose*, selulosa asetat, dan selulosa nitrat. Menurut Gericke, dkk. (2013), rute pembuatan selulosa xantat lebih cepat karena reaksi tidak mengalami isolasi. Selulosa xantat juga memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dan tidak mudah terbakar. Menurut Kim, dkk (2006), modifikasi xantatasi dalam aplikasi sebagai adsorben memiliki kestabilan yang tinggi dalam menjerap logam karena afinitas dan kapasitas adsorpsinya yang tinggi, sehingga, selulosa yang digunakan pada penelitian ini berupa selulosa xantat. Menurut Swatloski, dkk.,

(2002) selulosa xantat diproduksi dengan mereaksikan antara selulosa alami dan natrium karbon disulfida (CS_2Na) menggunakan pelarut NaOH. Dalam penelitian Haroen dan Wintara (2008), ekstraksi selulosa dari serbuk kayu dengan menggunakan NaOH 8 %, dihasilkan viskositas sebesar 0,006-0,01. Menurut Wang, *dkk.* (2013), regenerasi selulosa yang didapatkan dari penggunaan pelarut NaOH 6% dihasilkan viskositas sebesar 2,3-2,5 Pa.s. selain itu, penelitian Puspitasari (2017), juga menunjukkan bahwa digunakannya pelarut NaOH 6 % didapatkan viskositas sebesar 0,024 Pa.s. Reaksi antara monomer selulosa (glukosa) dengan NaOH adalah sebagai berikut.



Gugus hidroksil (-OH) akan dicerna dalam larutan NaOH pekat untuk mengubah gugus -OH menjadi gugus ionik $-\text{O}^-\text{Na}^+$, kemudian direaksikan dengan karbon disulfida (CS_2) untuk membentuk senyawa xantat. Berikut hasil reaksi pembentukan senyawa xantat.



Gambar 2.4 Reaksi pembentukan selulosa xantat (Homagai, 2010)

2.5 Metode Pembuatan Komposit *Beads* Alginat-Selulosa

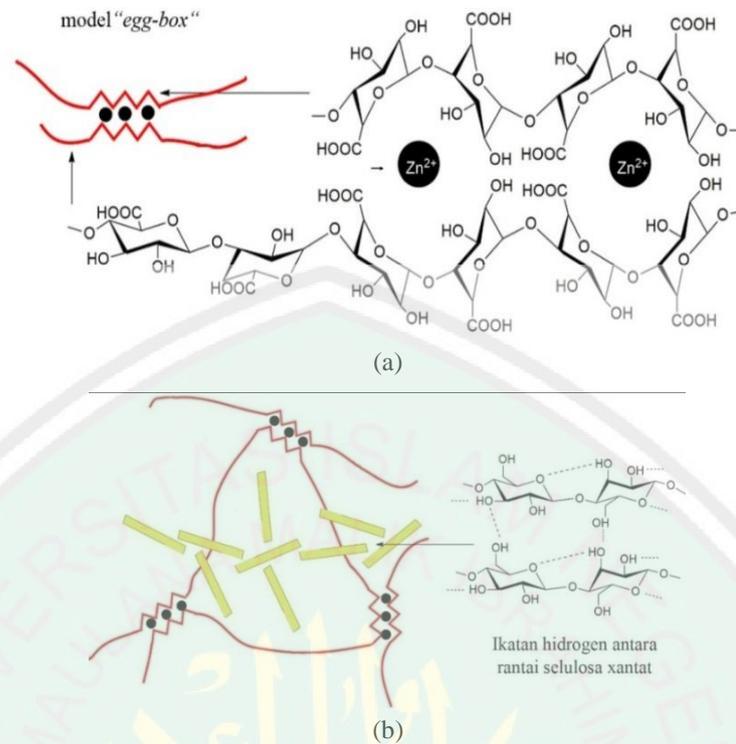
Menurut Ayuningtyas (2012), pemilihan metode pembuatan *beads* didasarkan pada ukuran partikel yang diinginkan, kestabilan kimia dan panas terhadap zat aktif, dan kestabilan hasil produk akhir. Jenis pembuatan *beads* dapat dilakukan melalui beberapa metode, yaitu pemisahan fase koaservasi, semprot

kering dan pengeringan beku, suspensi udara, metode penguapan pelarut, dan metode gelasi ionik (Swarbick dan Boylan, 1995).

Metode gelasi ionik merupakan penggabungan ikatan silang rantai-rantai polimer dengan adanya ikatan ion yang berlawanan membentuk jaringan tiga dimensi yang kaku (hidrogel) (Patil, *dkk.*, 2010 dan Ferdiaz, 1989). Metode gelasi ionik dinilai paling sederhana, murah, serta tidak membutuhkan perancangan alat dan teknik yang rumit (Swarbick, 2002). Pembuatan *beads* dengan metode gelasi ionik, polisakarida dilarutkan pada pelarut dan diteteskan dalam larutan penaut silang (agen *crosslink*) dengan pengadukan konstan hingga terbentuk *hydrogel*, dan pada umumnya metode gelasi ionik pada pembuatan *beads* menggunakan teknik *dropping*.

Menurut Stevens (2007), ada 2 macam pembentukan ikatan silang, yaitu ikatan silang secara fisika dan kimia. Secara kimia, ikatan silang terjadi melalui ikatan kovalen ataupun ionik. Ikatan silang (*crosslink*) sangat berpengaruh terhadap derajat pengembangan (*swelling*), yang disebabkan karena adanya pelarut. Tingkat pengembangan bergantung pada tingkat pengikatan silang dan afinitas antara pelarut dengan polimer.

Secara fisika, ikatan silang labil secara termal, yaitu ikatan yang putus oleh pemanasan dan mengikat kembali setelah pendinginan. Menurut Racovita (2009), agen *cross-link* yang dapat digunakan dalam metode gelasi ionik, adalah CaCl_2 , BaCl_2 , MgCl_2 , zink asetat, pirofosfat, tripolyfosfat, dan tetrapolyfosfat. Menurut Lin, *dkk.* (2012), pada tautan silang zink asetat, terbentuk gugus $-\text{COO}-$ alginat dan $-\text{CO}-$ selulosa yang bermuatan negatif dengan ion positif Zn^{2+} membentuk model “*egg box*”.



Gambar 2.5 (a) Reaksi ikat silang antara alginat dengan ion zink, (b) interaksi antara rantai selulosa xantat dan alginat yang beteaksi dengan ion zink (Wang, *dkk.*, 2016)

Besar konsentrasi larutan *crosslink* juga dapat mempengaruhi dalam pembentukan *beads*. Menurut Ayuningtyas (2012), digunakannya larutan *crosslink* zink asetat 3%, 5%, dan 10%. Penggunaan larutan zink asetat 3% menunjukkan hasil *beads* dengan bentuk pipih, tidak bulat, dan saling menempel antar *beads*. Hasil penggunaan larutan zink asetat 5% dan 10%, menunjukkan bentuk bulat, akan tetapi jika dibandingkan dari keduanya, *beads* dengan penambahan zink asetat 10% menunjukkan hasil yang lebih bulat dan lebih kaku, serta *beads* tidak lengket.

Kemampuan *beads* dalam menyerap senyawa dapat ditingkatkan dengan penambahan agen pembentuk pori atau disebut dengan porogen. Menurut Chao, *dkk.* (2006) dan Zhou, *dkk.* (2008), jenis porogen yang dapat digunakan, adalah

KCl, NaCl, Na₂SO₄, NaHCO₃, dan K₂HPO₄. Menurut Choi, *dkk.* (2002), digunakkannya porogen NaHCO₃ dan CaCO₃ pada pembuatan *beads* dihasilkan pori yang lebih besar pada porogen NaHCO₃ dari pada penggunaan porogen CaCO₃. Penelitian Zhou, *dkk.* (2008) juga menunjukkan bahwa pada penggunaan variasi porogen NaHCO₃ dengan NaCl, memiliki pori yang lebih besar dari pada NaCl. Menurut Okay, *dkk.* (2000), faktor yang dapat mempengaruhi sifat polimer adalah berat molekul. Semakin kecil berat molekul, pori yang dihasilkan semakin kecil pula, sehingga dapat dihasilkan luas permukaan yang besar. Besarnya luas permukaan dapat mempengaruhi tingkat daya adsorpsi yang semakin besar pula.

2.6 Karakterisasi

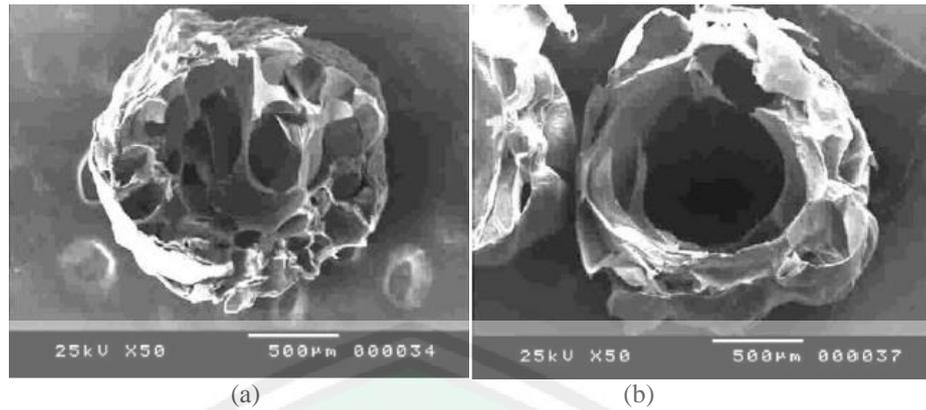
2.6.1 Karakterisasi Ukuran *Beads* Menggunakan Mikroskop Optik

Penentuan konsentrasi terbaik dari *beads* berdasarkan nilai daya *swelling* dan porositas. Daya *swelling* yang didapat didukung dengan diameter dan luas area *beads*. Utama, D. A., Hendradi, E., Hariyadi, D. M (2013) menyatakan bahwa distribusi ukuran partikel dapat dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Mikrosfer yang akan diamati diletakkan di atas objek glass dan mencari partikel yang diinginkan pada objek. Pengukuran partikel bisa menggunakan program Axiovision LE Rel 4.4 yang selanjutnya dapat menentukan harga diameter rata-rata dan dibuat kurva distribusi ukuran partikelnya. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Azizah, N. W. (2018) foto yang dihasilkan dari mikroskop optik dengan perbesaran yang diinginkan diolah menggunakan aplikasi image-J untuk mendapatkan diameter rata-rata dan dibuat kurva distribusi partikelnya.

