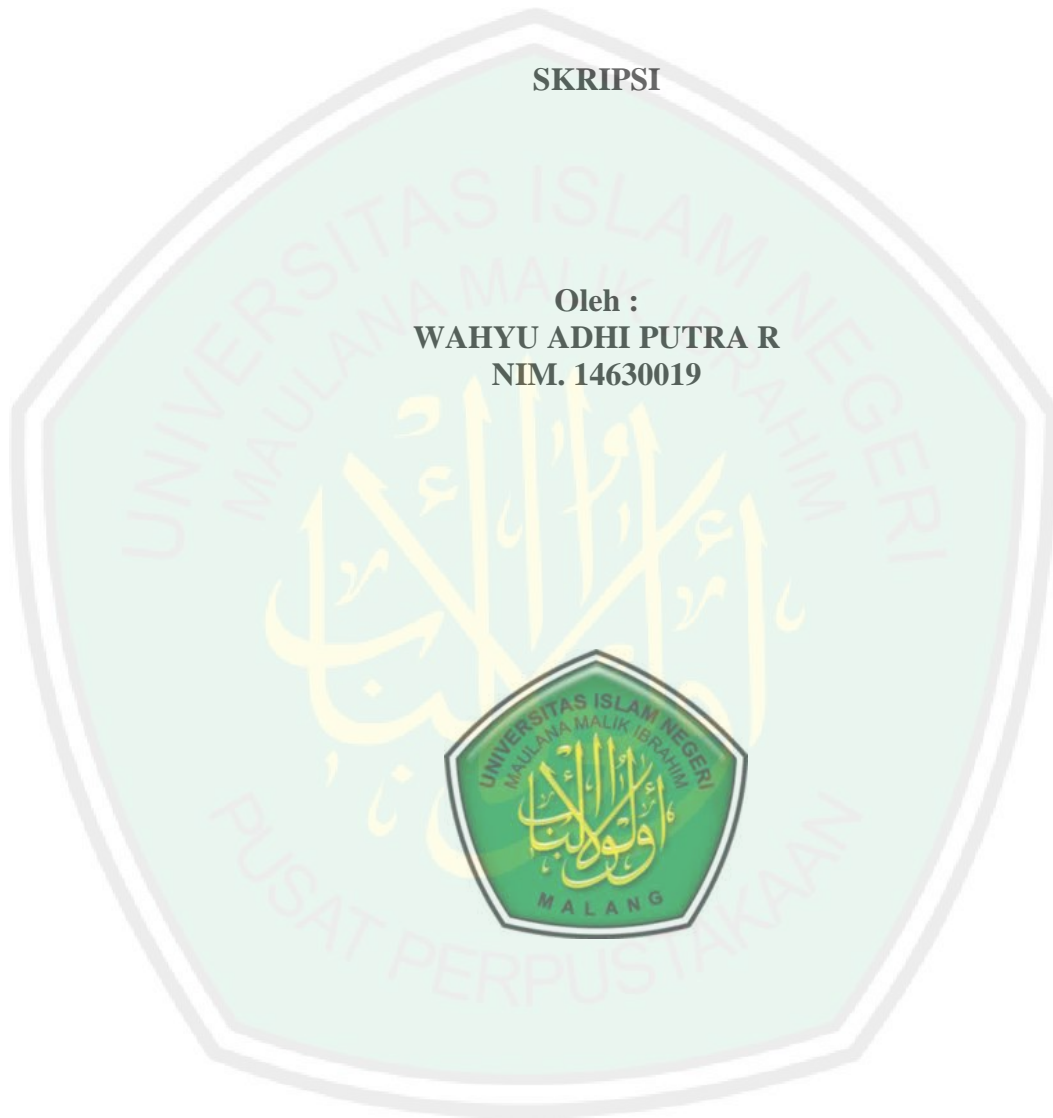


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT-SELULOSA
XANTAT DARI BATANG JAGUNG DENGAN VARIASI POROGEN
LEVEL KONSENTRASI RENDAH**

SKRIPSI

Oleh :
WAHYU ADHI PUTRA R
NIM. 14630019



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT-SELULOSA
XANTAT DARI BATANG JAGUNG DENGAN VARIASI POROGEN
LEVEL KONSENTRASI RENDAH**

SKRIPSI

Oleh:
WAHYU ADHI PUTRA R
NIM. 14630019

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**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT-SELULOSA
XANTAT DARI BATANG JAGUNG DENGAN VARIASI POROGEN
LEVEL KONSENTRASI RENDAH**

SKRIPSI

Oleh:
WAHYU ADHI PUTRA R
NIM. 14630019

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 10 Mei 2019

Pembimbing I

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

Pembimbing II

M. Imamudin, Lc, M.A
NIP. 197406022009011010



Mengetahui,
Ketua Jurusan

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI BEADS ALGINAT-SELULOSA
XANTAT DARI BATANG JAGUNG DENGAN VARIASI POROGEN
LEVEL KONSENTRASI RENDAH**

SKRIPSI

Oleh:
WAHYU ADHI PUTRA R
NIM. 14630019

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 10 Mei 2019

Penguji Utama : Himmatul Barroroh, M.Si (.....)
NIP. 19750730 200312 2 001

Ketua Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si (.....)
NIDT. 19830125 2016081 2 068

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

Anggota Penguji : M. Imamudin, Lc, M.A (.....)
NIP. 197406022009011010



Mengesahkan,
Ketua Jurusan

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

PERNYATAAN KEASLIAN TUISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Wahyu Adhi Putra R

NIM : 14630019

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-selulosa Xantat dari Batang Jagung dengan Variasi Porogen Level Konsentrasi Rendah

Menyatakan dengan Sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya sendiri, bukan meruakan pengambilan data, tulisan atau pemikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada datar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut

Malang, 10 Mei 2019

Yang membuat
pernyataan



Wahyu Adhi Putra R
NIM. 14630019

PERSEMBAHAN

Dengan mengucapkan syukur alhamdulillah, saya persembahkan skripsi ini untuk:

1. Allah SWT, yang telah meridhoi dan memudahkan segala aktiivitas.
2. Orang tua (Soepardi dan Uswatun Ni'mah) dan keluarga tercinta, yang senantiasa melantunkan doa dan dukungan kepada saya.
3. Teman-teman angkatan 2014, khususnya team beads (azizah, cicik, dan nanang), kimia fisik squad (Feri dan Mala), teman kontrakan, teman LDK At-tarbiyah, boby, caca, dan nairil yang telah membantu dan memberikan dukungan selama berjalannya penelitian hingga dapat menyelesaikan skripsi ini.



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr.Wb

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat, Taufiq dan hidayah-Nya tiada henti dan tiada batas kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan proposal dengan judul “**Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dari Batang Jagung dengan Variasi Porogen Level Konsentrasi Rendah**”. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW, keluarga, sahabat dan umat yang mengikutinya.

Selanjutnya penulis mengucapkan terimakasih kepada semua pihak yang telah membantu terselesaikannya proposal ini. Ucapan terimakasih ini penulis sampaikan kepada:

1. Orang tua dan keluarga penulis, selaku pendukung serta senantiasa memberikan restu kepada penulis dalam menuntut ilmu.
2. Eny Yulianti, M.Si dan M. imamudin, Lc, M.A selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan
3. Himmatul Baroroh, M.Si dan Rif'atul Mahamudah, M.Si., selaku penguji dan konsultan yang telah memberikan pengarahan.
4. Elok Kamilah Hayati, M.Si., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Dr. Sri Harini, M.Si., selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

6. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag., selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Segenap civitas akademi Jurusan Kimia, terutama seluruh dosen, terimakasih atas segenap ilmu dan bimbinganya
8. Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan proposal ini baik berupa materil maupun moril.