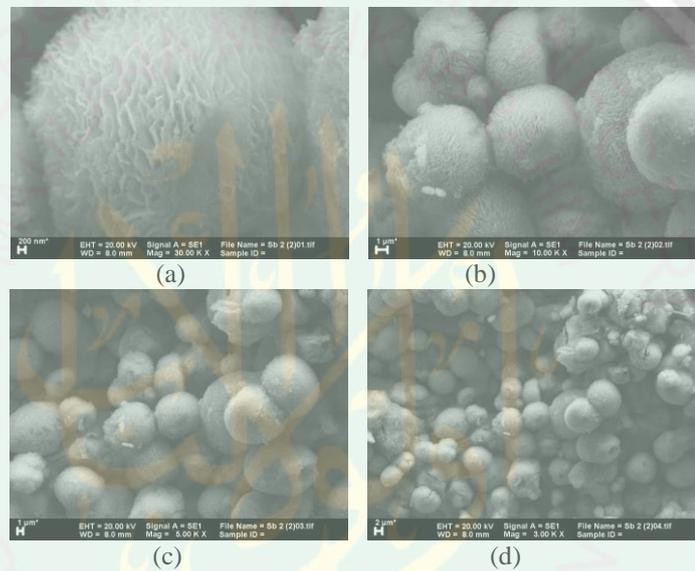
2.6.2 Karakterisasi Bentuk Permukaan *Beads* Menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersion X-ray (SEM-EDX)*

Mikroskop electron adalah sebuah mikroskop yang dapat melakukan pembesaran objek sampai 2 juta kali. Mikroskop ini menggunakan elektrostatik dan elektromagnetik untuk mengontrol pencahayaan dan tampilan gambar serta memiliki kemampuan pembesaran objek serta resolusi yang jauh lebih bagus dari pada mikroskop cahaya. Mikroskop electron ini juga menggunakan jauh lebih banyak energi dan radiasi elektromagnetik yang lebih pendek dibandingkan mikroskop cahaya.

Energy Dispersive X-Ray (EDX) analisis adalah alat yang berharga untuk analisis kuantitatif dan kualitatif elemen. Metode ini memungkinkan cepat dan analisis kimia non-destruktif dengan resolusi spasial dalam rezim mikrometer. Hal ini didasarkan pada analisis spektral radiasi sinar-X karakteristik yang dipancarkan dari atom sampel pada iradiasi dengan berkas elektron difokuskan dari SEM. Dalam sistem kami spektroskopi dari foton sinar-X dipancarkan dilakukan oleh detector Li Si dengan resolusi energi sekitar 150 eV pada 5 mm jarak kerja (Martinez, 2010). Menurut Masrukan, *dkk.* (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). Kemampuan *beads* dalam membentuk pori dapat diketahui berdasarkan bentuk permukaannya yang dianalisis menggunakan SEM-EDX. Penggunaan porogen dapat mempengaruhi pada hasil pori *beads* seperti pada Gambar 2.6.

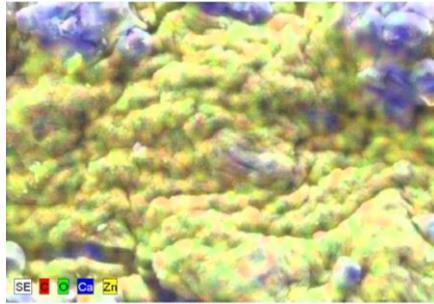


Gambar 2.6 Hasil SEM selulosa *beads* variasi CaCO_3 a) 0,5 CaCO_3 /alginat (w/w); b) 1 CaCO_3 /alginat (w/w) (Choi., *et al*, 2002)



Gambar 2.7 Hasil SEM *beads* dengan CaCO_3 2gr dengan perbesaran (a)30.00K x (b) 10.00K x (c) 5.00K x dan (d) 3.00K x





(c)

Gambar 2.8 Hasil SEM-EDX *beads* dengan variasi porogen (a) CaCO_3 2 gr (b) CaCO_3 4 gr (c) CaCO_3 6 gr

Menurut Avivah, L (2018), dilihat dari hasil morfologi *beads* dengan porogen 2gr terbentuk morfologi yang bulat, beruang-ruang yang bisa dikatakan komposisi porogen terbaik dari pada hasil morfologi pada komposisi porogen 4 dan 6 gr yang tampak pada Gambar 4.9. 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%.

2.7 Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Perspektif Islam

Tebu merupakan salah satu tumbuhan yang diciptakan oleh Allah Swt dengan berbagai kandungan manfaat di dalamnya. Adapun salah satu limbah yang dihasilkan dari tebu adalah limbah ampas tebu setelah penggilingan. Allah Swt telah berfirman dalam Q.S Ali Imran (3) ayat 191:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا

خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا 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”.

Lafadz *بَاطِلًا* artinya sia-sia yang tidak ada faedahnya (Al-Maraghi, 1974). Al-Jazairi (2007) menafsirkan segala sesuatu yang diciptakan Allah Swt baik di langit maupun di bumi tidak ada yang sia-sia tanpa adanya hikmah yang bisa dijadikan pelajaran, Allah Swt menciptakan dengan kebenaran dan mustahil berbuat main-main. Berdasarkan ayat yang telah disebutkan, Allah Swt menciptakan segala sesuatu yang mengandung hikmah-hikmah agung dan maslahat-maslahat yang besar, Mahasuci Allah Swt dari segala sesuatu yang tidak berarti dan sia-sia (Al-Maraghi, 1974).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari-April 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, oven, neraca analitik, desikator, kertas pH, hot plate, seperangkat alat reflux, ayakan 100 mesh, kertas saring, penggaris, termometer, aluminium foil, hair dryer, magnetik stirrer, sentrifugasi, syringe needle 18G, shaker incubator, spatula, FTIR, mikroskop optik, SEM-EDX.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: ampas tebu berasal dari Turen, Malang, natrium hidroksida (NaOH) p.a, 37% asam klorida (HCl) p.a, karbon disulfida (CS₂) p.a, kalsium karbonat (CaCO₃) p.a, natrium klorit (NaClO₂) p.a, asam asetat (CH₃COOH) p.a, zink asetat (C₄H₆O₄Zn), natrium alginat (C₆H₇O₆Na)_n, aqua demineralisata, dan akuades. adalah *beads* alginat: selulosa dengan komposisi 2:0, 2:2, dan 2:6.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory*, yaitu karakterisasi *beads* alginat-selulosa xantat dari ampas tebu. Sampel diperoleh dari Turen, Malang. Metode yang digunakan adalah gelas ionik dengan menggunakan penaut silang berupa zink asetat 5%. Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi ampas tebu untuk menghilangkan senyawa non-selulosa berdasarkan gugus fungsinya menggunakan larutan viskosa NaOH 6%. Selulosa yang diperoleh selanjutnya direaksikan dengan CS₂ untuk membentuk senyawa turunan selulosa yang berupa selulosa xantat. Selulosa xantat yang diperoleh selanjutnya digunakan sebagai bahan untuk membuat *beads* alginat-selulosa xantat. Kemudian diidentifikasi berdasarkan sebaran ukuran *beads* menggunakan mikroskop optik dan permukaan pori menggunakan SEM-EDX.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi selulosa dari ampas tebu
3. Pembuatan *beads* alginat: selulosa xantat dari ampas tebu dengan 3 variasi komposisi (2:0, 2:2, dan 2:6)
4. Analisis FTIR
5. Analisis ukuran *Beads* dengan mikroskop optik
6. Karakterisasi permukaan pori menggunakan SEM-EDX
7. Analisis data

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Ampas tebu dibersihkan kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari. Sampel kering dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Kemudian dioven selama 24 jam pada suhu 90°C. Serbuk yang diperoleh merupakan sampel penelitian.

3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Ampas Tebu

Sebanyak 50 gram serbuk ampas tebu direndam dalam NaOH 10% sebanyak 1000 mL pada suhu 80°C selama 90 menit, kemudian dicuci dengan akuades secara berulang dan diperas. Selanjutnya, ditambahkan NaClO₂ 1% sebanyak 200 mL dan ditambahkan CH₃COOH 10% pada suhu 75°C hingga mendapatkan pH 5 selama 1 jam. Setelah itu dicuci dengan akuades hingga pH netral dan diperas. Kemudian, selulosa yang didapatkan dihidrolisis dengan 5% HCl (1:20) pada suhu 95°C selama 1 jam sehingga didapatkan mikrofiber-terdispersi (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013).

3.5.3 Pembuatan *Beads* dengan Variasi Komposisi Alginat:Selulosa Xantat

Dua gram natrium alginat dilarutkan dalam 50 mL aqua demineralisata dan ditambahkan CH₃COOH beberapa tetes sampai larut. Kemudian, dimasukkan selulosa xantat dengan variasi perbandingan alginat:selulosa sebesar 2:0, 2:2 dan 2:6 dan ditambahkan porogen CaCO₃ sebanyak 2 gram. Selanjutnya, ditambahkan aqua demineralisata sampai 100 mL dan dihomogenkan. Larutan yang terbentuk di cetak dengan cara *di-dropping* menggunakan *syringe needle* 18G ke dalam 100

mL larutan zink asetat 5% dan didiamkan selama 24 jam. *Beads* yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aqua demineralisata.

Beads yang diperoleh kemudian direaksikan dalam HCl 1 mmol/L, dengan perbandingan volume 1:8, kemudian dishaker pada kecepatan 150 rpm hingga tidak terbentuk gelembung. *Beads* dicuci sampai pH netral dengan aqua demineralisata. *Beads* basah dikeringkan pada suhu 37°C selama 24 jam (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013). Kemudian, diidentifikasi gugus fungsi dan daya *swelling*.

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Analisis *Swelling Beads*

Beads sebanyak ± 50 mg direndam dalam 20 mL aqua demineralisata. Pengamatan daya *swelling* dilakukan berdasarkan perbedaan berat *beads* dengan cara *beads* ditimbang pada jam ke-9, 12, dan 24 perendaman.

3.5.4.2 Analisis Gugus Fungsi

Beads kering dan KBr digerus menggunakan mortar *agate*. Selanjutnya dibentuk pelet dengan cara ditempatkan pada preparat dan dipress. Kemudian, pelet ditempatkan pada *sample holder* dan dilanjutkan pengukuran.

3.5.4.3 Pengamatan Bentuk dan Ukuran Mikropartikel

Beads alginate: selulosa xantat diamati bentuk dan ukuran mikropartikel menggunakan mikroskop optik. Selanjutnya di analisis hasil pengukuran diameter *beads* menggunakan aplikasi *image-j* dengan cara dimasukkan foto hasil mikroskop optik yang akan dianalisis dengan cara klik “File” lalu klik open

pada aplikasi *image-j*. Selanjutnya, diklik satuan ukuran penggaris dalam foto sebagai acuan satuan diameter *beads*. Diatur satuannya dengan klik "Analyze" dan diatur satuan yang diinginkan menjadi satuan mm dan klik "OK". Kemudian diklik icon bentuk lingkaran dan diposisikan pada *beads* yang diukur diameternya. Selanjutnya, klik "Analyze" dilanjutkan dengan klik "Measure" dan hasil dari pengukuran diameter *beads* akan otomatis keluar di layar PC laptop/komputer. Hasil pengukuran tersebut selanjutnya disimpan didalam Microsoft Exel dan diolah menjadi grafik untuk memudahkan saat dilakukan pembahasan.

3.5.4.4 Karakterisasi Morfologi Permukaan dengan SEM-EDX

SEM-EDX dilakukan untuk memperoleh gambaran permukaan material berupa *Beads* alginate: selulosa xantat dengan resolusi yang sangat tinggi hingga memperoleh suatu tampilan permukaan sampel yang kemudian dikomputasikan dengan software untuk menganalisis komponen materialnya, baik dari segi kuantitatif maupun dari segi kualitatifnya.

Pertama, 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). Ukuran perbesaran yang digunakan adalah 30.00K x, 10.00K x, 5.00K x dan 3.00K x

3.6 Analisis data

Data yang diperoleh dari analisis daya swelling dibandingkan dengan hasil mikroskop optik dari beads kering dan setelah perendaman 24 jam. Selanjutnya dibandingkan dengan data hasil uji indek berupa tabel untuk menentukan bentuk dan ukuran *beads* terbaik. Sedangkan hasil FTIR antar sampel yang diperoleh dibandingkan dengan hasil uji SEM-EDX yang berupa gambar difaktogram untuk mengetahui morfologi permukaan terbaik.



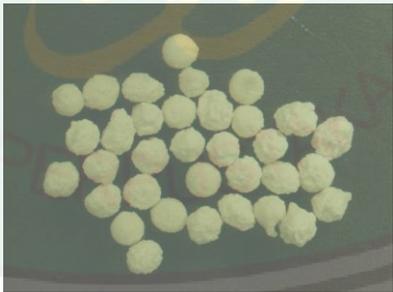
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengamatan Daya *Swelling*, Bentuk dan Ukuran Mikropartikel

Pengamatan bentuk dan ukuran mikropartikel merupakan evaluasi fisik yang ditunjukkan untuk mengetahui diameter rata-rata *beads* alginat: selulosa. Metode analisis yang digunakan adalah mikroskop optik dengan perbesaran, 0,75 mm.

Tabel 4.1 Hasil Mikroskop Optik *Beads* Alginat: Selulosa Kering

Variasi Komposisi <i>Beads</i> Alginat:Selulosa	Hasil Mikroskop Optik Perbesaran 0,75 mm	Keterangan
2:0		Berbentuk bulat, halus merata
2:2		Berbentuk bulat, tidak halus merata
2:6		Berbentuk bulat, bergelombang

Hasil analisis fisik menggunakan mikroskop optik pada perbesaran 0,75 mm menunjukkan perbedaan bentuk *beads* antar variasi seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.1. Pengamatan bentuk dari variasi komposisi *beads* alginat: selulosa 2:0 dan 2:2 tampak bulat namun pada *beads* variasi 2:0 memiliki bentuk yang lebih halus merata dibandingkan pada variasi *beads* 2:2. Sedangkan pada *beads* alginat: selulosa 2:6 menunjukkan bentuk bulatan tidak merata dan cenderung lebih bergelombang. Pada hasil mikroskop optik Tabel 4.1 juga terlihat bahwa diameter *beads* yang diperoleh dari setiap formula tidak memiliki perbedaan ukuran yang signifikan. Keseragaman ukuran ini terjadi karena tidak adanya perbedaan konsentrasi polimer yang digunakan yakni menggunakan 2 gram Alginat p.a.

Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Diameter Rata-rata *Beads* Alginat: Selulosa Kering Menggunakan Aplikasi *Image-J*

Variasi Komposisi <i>Beads</i> Alginat: Selulosa	2:0	2:2	2:6
Diameter rata-rata <i>Beads</i> (mm)	1,122	1,203	1,305

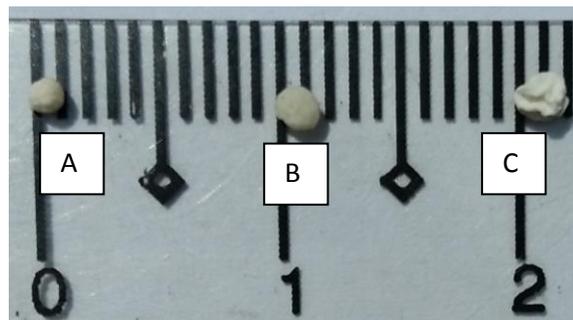
Berdasarkan hasil mikroskop optik yang diolah menggunakan aplikasi *image-j* yang dapat dilihat pada Tabel 4.2, diperoleh hasil diameter rata-rata *beads* alginat: selulosa kering antara 1,22-1,305 mm. Ketidak seragaman *beads* yang diperoleh pada setiap variasi komposisi *beads* dipengaruhi beberapa faktor, seperti pada penelitian yang telah dilakukan oleh Jankowski,T., M.Zielinski dan A.wysakowska, 1997 dalam Solanki, Himansu K, dkk., (2013), yang menyatakan bahwa beberapa faktor ukuran *beads* yang beragam seperti perbedaan penggunaan

konsentrasi polimer dan perlakuan pada saat teknik pembentukan beads yang dilakukan. Pengukuran diameter rata-rata *beads* ini dilakukan karena dalam praktik penelitiannya, *beads* alginat: selulosa lebih cenderung memiliki bentuk bulat tidak sempurna seperti *elips* atau bulat mengekor, sehingga untuk mendapatkan nilai diameter yang lebih akurat dan mempermudah pengukuran digunakanlah aplikasi *image-J*.

Tabel 4.3 Hasil Uji Daya *Swelling* (Puspitasari, S. 2017)

Sampel	Waktu perendaman (jam)	Daya <i>swelling</i> (%)
<i>Beads</i> 2:0	24	43,3
<i>Beads</i> 2:2	24	47,4
<i>Beads</i> 2:6	24	63,8

Mendukung penelitian yang telah dilakukan oleh Puspitasari,S (2017) yang menyatakan bahwa hasil *uji swelling* terbaik adalah pada variasi *beads* selulosa: alginat 2:6 dengan waktu perendaman 24 jam serta perolehan persentase sebesar 63,8%. Analisis lanjutan setelah didapatkan *beads* yang telah di *swelling* selama 24 jam adalah pengamatan bentuk fisik pada tiap variasi menggunakan hasil mikroskop optik dan pengukuran diameter rata-rata *beads* menggunakan aplikasi *image-J*. Hasil analisis bentuk fisik *beads* antar variasi menunjukkan adanya perubahan bentuk dari bulat halus pada variasi 2:0, bulat halus tidak merata pada variasi 2:2 dan bulat sedikit bergelombang pada variasi 2:6. Selain itu, hasil optik juga menunjukkan adanya perbedaan ukuran yang cukup besar pada setiap variasi seperti pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil mikroskop optik antar variasi *beads* alginat: selulosa Basah (A=2:0 / B=2:2 / C=2:6)

Hasil pengukuran diameter *beads* setelah perendaman 24 jam dari pengolahan gambar mikroskop optik menggunakan aplikasi *image-J* juga menunjukkan perbedaan diameter yang cukup besar antar variasi *beads*. Nilai diameter *beads* terbaik pada analisis ini berada pada variasi komposisi *beads* alginat: selulosa (2:6) dengan perolehan diameter sebesar 2,1 mm seperti pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil Pengukuran Diameter Rata-rata *Beads* Alginat: Selulosa Basah Menggunakan Aplikasi *Image-J*

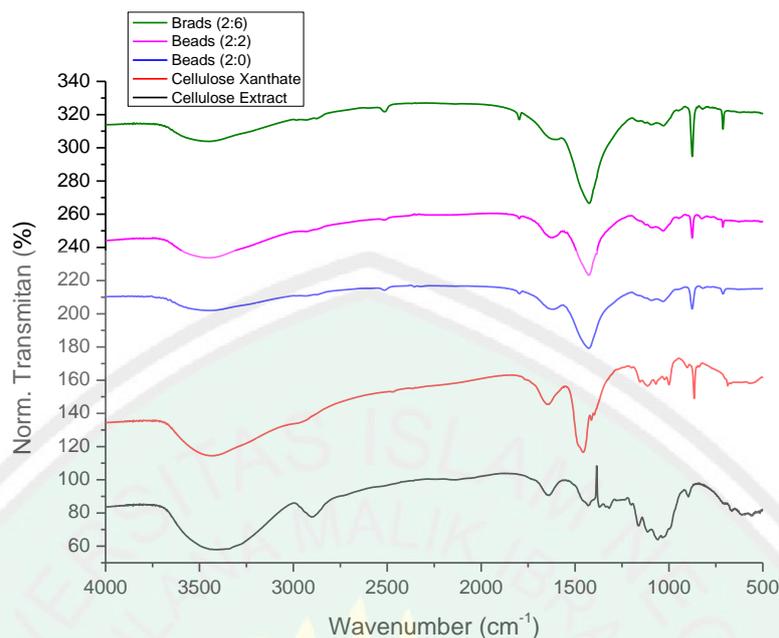
Variasi Komposisi <i>Beads</i> Alginat: Selulosa	2:0	2:2	2:6
Diameter rata-rata <i>Beads</i> (mm)	1,04	1,72	2,1

Jika diameter *beads* antar variasi selulosa dalam kondisi kering tidak menunjukkan perbedaan ukuran yang cukup besar, dalam kondisi *beads* basah setelah uji *sweeling* 24 jam diameter *beads* antar variasi tampak memiliki ukuran yang terlihat sangat berbeda. Perbedaan ukuran ini disebabkan oleh perbedaan daya *swelling* akibat penambahan jumlah selulosa tiap variasi. Sebagaimana yang

telah dijelaskan oleh Sonmez, dkk. (2016), komposisi selulosa dalam membuat *beads* alginat: selulosa berpengaruh terhadap daya adsorpsi. Selulosa sebesar 10% dan 25% dapat meningkatkan daya adsorpsi dari 68% menjadi 80%, sedangkan *beads* alginat tanpa selulosa hanya mengadsorpsi sebesar 19%. Sehingga, untuk mengetahui komposisi alginat: selulosa xantat terbaik dalam penelitian ini dilakukan variasi komposisi polimer dalam pembuatan *beads* .

Penggunaan alginat dalam enkapsulasi sendiri memiliki kekurangan yaitu sifatnya yang hidrofilik, sehingga untuk meningkatkan efektifitasnya dapat dikompositkan dengan karbon aktif, kitosan, dan selulosa (Ratnasari, 2014). Semakin besar komposisi selulosa dalam *beads* maka kemampuan adsorpsi juga semakin besar. Hasil pengukuran diameter *beads* alginat: selulosa basah yang diperoleh pada Gambar 4.2 mendukung hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Puspitasari.S (2017), bahwa terdapat peningkatan daya *sweeling* dari 43,3-63,8% pada variasi alginat: selulosa 2:0-2:6 dengan waktu perendaman selama 24 jam yang juga dapat ditadai dengan perubahan semakin besarnya bentuk serta diameter *beads* yang dihasilkan. Hasil ini selaras dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Aini, A.N (2017) yang menyatakan bahwa komposisi selulosa memiliki pengaruh terhadap adsorpsi protein pada *beads* alginat, yaitu semakin banyak selulosa terhidrolisi yang ditambahkan, maka persentase adsorpsi akan semakin besar.