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

Wassalamu'alaikum Wr. Wb

Malang, 5 Februari 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
LEMBAR ORISINILITAS	iv
LEMBAR PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR RUMUS	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT.....	xv
المستخلص.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	6
2.1 Potensi Batang Jagung Sebagai Sumber Polimer	6
2.2 Selulosa dan Alginat sebagai Bahan Baku Pembuatan <i>Beads</i>	7
2.2.1 Selulosa	7
2.2.1.1 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung	8
2.2.1.2 Sintesis Selulosa Xantat dari Selulosa Batang Jagung.....	9
2.2.2 Alginat	11
2.3 Potensi Natrium Klorida (NaCl) sebagai Porogen	12
2.4 Metode Pembuatan Alginat-Selulosa <i>Beads</i>	13
2.5 Karakterisasi.....	15
2.5.1 Analisis Kadar Lignin pada Sampel.....	15
2.5.2 Analisis Daya Mengembang (<i>Swelling</i>) Alginat-Selulosa Xantat <i>Beads</i>	15
2.5.3 Analisis Interaksi Kimia <i>Beads</i> dengan FTIR.....	16
2.5.4 SEM-EDX.....	18
2.5.5 Analisis Porositas <i>Beads</i>	18
2.6 Perspektif Islam dan Sains	19
BAB III METODOLOGI	21
3.1 Pelaksanaan Penelitian	21
3.2 Alat dan Bahan.....	21
3.2.1 Alat.....	21
3.2.2 Bahan.....	21
3.3 Rancangan Penelitian	22

3.4	Tahapan Penelitian	22
3.5	Pelaksanaan Penelitian	22
3.5.1	Preparasi Sampel	22
3.5.2	Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung	23
3.5.3	Analisis Kadar Lignin pada Sampel.....	23
3.5.4	Pembuatan Selulosa Xantat.....	24
3.5.5	Pembuatan <i>Beads</i> Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Konsentrasi Porogen.....	24
3.5.6	Karakterisasi.....	25
3.5.6.1	Uji <i>Swelling Beads</i>	25
3.5.6.2	Analisis Gugus Fungsi	25
3.5.6.3	Analisis Bentuk dan Morfologi <i>Beads</i>	26
3.5.6.4	Analisis Porositas <i>Beads</i>	26
3.5.6.5	Analisis Data	26
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	28
4.1	Ekstraksi Selulosa	28
4.2	Sintesis Selulosa Xantat	32
4.3	Pembuatan <i>Beads</i> Alginat-Selulosa Xantat.....	34
BAB V	PENUTUP	44
5.1	Kesimpulan	44
5.2	Saran.....	44
	DAFTAR PUSTAKA	45
	LAMPIRAN.....	49

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Polimer sintetik dan biopolimer	6
Table 3.1	Analisis daya <i>swelling beads</i> dengan variasi porogen NaCl.....	25
Tabel 3.2	Analisis gugus fungsi	26
Tabel 3.3	Analisis permukaan <i>beads</i> menggunakan SEM-EDX.....	26
Tabel 4.1	Data bilangan gelombang (cm^{-1}) pada spektrum IR selulosa standar, selulosa hasil ekstraksi, selulosa xantat, <i>beads</i> tanpa porogen dan <i>beads</i> porogen NaCl 9,3%	32
Tabel 4.2	Persen atom pada <i>beads</i> AC-0 dan AC-3	35
Tabel 4.3	Konduktivitas air bekas pencucian <i>beads</i>	36
Tabel 4.4	Hasil uji normalitas diameter variasi konsentrasi porogen (AC-0) 0%, (AC-1) 3,3%, (AC-2) 6,5%, (AC-3) 9,3% dan waktu perendaman (t0) 0 jam, (t3) 3 jam, (t9) 9 jam, (t2) 12 jam dan (t24) 24 jam terhadap diameter <i>beads</i>	38
Tabel 4.5	Hasil uji <i>Kruskal-Wallis</i> penambahan variasi konsentrasi porogen dan waktu perendaman terhadap daya <i>swelling</i> (%)	38
Tabel 4.6	Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau <i>tukey</i> penambahan konsentrasi porogen (AC-0) 0%, (AC-1) 3,3%, (AC-2) 6,5%, dan (AC-3) 9,3% terhadap daya <i>swelling</i> (%).....	40
Tabel 4.7	Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau <i>tukey</i> variasi waktu perendaman (t0) 0 jam, (t3) 3 jam, (t9) 9 jam, (t2) 12 jam dan (t24) 24 jam terhadap daya <i>swelling</i> (%).....	40
Tabel L.4.1	Nilai Konduktivitas Aquades <i>Beads</i>	61
Tabel L.4.2	Nilai Porositas <i>Beads</i>	62
Tabel L.4.3	Nilai daya <i>Swelling beads</i>	62