4.2 Karakterisasi FTIR



Gambar 4.2 Spektra IR selulosa xantat dan *beads* 2:0, 2:2, dan 2:6 yang dimodifikasi (Puspitasari, S. 2017)

Berdasarkan Gambar 4.2, spektra selulosa xantat dan variasi komposisi *beads* menunjukkan *peak* absorpsi pada kisaran 3453-3436 cm⁻¹ yang menjelaskan adanya ikatan antar molekul gugus hidroksil (OH). Pada serapan tersebut, juga terdapat perbedaan puncak *peak* antara selulosa xantat dan tiap variasi *beads* alginat: selulosa. Hal ini menunjukkan adanya gugus yang tumpang tindih antara alginat dan selulosa xantat, seperti pada *beads* alginat: selulosa (2:0). Sedangkan pada variasi *beads* alginat: selulosa (2:6) tampak mengalami penurunan *peak* yang disebabkan adanya interaksi Zn dari *crosslink* dengan gugus hidroksil karena keberadaan senyawa logam dapat megadsorpsi gugus hidroksil. Pada puncak kisaran 2930 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus tarik ulur C-H alifatik dan C=C pada puncak kisaran 1647-1615 cm⁻¹. Untuk kisaran 1089-1028 cm⁻¹ mewakili gugus hidroksil (C-O). Selain itu, muncul puncak baru pada 1790 cm⁻¹

yang menunjukkan gugus CO_3 dari porogen CaCO_3 dan berkurangnya intensitas *peak* pada gugus C-S dari selulosa xantat pada serapan 686 cm^{-1} . Keberhasilan reaksi *cross-link* antara alginat dan ion zink diperkuat dengan munculnya gugus Zn-O pada kisaran $712\text{-}711 \text{ cm}^{-1}$.

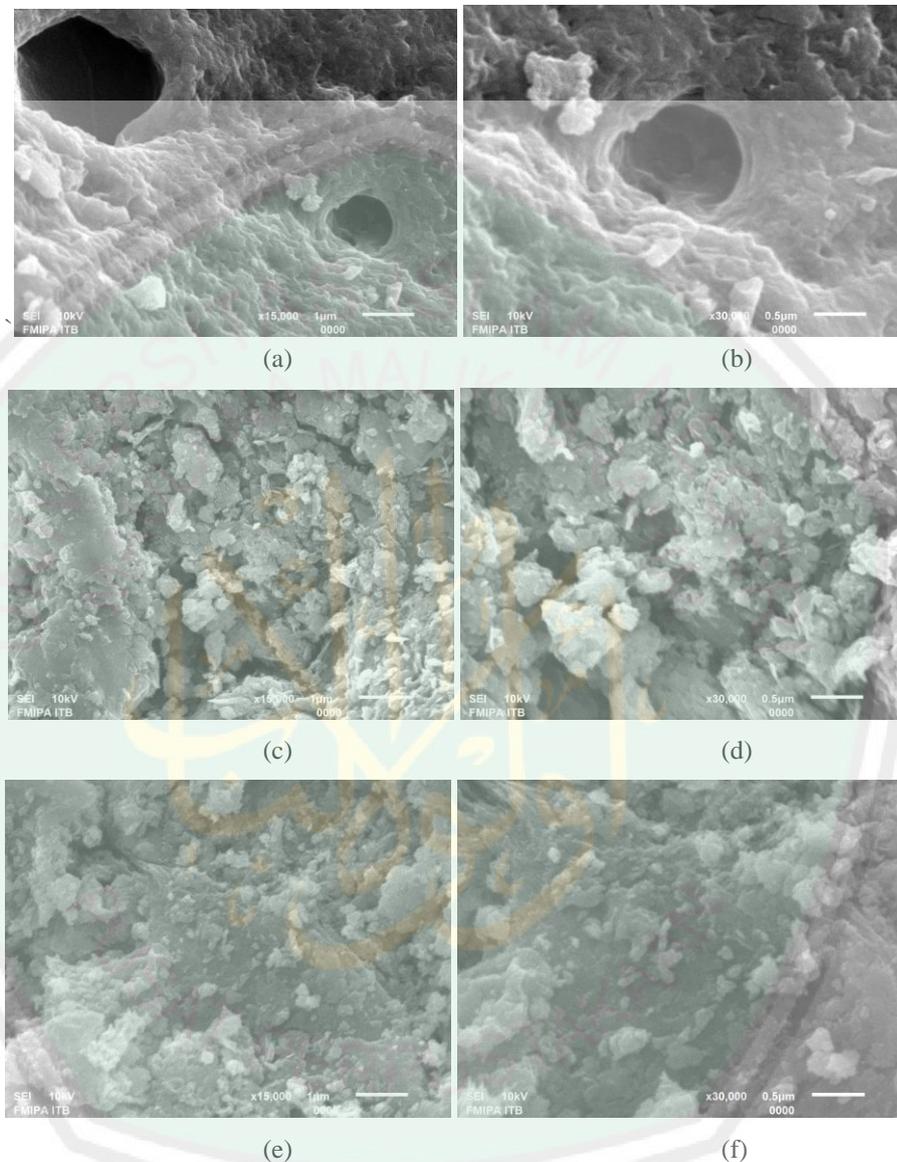
Tabel 4.5 Data Bilangan Gelombang (cm^{-1}) Spektrum IR Selulosa Xantat dan Beads Alginat: Selulosa

Sampel	Modus Vibrasi	Jenis Modus Vibrasi
Selulosa Xantat	3436	OH <i>stretching</i>
	2367	C-H (sp^3)
	1647	C=C aromatis
	1114	-O-C(=S)-S
	1069	C-O <i>stretching</i>
	686	reaksi OH pada struktur selulosa C-2, C-3, atau C-6
Beads 2:0	3447	OH <i>stretching</i>
	2930	C-H (sp^3)
	1032	C-O <i>stretching</i>
	712	Zn ²⁺
Beads 2:2	3453	OH <i>stretching</i>
	2934	C-H (sp^3)
	1029	C-O <i>stretching</i>
	712	Zn ²⁺
Beads 2:6	3445	OH <i>stretching</i>
	2929	C-H (sp^3)
	1028	C-O <i>stretching</i>
	711	Zn ²⁺

4.3 Karakterisasi SEM-EDX

Teknik analisis dengan SEM adalah teknik yang paling umum digunakan mengkarakterisasi morfologi permukaan *beads* alginat: selulosa. Karakterisasi

menggunakan SEM ini dilakukan terhadap tiga sampel dengan komposisi *beads* alginat: selulosa yang berbeda, yaitu dengan perbandingan komposisi 2:0, 2:2 dan 2:6.



Gambar 4.3 SEM (a) *Beads* alginat:selulosa komposisi (2:0) perbesaran 15000x, (b) komposisi (2:0) perbesaran 30000x, (c) komposisi (2:2) perbesaran 15000x, (d) komposisi (2:2) perbesaran 30000x, (e) komposisi (2:6) perbesaran 15000x, (f) komposisi (2:2) perbesaran 30000x

Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 4.3, terlihat topografi yang sangat berbeda pada permukaan tiap variasi komposisi *beads* alginat: selulosa. Pada

Gambar 4.3 (a) dengan perbesaran 15000x diperoleh bentuk partikel padat, halus bergelombang dan memiliki beberapa rongga yang besar (didukung oleh perbesaran 30000x pada Gambar 4.3 (b)), sedangkan pada Gambar 4.3 (c) dan (d) untuk *beads* dengan penambahan selulosa variasi (2:2) dengan perbesaran yang sama diperoleh bentuk partikel dengan permukaan yang tampak seperti terdapat serpihan yang tidak beraturan dan kasar. Untuk ukuran rongga atau pori tampak lebih banyak dan lebih merata jika dibandingkan dengan *beads* variasi 2:0. Tidak jauh berbeda dengan hasil SEM *beads* alginat: selulosa (2:2), pada Gambar 4.3 (e) dan (f) juga menunjukkan morfologi yang didapatkan berbentuk serpihan kasar namun terlihat memiliki pori yang lebih kecil dan lebih merata.

Karakterisasi menggunakan SEM EDX dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang ada dalam *beads*. Selain itu, karakterisasi dilakukan untuk mengetahui besarnya persentase Zn yang menunjukkan kuatnya reaksi cross link antara alginat dengan Zn^{2+} (Sonmez, dkk. 2016). Daya adsorpsi pada zink asetat lebih besar dibandingkan kalsium klorida, yaitu sebesar 80 %, sedangkan pada Ca^{2+} hanya sebesar 14 % pada adsorpsi logam berat. Hal ini dipengaruhi oleh lebih besarnya keelektronegatifan Zn^{2+} dibandingkan dengan Ca^{2+} . Seperti hasil SEM EDX pada Tabel 4.6 yang menunjukkan bahwa semakin besar variasi selulosa yang ditambahkan pada pembuatan *beads* maka akan semakin besar juga kandungan Zink (Zn) pada *beads* yang terbentuk. Dari hasil yang diperoleh nilai persentase Zn terbesar terdapat pada *beads* variasi 2:6 yakni 33,14%, yang berarti memiliki struktur mekanik lebih kuat dibandingkan dengan variasi *beads* 2:0 dan 2:2.

Tabel 4.6 Berat Persen dari Masing Masing Unsur *Beads* yang Terbentuk

Variasi Komposisi <i>Beads</i> Alginat:Selulosa	Persen Berat Masing-Masing Unsur			
	Zn	Ca	O	C
2:0	7,67 %	5,08 %	43,40 %	43,44%
2:2	24,10 %	2,46 %	39,18 %	33,74 %
2:6	33,14 %	1,79 %	37,16 %	27,25 %

4.4 Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Perspektif Islam

Firman Allah Swt dalam surat asy Syu'araa ayat 7:

أَو لَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ۝٧

“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?” (Q.S. asy Syu'araa: 7).

Pada ayat ini Allah Swt menjelaskan tanda-tanda kekuasaan-Nya atas segala sesuatu yang ada dilangit dan dibumi dengan menciptakan kekayaan alam seperti tumbuhan-tumbuhan yang bermanfaat. Salah satu tanda-tanda kekuasaan Allah Swt ditunjukkan dalam penelitian ini yaitu ampas tebu yang bisa dimanfaatkan dalam pembuatan *beads*. Sesungguhnya ampas tebu yang dinilai sebagai limbah masih memiliki banyak senyawa yang terkandung dan bisa dimanfaatkan, senyawa tersebut hanya terdapat dalam bahan alam, dimana manusia tidak dapat menciptakannya sendiri. Salah satu senyawa yang terkandung dalam ampas tebu dengan persentase yang cukup besar adalah selulosa. Selulosa sendiri memiliki stabilitas termal yang tinggi, sehingga dapat meningkatkan tingkat kristalinitas yang menjadikan daya ikat pada *beads* semakin mudah terbentuk. Selain itu, selulosa juga memiliki sifat daya adsorpsi yang baik dalam

komposisi pembuatan *beads* . Oleh sebab itu, selulosa sangat berperan penting dalam pengembangan variasi komposisi *beads* . Sebagaimana firman Allah Swt dalam Q.S Ali Imran (3) ayat 191 yang berarti "*Ya Tuhan Kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia*".