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur selulosa.....	7
Gambar 2.2	Reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa menggunakan NaOH	8
Gambar 2.3	Struktur selulosa xantat.....	10
Gambar 2.4	Morfologi <i>Raw Corn Stalk</i> (RCS) dan <i>Novel Corn Stalk Xanthate</i> (XMCS)	10
Gambar 2.5	Struktur alginat.....	11
Gambar 2.6	Hasil SEM <i>beads</i> dengan NaCl (a) dan tanpa NaCl (b).....	13
Gambar 2.7	Pembuatan <i>beads</i> dengan perbedaan teknik : <i>dropping</i> (a), <i>jet cutting</i> (b), <i>spinning drop atomization</i> (c), <i>spinning disc atomization</i> (d), dan dispersi (e).....	14
Gambar 2.8	Reaksi taut silang antara alginat dan ion zink.....	15
Gambar 2.9	Spektra IR XMCS (selulosa xantat) dan RCS (selulosa batang jagung).....	17
Gambar 2.10	Serapan IR alginat-selulosa xantat <i>beads</i>	17
Gambar 4.1	Serbuk batang jagung (a) cairan hasil ekstraksi (b) selulosa hasil ekstraksi (c).....	28
Gambar 4.2	Mekanisme rekasi hidrolisis selulosa.....	30
Gambar 4.3	Selulosa setelah dilakukan pemutihan (a) Selulosa setelah hidrolisis (b)	30
Gambar 4.4	Spektra IR serbuk batang jagung (a), selulosa hirolisis (b), dan selulosa Xantat(c), <i>beads</i> AC-0 (d) dan AC-3 (e).....	31
Gambar 4.5	Reaksi sintesis selulosa menjadi selulosa xantat.....	33
Gambar 4.6	Selulosa alkali (a) dan selulosa xantat (b).....	34
Gambar 4.7	Hasil karakterisasi mikroskop optik perbesaran 0,75 X 10 Kali (A) <i>beads</i> AC-0 (B) AC-1 (C) AC-2 (D) AC-3	36
Gambar 4.8	Grafik distribusi diameter <i>beads</i> terhadap variasi waktu perendaman (t0) 0 jam, (t3) 3 jam, (t9) 9 jam, (t2) 12 jam dan (t24) 24 jam	37
Gambar 4.9	Grafik nilai porositas dan <i>swelling</i> T24 <i>beads</i> (%).....	37
Gambar 4.10	Gambar SEM untuk <i>beads beads</i> AC-0 perbesaran 500x (a) 1500x (b) 3000x (c) dan <i>beads</i> AC-3 perbesaran 500x (d) 1500x (e) 3000 (f)..	41
Gambar 4.11	Gambar SEM untuk <i>beads</i> porogen NaCl 1,5 gram perbesaran (a) 500x dan (b) 3000x	42

DAFTAR RUMUS

Rumus 2.1	Daya <i>Swelling</i>	16
Rumus 2.2	Porositas	18
Rumus 3.1	% Selulosa.....	24
Rumus 3.2	% lignin	24
Rumus L.3.1 (a)	Pengenceran dari Massa Senyawa	55
Rumus L.3.1 (b)	Pengenceran dari Persen Larutan	55
Rumus L.3.2 (c)	Pengenceran dari Larutan Pekat.....	57
Rumus L.4.1	Rendemen Sampel.....	59



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Rancangan Penelitian.....	49
Lampiran 2	Skema Kerja.....	50
Lampiran 3	Preparasi Larutan	55
Lampiran 4	Perhitungan	59
Lampiran 5	Spektrum IR.....	64
Lampiran 6	Diameter <i>Beads</i>	67
Lampiran 7	Diameter Pori <i>Beads</i> AC-0	74
Lampiran 8	Hasil Uji Statistik Diameter dan Swelling Terhadap Variasi Lama Perendaman dan Konsentrasi Porogen	75
Lampiran 9	Mikroskop Optik.....	83
Lampiran 10	SEM-EDX.....	84



ABSTRAK

Rohmatullah, Wahyu A.P. Sintesis dan Karakterisasi Beads Alginat-selulosa Xantat dari Batang Jagung Dengan Variasi Porogen Level Konsentrasi Rendah. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si., Pembimbing II; M. imamudin, Lc, M.A., Konsultan: Rif'atul Mahmudah M.Si.

Kata Kunci: Alginat-selulosa xantat, batang jagung, gelas ionik, porogen NaCl

Selulosa merupakan biopolimer yang melimpah di alam dan bersifat biodegradable. Biopolimer tersebut dapat digunakan sebagai bahan pembuatan beads. Pada penelitian ini, selulosa diekstrak dari batang jagung kemudian dirubah menjadi turunanya yaitu selulosa xantat untuk mengoptimalkan penyerapan beads. Penyerapan beads dapat ditingkatkan dengan penambahan porogen. Porogen yang digunakan adalah natrium klorida (NaCl) dengan variasi 3,3; 6,5 dan 9,3%. Beads dibuat dengan metode gelas ionik.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penambahan porogen NaCl terhadap daya swelling beads alginat-selulosa xantat, mengetahui karakter beads alginat-selulosa xantat berdasarkan analisis gugus fungsi, morfologi permukaan dan porositas dari beads alginat-selulosa xantat optimum. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR), mikroskop optik, dan Scanning Electron Microscopy-Energi Dipersif sinar-X (SEM-EDX).

Beads yang dihasilkan memiliki diameter 2,6-5,8 mm. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan keberhasilan ikat silang antara Zn^{2+} dan alginat dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 819 cm^{-1} untuk beads AC-0 dan 815 cm^{-1} pada beads AC-3.cm-1. Penambahan variasi porogen NaCl tidak berdampak signifikan terhadap daya *swelling beads*. Beads dengan penambahan porogen NaCl memiliki morfologi yang kasar, berlipat-lipat serta terdapat retakan, sedangkan *beads* tanpa porogen memiliki morfologi kasar dan berpori. Hasil EDX menunjukkan beads AC-3 masih mengandung atom Na dan Cl sebesar 7,05 dan 0,05%.

ABSTRACT

Rohmatullah, Wahyu A.P. Synthesis and characterization of Xantat cellulose genes from corn stalks with porogen variations at low concentration levels. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang I: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing II; Rif'atul Mahmudah M.Si.

Keywords: Alginate-cellulose xanthate, corn stalks, ionic gelation, porogen NaCl.

Cellulose is a biopolymer that is abundant in nature and biodegradable. The biopolymer can be used as a material for making beads. In this study, cellulose extracted from corn stalks was then converted into a cellulose xanthate derivative to optimize absorption of beads. Absorption of beads can be increased by adding porogen. The porogen used is sodium chloride (NaCl) with a variation of 3.3; 6.5 and 9.3%. Beads are made by ionic gelation method.

This study aimed to determine the effect of adding porogen NaCl to the power of alginate-cellulose xanthate swelling beads, to determine the character of alginate-cellulose xanthate beads based on functional group analysis, surface morphology and porosity of the optimum alginate-cellulose xanthate beads. The synthesis results were characterized using Fourier Transform Infra Red (FTIR), optical microscopy, and Scanning Electron Microscopy- Energy Dispersivity X-ray (SEM-EDX)

The resulting beads have a diameter of 2.6-5.8 mm. The results of characterization using FTIR showed the success of crosslinking between Zn^{2+} and alginate in the presence of absorption shifts at wavelengths between $1400-1700\text{ cm}^{-1}$. The addition of porogen NaCl variations did not significantly influence the power of swelling beads. Beads with the addition of porogen NaCl have a rough, multiple-fold morphology and cracks, while beads without porogens have a rough and porous morphology. The EDX results show that AC-3 beads still contain Na and Cl atoms of 7.05 and 0.05%.

المستخلص

رحمة الله , وحيو.ا.ف. تحضير وتوصيف حبات الجينات-السليولوز سنتات من سيقان الذرة بواسطة طريقة الهلام الأيونية.