Hasil pembuatan *beads* alginat: selulosa dari ampas tebu merupakan salah satu tanda kebesaran Allah yang dapat memberikan manfaat untuk bagi manusia. Terciptanya hasil dari penelitian ini sangat bermanfaat, terutama dibidang pengolahan limbah, farmasi dan kedokteran. Pemanfaatan selulosa dari limbah ampas tebu dalam pengolahan limbah pertanian maupun pabrik sendiri diharapkan dapat meningkatkan nilai komersil dari limbah, serta pemanfaatan yang lebih besar dalam bidang ilmu kesehatan. Seperti dalam bidang farmasi dan kedokteran, pembuatan *beads* alginat: selulosa dari ampas tebu ini dapat membantu memaksimalkan daya serap obat kedalam tubuh dengan tepat dengan cara mengatur takaran pembuatan *beads* baik dari segi komposisi serta ukuran yang sesuai harapan. Berdasarkan data-data yang telah diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan, dapat kita ketahui bahwa penambahan variasi komposisi selulosa pada pembuatan alginat: selulosa akan mempengaruhi hasil yang didapatkan, baik dari segi porositas dan diameter *beads* yang diperoleh.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dijelaskan pada pembahasan, maka dapat disimpulkan bahwa penambahan jumlah selulosa pada komposisi alginat: selulosa memberikan bentuk beads yang bulat semakin bergelombang. Bentuk terbaik *beads* diperoleh dari variasi alginat: selulosa 2:6. Penambahan jumlah selulosa pada setiap variasinya juga mempengaruhi ukuran *beads* yang terbentuk, dimana semakin banyak jumlah selulosanya, maka akan semakin besar juga daya *swelling beads* dan ukuran diameter *beads* basah. Dari analisis morfologinya, *beads* terbaik juga diperoleh dari variasi alginat: selulosa perbandingan 2:6 yang memiliki bentuk permukaan kasar dengan pori yang kecil dan merata. Pada *beads* variasi 2:6 juga diperoleh nilai Zn tertinggi sebesar 33,14% yang berarti memiliki struktur beads yang lebih kuat dibandingkan pada variasi 2:0 dan 2:2.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan peneliti menyarankan:

1. Perlu dilakukan variasi pencucian untuk menghilangkan kandungan CaCO_3 sehingga dapat memaksimalkan kemungkinan terbentuknya pori pada beads.
2. Perlu dilakukan penelitian lanjutan mengenai uji kemampuan penyerapan menggunakan logam atau yang lainnya.
3. Serta perlu dilakukan uji efisiensi enkapsulasi obat terhadap sasaran penyakit yang dituju.

DAFTAR PUSTAKA

- Ad-Dimasyqi. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Aini, A.N. 2017. Komposisi Selulosa Terhidrolisis-Alginat *Beads* untuk Adsorpsi *Bovine Serum Albumin* (BSA). *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Al-Jazairi, S.A.B.J. 2007. *Tafsir al-Qur'an al-Aisar*. Jakarta: Darus Sunnah.
- Al-Maraghi, Ahmad Musthafa. 1987. *Tafsir Al-Maraghi*. Semarang: CV. Toha Putra Semarang.
- Anwar, Syaiful. 2016. *Pengantar Kimia Tanah*. Bogor: IPB Press.
- Avivah, L. 2018. Karakterisasi Morfologi Permukaan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dengan Variasi Berat Porogen CaCO_3 . *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Malang.
- Ayuningtyas, F. 2012. Pembuatan dan Karakterisasi *Beads* Hidrogel dari Berbagai Polimer sebagai Media Tanam. *Skripsi*. Depok: Jurusan Farmasi FMIPA UI.
- Azizah, N.W. 2018. Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dari Batang Jagung dengan Variasi Porogen CaCO_3 . *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Malang.
- Buranov, A. U. dan Mazza, G. 2008. Lignin in straw of herbaceous crops. *Ind Crops Prod.* 28: 237-259.
- Chao, A. C., Yu, S. H.; Chung, G. S. 2006. Using NaCl particles as porogen to prepare a highly adsorbent chitosan membrane. *J. Membr. Sci.*, 280, 163–174.
- Choi, B. Y., H. J. Park, S. J. Hwang, dan J. B. Park. 2002. Preparation of Alginate *Beads* for Floating Drug Delivery System: Effects of CO_2 Gas-Forming Agents. *International Journal of Pharmaceutics* 239 (2002) 81–91
- Direktorat Jenderal Perkebunan. 2009. Road Map Swasembada Gula Nasional. (Online), ([http:// ditjenbpun.deptan.go.id](http://ditjenbpun.deptan.go.id)), diakses 25 September 2018.
- Fengel, D. dan Weigener, G. 1995. *Kayu: Kimia, Ultra Struktur, Reaksi-reaksi*. Yogyakarta: UGM.
- Ferdiaz, S. 1989. *Mikrobiologi Pangan*. Bogor: PAU Pangan dan Gizi IPB.

- 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 Application. *Chemical Review*. 113(7): 4812-4836.
- Halim, Auzal. 1995. *Mikrokristalin Selulosa sebagai Bahan Pembantu Pembuatan Tablet*, Jakarta: 2nd Symposium of Vivacel.
- Haroen, W. K. dan Wintara, N. 2008. Rayon Filament Properties from Five Lesser Known Tropical Wood species. *Teknik Industri Pertanian*, 18(2): 94-98.
- Hermiati, E., Mangunwidjaja, D., Sunarti, T.C., Suparno, O., dan Prasetya, B. 2010. Pemanfaatan Biomassa Lignoselulosa Ampas Tebu untuk Produksi Bioetanol. *Jurnal Litbang Pertanian*, 29(4): 121-130.
- Homagai P, Ghimire K and Inoue K 2010 Preparation and characterization of charred xanthated sugarcane bagasse for the separation of heavy metals from aqueous solutions. *Separation Science and Technology* 46 330-339
- Kim S.H, Song H, Nisola G.M, Ahn J, Galera M.M, Chung W. J, Lee C.H. 2006. "Adsorption of Lead Ions using Surface Modified Chitin", *Journal of Ind.Eng.Chem*, vol 12 (3):469-475
- Klemm, D. 1998. *Comprehensive Cellulose Chemistry*. Volume I. New York: Wiley-VCH.
- Lin, N., Bruzzese, C., dan Dufresne, A. 2012. TEMPO-Oxidized Nanocellulose Participating as Crosslinking Aid for Alginate-Based Sponges. *ACS Applied Material and Interfaces*, 4(9): 4948-4959
- LV, Gaojin dan Shubin Wu. 2012. Analytical Pyrolysis Studies of Corn Stalk and its Three Main Component by TG-MS and Py-GC/MS. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*.
- Masrukan, Wagiyono, Aditoiyanto. 1999. Pemeriksaan Mikrostruktur dan Analisis Unsur AlMgSil Menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM)-EDS. *Prosiding Seminar Nasional Hamburan Neutron dan Sinar X Kedua: ISSN 1410-7686*, 79-82.
- Okay, O. 2000. Macroporous copolymer networks. *Prog. Polym. Sci.*, 25, 711-779
- Patil, J. S., Kamalapur, M. V., Marapur, S. C., dan Kadam, D. V. 2010. Iontropic Gelation and Polyelectrolyte Complexation: The Novel Techniques to Design Hydrogel Particulate Sustained, Modulated Drug Delivery System:

A Review. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 5(1):241-248.

- Peretz, S., F. Dan., Anghel., dan Vasilescu, E. 2015. Synthesis, characterization and adsorption properties of alginate porous *Beads*. *Polym. Bull*, doi 10.1007/s00289-015-1459-4.
- 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 CaCO_3 Sebagai Porogen. *Skripsi*. Malang: UIN Malang.
- Putera, R. D. H. 2012. Rekayasa Biopolimer dari Limbah Pertanian Berbasis Selulosa dan Aplikasinya Sebagai Material Separator. *Disertasi*. Bogor: Sekolah Pascasarjana IPB.
- Racovita, S., Vasiliu, S., Poapa, M., dan Luca, C. 2009. Polyssacharides based on micro- and nanoparticles obtained by ionic gelation and their application as drug delivery system. *Revue Romaine de Chimie*, 54, 709-718.
- Range, Sven and Epple, Matthias. 2012. Nanoscopic NaCl crystals as water-soluble porogens for polymer membranes. *RSC Adv.*, 2012, 2, 6650–6654.
- Rika Julfana, Zahara, Idiawati. 2012. Hidrolisis Enzimatik Selulosa dari Ampas Sagu Menggunakan Campuran Selulase dari *Trichoderma reesei* dan *Aspergillus Niger*, JKK, Volume 2(1).
- Rosida, Indah. 2010. Mikroenkapsulasi fraksi aktif dari herba sambiloto (*Adrographis paniculata* Ness) yang berkhasiat sititiksik dengan metode semprot kering. Depok: FMIPA, Universitas Indonesia
- Safaria, S. 2013. *Efektivitas campuran enzim selulase dari Aspergillus niger dan Trichoderma reesei dalam menghidrolisi Substrat sabut kelapa*. ISSN: 2303-1077, 2(1): 46-51.
- Sarkar, N., Ghosh, S. K., dan Satarupa B., Kaustav A. 2012. Bioethanol production from agricultural wastes: An overview: A Review. *Renewable Energy*, 37:19-27.
- Sonmez, M., ficai, A., D., Trusca, R., dan Andronescu, E. 2016. Alginate/Cellulose Composite *Beads* for Enviromental Applications. *Scientific Bulletin*, 78(2): 165-176.
- Stevens, Malcolm. P. 1989. *Kimia Polimer*. Terjemahan oleh Lis Sopyan. 2007. Jakarta: Pradnya Paramita.

- Sun, R. C.; Sun, X. F.; Tomkinson, J.; Gatenholm, P.; Tenhanen, M. 2004. *Hemicelluloses and Their Derivatives, Science and Technology*, 2-22.
- Suvachittanont, S. dan Pookingdao W. 2013. Development of porous Spherical Cellulose Bead Production from Corn Cob as an Exfoliating Agent for Cosmetic Industries. *Journal of Chemistry and Chemical Engineering*, 7(12): 1156-1163.
- Suyanto. 2015. *Biopolimer Kitosan, Fluidisasii dan Aplikasinya*. Surabaya: Airlangga University press.
- Swarbick, J. 2002. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*. New York: Informa Healthcare.
- Swarbick, James. 2007. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*, 3rd ed, volume 4. New York: Informa Healthcare USA Inc. 2317.
- Swarbrick, J. dan Boylan, J., 1995, *Percutaneous Absorption, in Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*, Volume 11, Marcel Dekker Inc., New York, 413-445.
- Swatloski, R. P. Holbrey, J. D., Spear, S K., dan Rogers R. D. 2002. *Ionic Liquid for the Dissolution and Regeneration of Cellulose*. Department of Chemistry and Center for Green Manufacturing, the University of Alabama.
- Taherzadeh, M.J and Keikhosrok. 2007. Acid Based Hydrolysis Processes for Ethanol from Lignocellulosic Materials: A Review. *Bioethanol Reviews BioResources* 2 (3), 472-499
- Tas, A. C. 2008. Preparation of Porous Apatite Granules from Calcium Phosphate Cement. *J Mater Sci: Mater Med* 19:2231–2239
- Utama, D.A., Hendradi, Estianti., Hariyadi, D.M. 2013. Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Karakteristik Fisik Mikrosfer Ovalbumin-Alginat dengan Metode Aerosolasi. *PharmaScientia*, Vol.2, No.2.
- 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.
- 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.
- Wibisono, W.G. 2011. *Tanaman Obat Keluarga Berkasiat*. Ungaran: VIVO Publisher

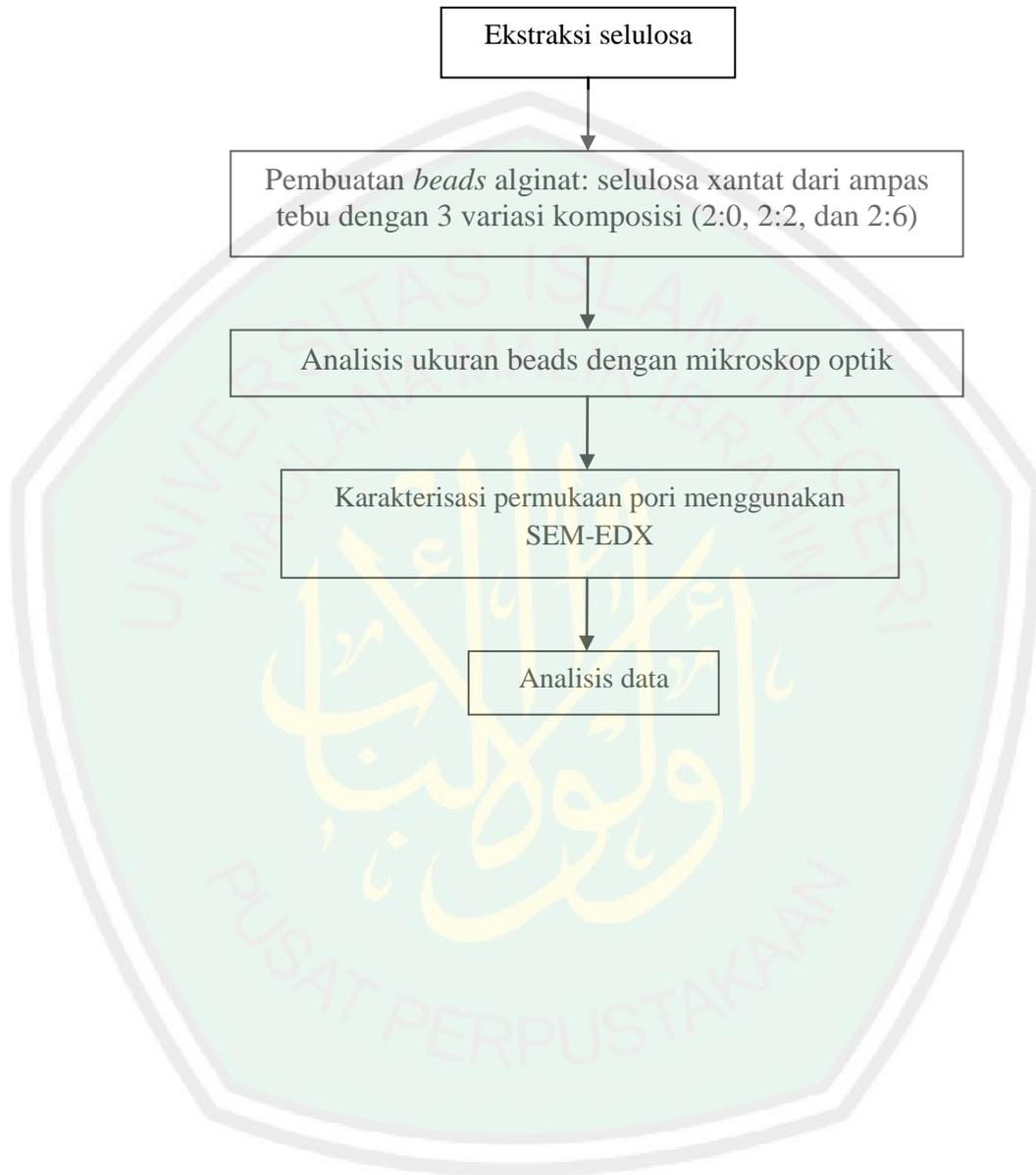
Zhou, Z.; Liu, X.; Liu, Q. 2008. A comparative study of preparation of porous poly-1-lactide scaffolds using NaHCO_3 and NaCl as porogen material. *J. Macromol. Sci. Part B.* 47, 667–674.

Zugeinmer, P. 2008. *Crystalline Cellulose and derivatives*. Jerman: Spring-Verla



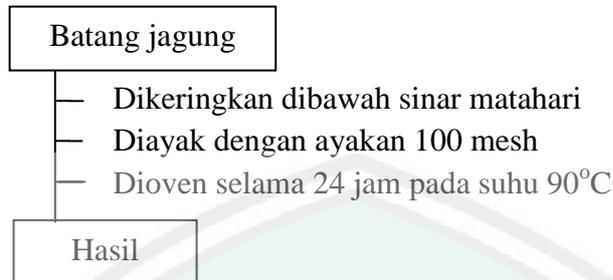
LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian

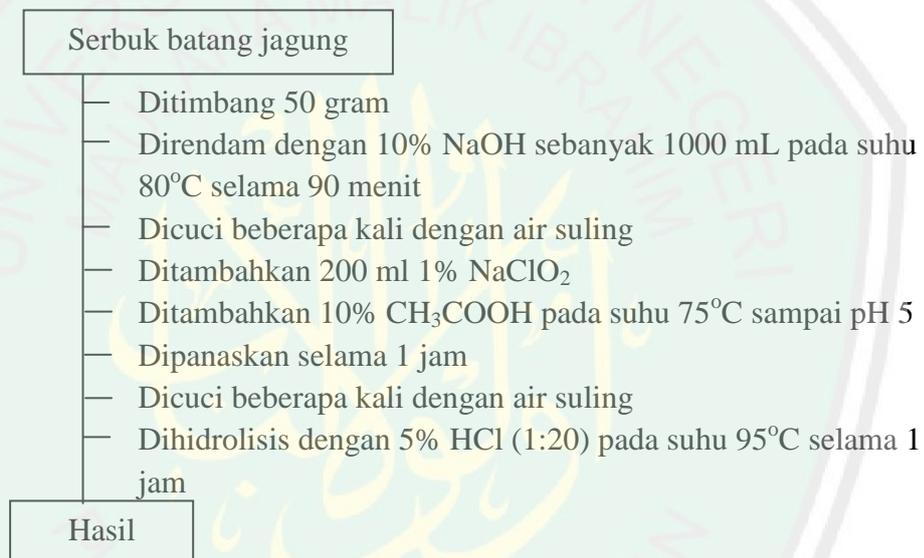


Lampiran 2 Diagram Alir

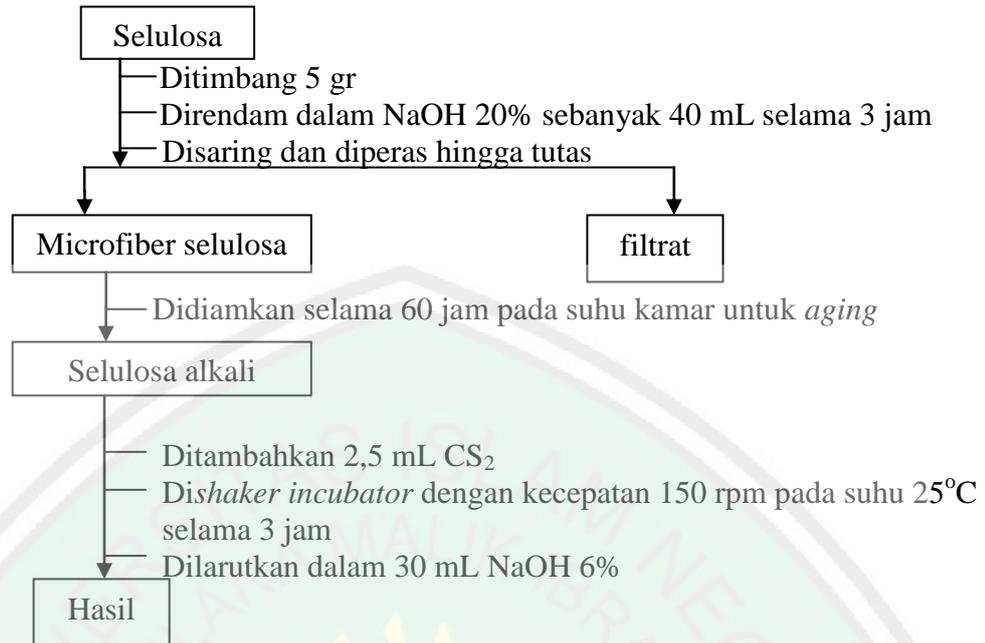
1. Preparasi Sampel



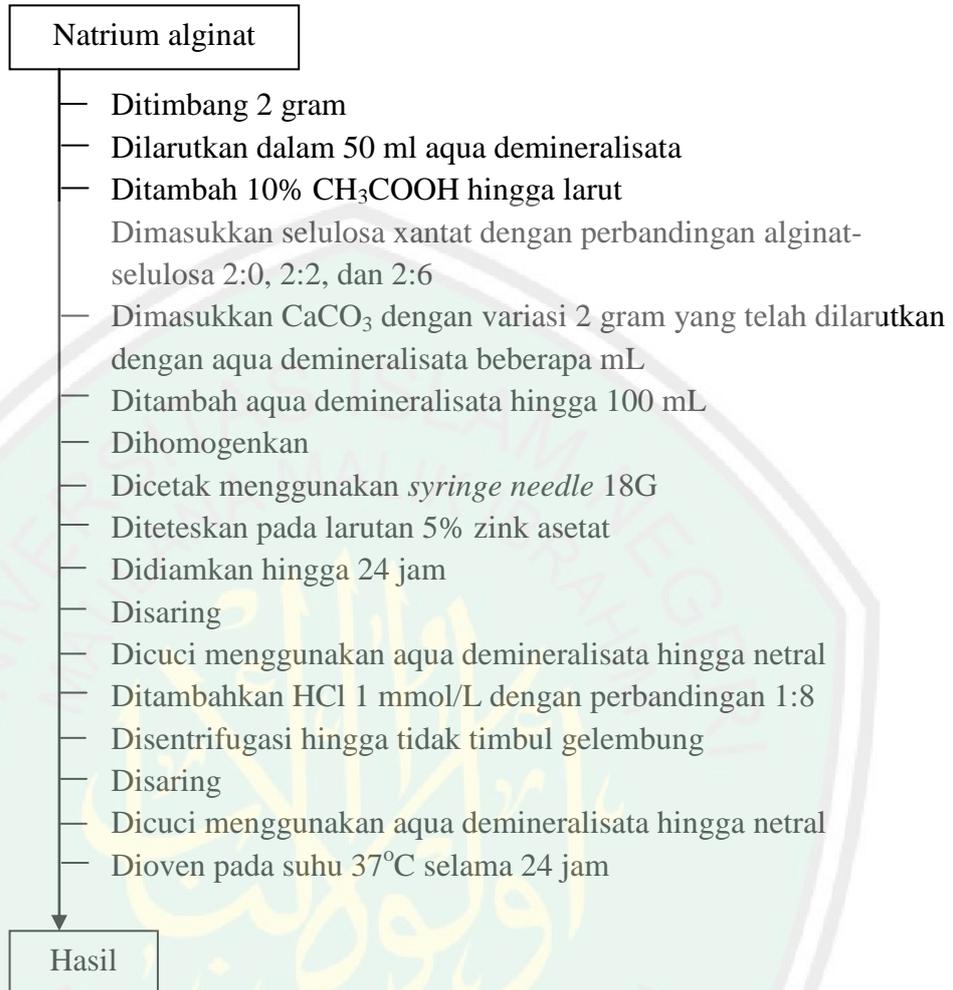
2. Ekstraksi Selulosa dari batang jagung



3. Pembentukan Selulosa Xantat



4. Penentuan Konsentrasi Terbaik CaCO_3 dalam Pembentukan Pori Bead



5. Analisis Morfologi Permukaan

Beads kering

- 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

Hasil



Lampiran 3 Preparasi Larutan

1. Ekstrasi Selulosa

a. NaClO₂ 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 NaClO₂ 1% dibuat dari larutan NaClO₂ 25% dengan mengencerkan 10 mL NaClO₂ dalam 250 mL akuades.

b. CH₃COOH 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 CH₃COOH 10% dibuat dari larutan CH₃COOH 99,85% dengan mengencerkan 10,02 mL CH₃COOH 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:

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

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

$$M = 37\%$$

$$M_2 = 0,001$$

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

Ditanya: V_1

Jawab:

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

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

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

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

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

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

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

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

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:

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

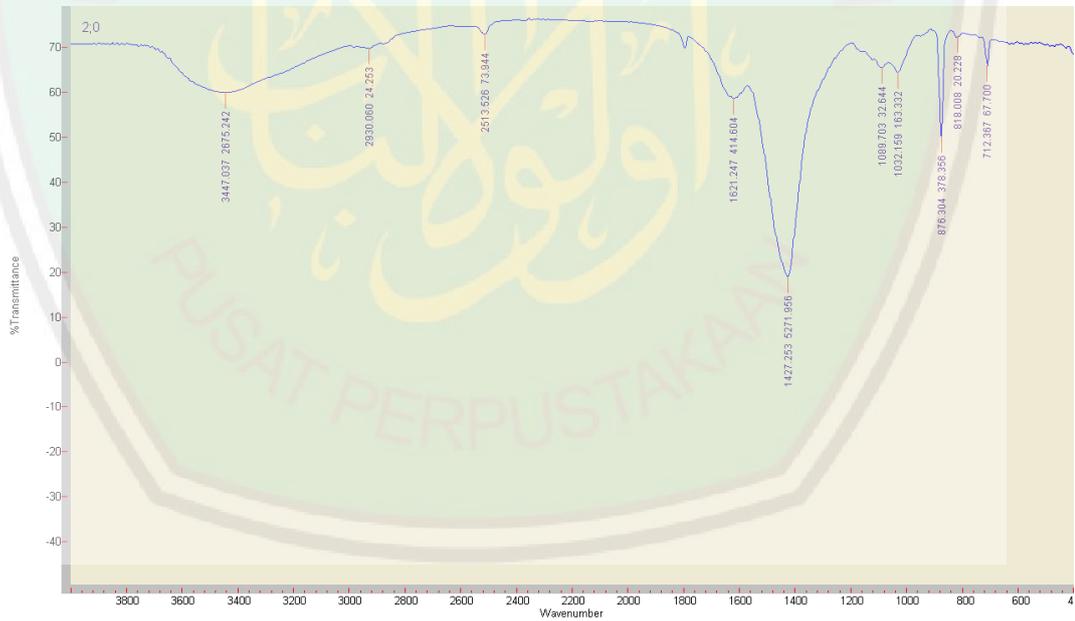
Jadi, larutan NaOH 6% dibuat dengan 6 gr NaOH yang diencerkan dalam 100 mL akuades

Lampiran 4 Hasil FTIR

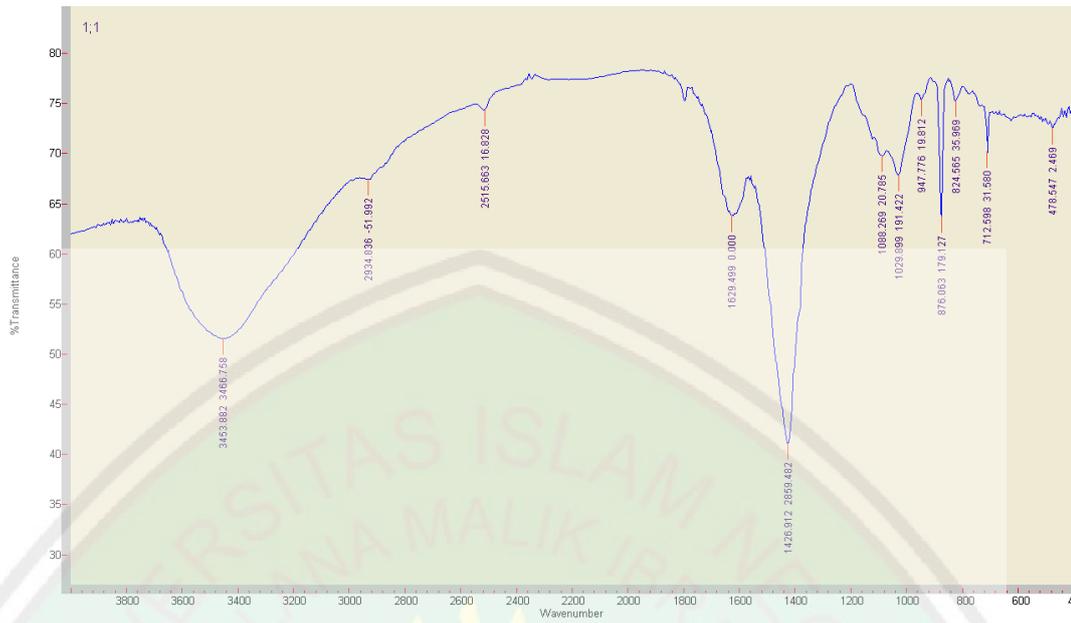
1. Selulosa Xantat



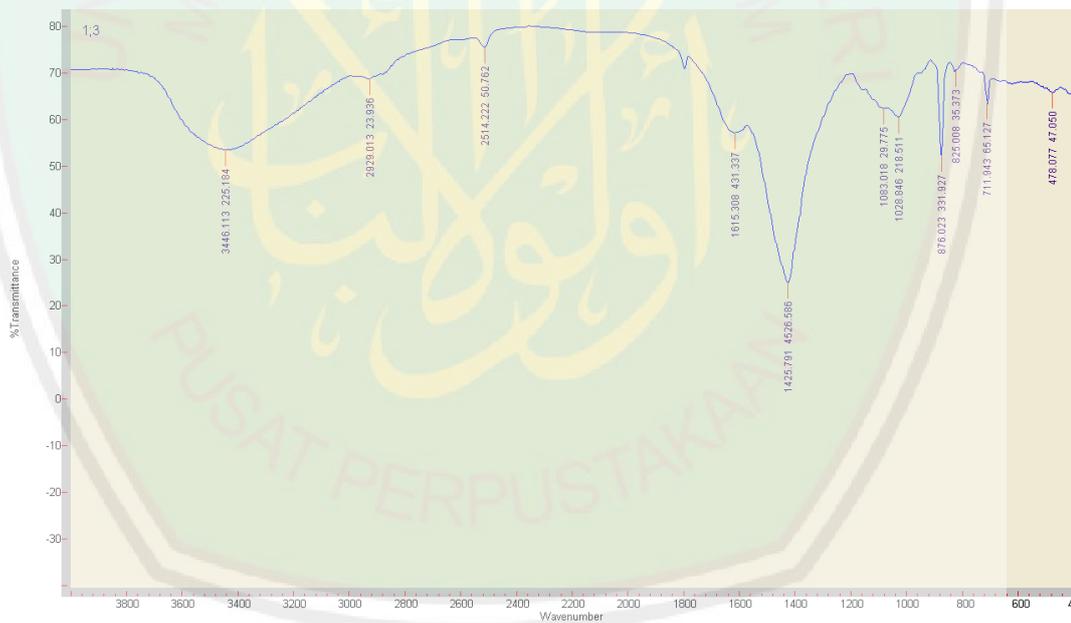
2. Beads Alginat: Selulosa (2:0)



3. Beads Alginat: Selulosa (2:2)



4. Beads Alginat: Selulosa (2:6)

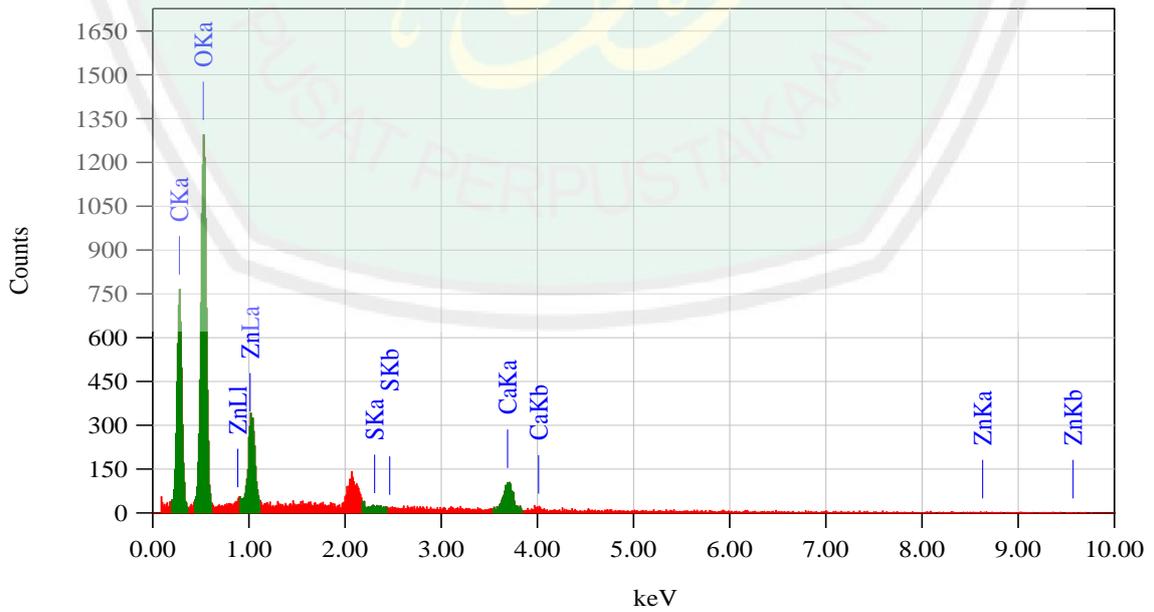
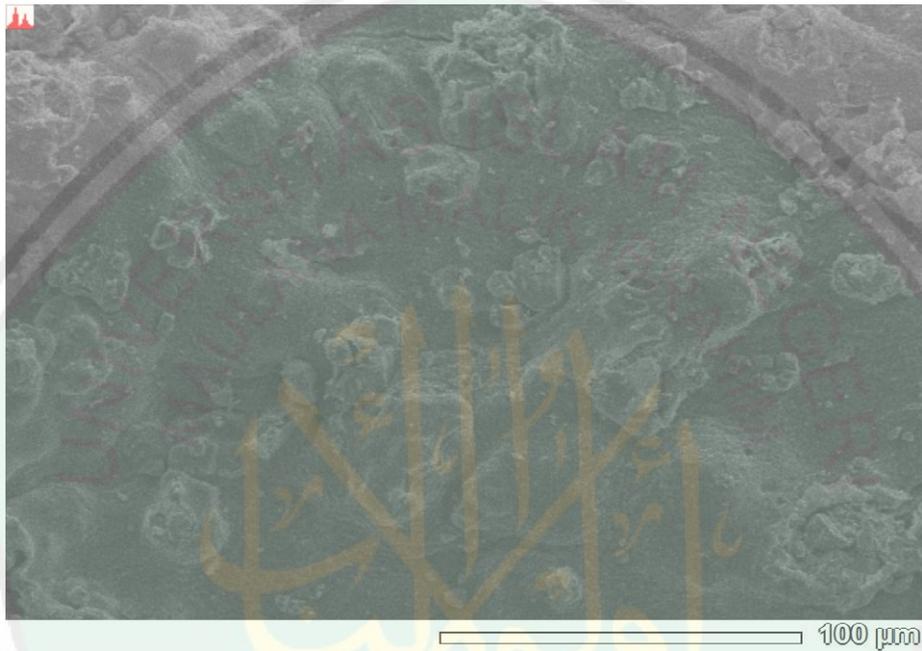


Lampiran 5 Hasil SEM-EDX

1. Hasil SEM-EDS *Beads* Alginat:Selulosa (2:0)

Title : IMG1

Instrument : 6510 (LA)
Volt : 10.00 kV



Acquisition Parameter

Instrument : 6510 (LA)
Acc. Voltage : 10.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 51.63 sec
Live Time : 50.00 sec
Dead Time : 3 %
Counting Rate: 605 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5753

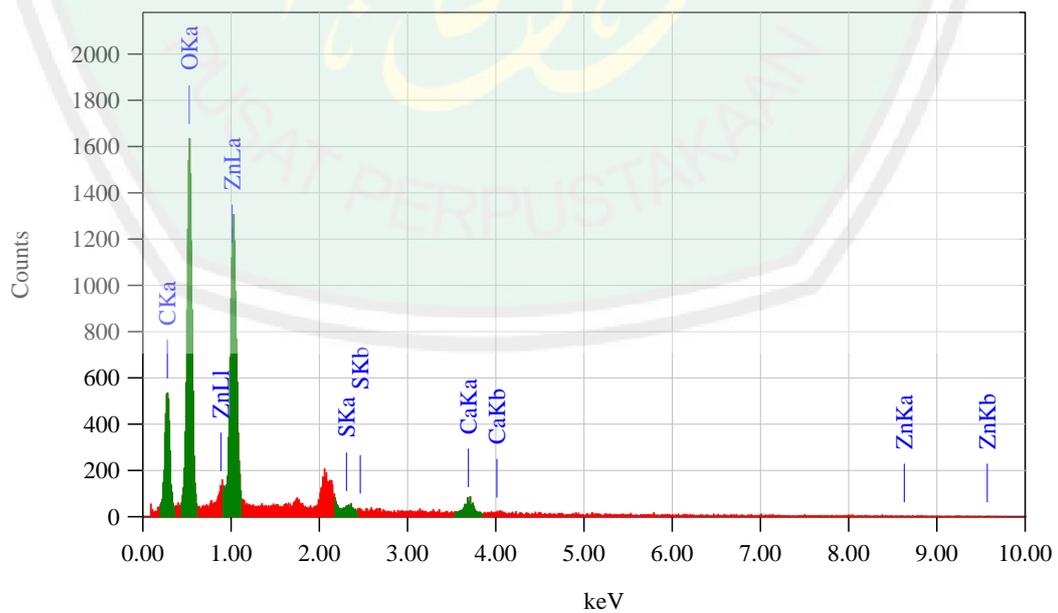
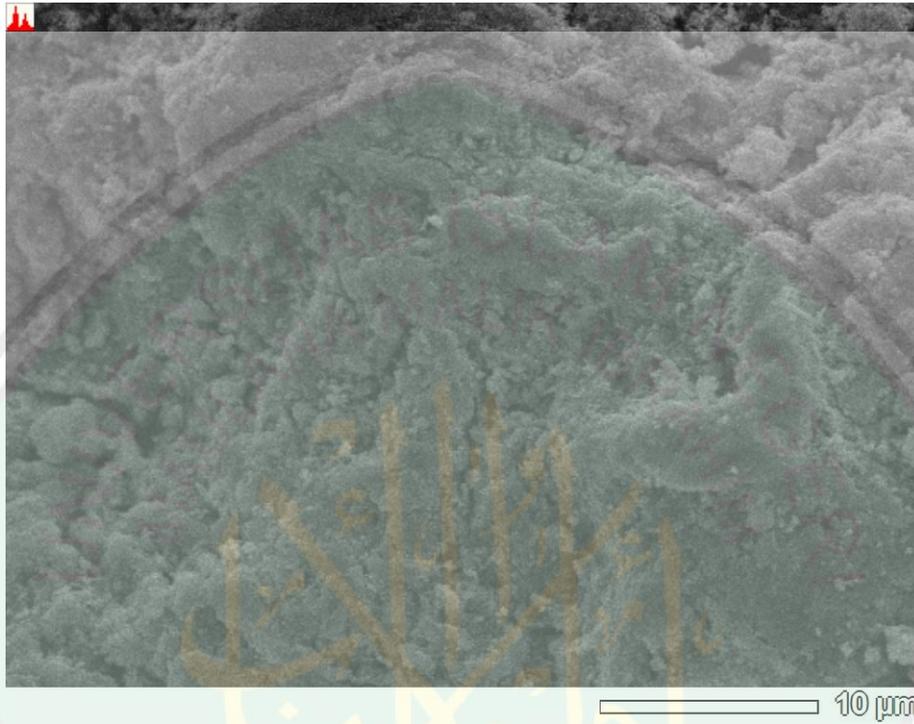
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	43.44	0.21	54.91				39.1011
O K	0.525	43.40	0.36	41.19				46.0481
S K*	2.307	0.40	0.34	0.19				0.5645
Ca K	3.690	5.08	0.88	1.92				7.6346
Zn L*	1.012	7.67	0.47	1.78				6.6518
Total		100.00		100.00				

2. Hasil SEM-EDS *Beads* Alginat:Selulosa (2:2)

Title : IMG1

Instrument : 6510(LA)

Volt : 10.00 kV



Acquisition Parameter

Instrument : 6510 (LA)
Acc. Voltage : 10.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 33.24 sec
Live Time : 30.70 sec
Dead Time : 7 %
Counting Rate: 1454 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

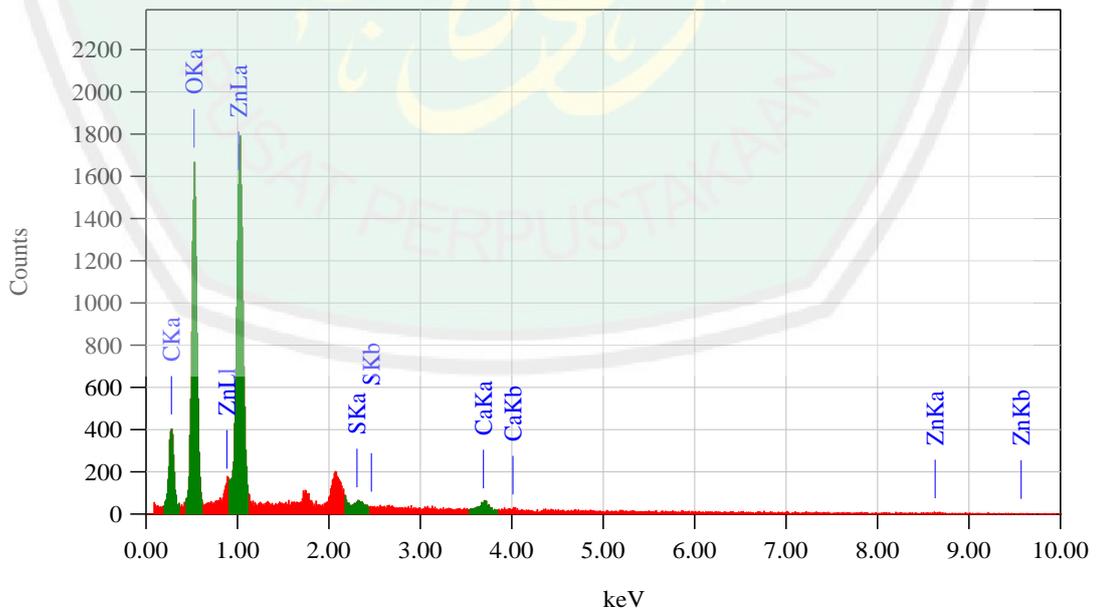
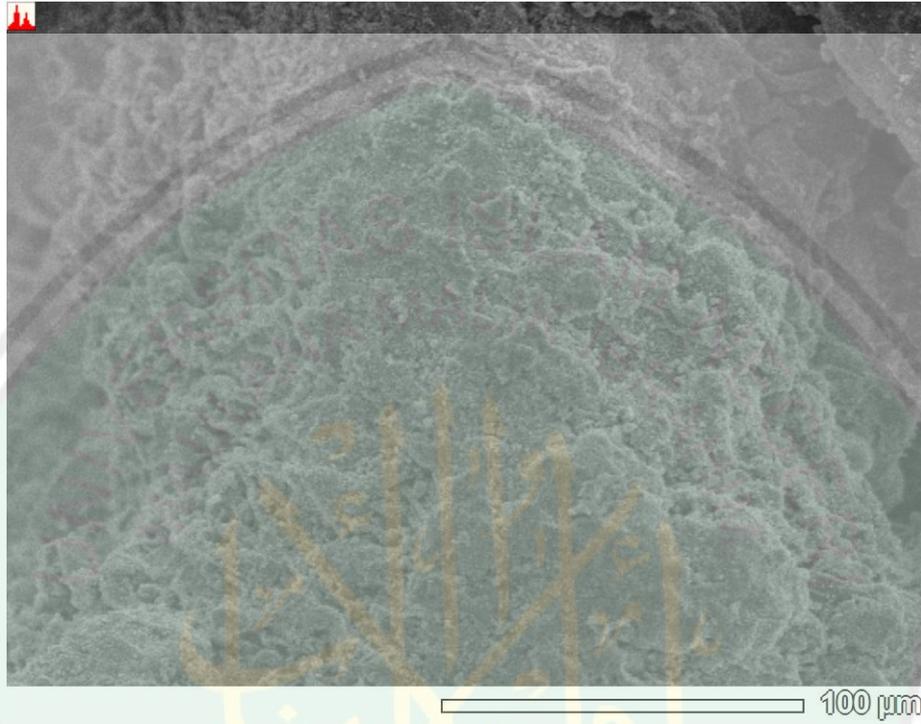
Fitting Coefficient : 0.5547

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	33.74	0.31	49.25				23.7421
O K	0.525	39.18	0.34	42.93				48.5021
S K*	2.307	0.52	0.38	0.28				0.7332
Ca K	3.690	2.46	0.94	1.07				3.8638
Zn L*	1.012	24.10	0.47	6.46				23.1588
Total		100.00		100.00				

3. Hasil SEM-EDS *Beads* Alginat:Selulosa (2:6)

Title : IMG1

Instrument : 6510 (LA)
Volt : 10.00 kV



Acquisition Parameter

Instrument : 6510 (IA)
Acc. Voltage : 10.0 kV
Probe Current: 1.00000 nA
PHA mode : T3
Real Time : 51.28 sec
Live Time : 48.41 sec
Dead Time : 5 %
Counting Rate: 1087 cps
Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5459

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation	K
C K	0.277	27.25	0.40	43.93				16.4253
O K	0.525	37.16	0.37	44.98				47.7533
S K*	2.307	0.66	0.44	0.40				0.9020
Ca K	3.690	1.79	1.08	0.87				2.7722
Zn L*	1.012	33.14	0.52	9.82				32.1472
Total		100.00		100.00				