المشرفة الأولى :إيني يوليانتني، الماجستير؛ المشرف الثاني،محمد امام الدين الماجستير؛

الكلمات الرئيسية: ألجيناتي - سليولوز سنتات ، سيقان الذرة ، وهلام الأيونية ، فورغين

NaCl

السليولوز هو بوليمر بيولوجي وفير في الطبيعة وقابل للتحلل الحيوي. البوليمرات الحيوية يمكن أن تستخدم كمواد صنع الخرز.في هذه الدراسة ، تم تحويل السليولوز المستخرج من سيقان الذرة إلى مشتق سليولوز سنتات لتحسين امتصاص الخرز. يمكن زيادة امتصاص الخرز بإضافة فورغين. فورغين المستخدم هو الصوديوم كلوريد (NaCl) مع اختلاف ٣.٣؛ ٦.٥ و ٩.٣٪. يتم إجراء الخرز عن طريق طريقة الهلام الأيونية.

تهدف هذه الدراسة إلى تحديد تأثير إضافة فورغين NaCl إلى قوة حبات التورم من ألجينات - سليولوز سنتات معرفة نوع من حبات الجينات - السليولوز سنتات على أساس تحليل مجموعة وظيفية، التشكل السطحي ومسامية من حبات الجينات السليولوز سنتات الأمثل، تميزت نتائج التوليف باستخدام تحويلة فورييه الحمراء (FTIR)، البصريات المجهر، وتظليل الإلكترون المجهرى للطاقة أشعة سينية حساسة (SEM-EDX)،

أظهرت نتائج التوصيف باستخدام FTIR نجاح التشابك بين Zn^{2+} والألجينات مع تغير في الامتصاص عند طول الموجية بين ١٤٠٠-١٧٠٠ سم⁻¹. إضافة الفرق في فورغين الصوديوم كلوريد لا يؤثر بشكل كبير على قوة التورم. حبات مع إضافة مادة فورغين NaCl لها التشكل وخشونة متعددة الشقوق ، في حين أن الخرز دون فورغين لها مورفولوجيا الخام والتي يسهل اختراقها. تظهر نتائج EDX أن خرز AC-3 لا تزال تحتوي على ذرات Na و Cl من ٧.٠٥ و ٠.٠٥٪.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Definisi *beads* secara spesifik berbeda-beda bergantung bahan dan penggunaannya. terdapat beberapa jenis *Beads* dari biopolimer diantaranya adalah alginate *beads* (Peretz *et al.*, 2015), kitosan *beads* (Cahyaningrum dkk, 2008) dan selulosa *beads* (Ren *et al.*, 2016). Untuk meningkatkan kualitas dari *beads* dapat dilakukan penggabungan dari beberapa jenis polimer seperti alginat dan selulosa. Alginat-selulosa *beads* dapat digunakan sebagai adsorben, pemurnian air, penambat pupuk, dan *drug dilevery*.

Produksi jagung di Indonesia dari tahun 2013-2015 terjadi kenaikan produksi jagung yang signifikan (Data Badan Pusat Statistik Indonesia, 2017). Peningkatan produksi jagung juga menyebabkan peningkatan limbah batang jagung. Limbah pertanian ini masih kurang dimanfaatkan oleh masyarakat. Padahal Allah SWT telah menerangkan dalam QS Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذَلِكُمْ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا
مِنَ النَّارِ

Artinya:

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.

Al-Qurtubi (2007) Allah tidak menciptakan segala sesuatu sia-sia dan senda gurau belaka, atau Allah SWT menciptakan semuanya itu untuk sebuah perkara yang benar agar menjadi bukti atas kekuasaan Allah. Berdasarkan ayat tersebut, maka tidak ada yang diciptakan dengan tanpa maksud, tak terkecuali batang jagung. Penelitian Boufi dan Achraf (2016) menyatakan bahwa dalam batang jagung

terdapat 69% selulosa. Tingginya kadar selulosa batang jagung dapat dimanfaatkan sebagai bahan pembuatan *beads* alginat-selulosa xantat.

Selulosa sederhana dalam batang jagung dapat digunakan dalam pembuatan *beads*, namun secara umum *beads* yang terbuat dari selulosa sederhana memiliki daya serap yang rendah yang disebabkan oleh adanya gugus $-OH$ (Zheng dan Peipei, 2016). Oleh karena itu selulosa perlu dirubah menjadi turunannya seperti selulosa asetat, selulosa nitrat, metil selulosa (Stevens, 2007) dan selulosa xantat (Zheng dan Peipei, 2016). Menurut Gericke *et al.*, (2013) pembentukan selulosa xantat lebih cepat dari pada selulosa asetat karena reaksi tidak mengalami isolasi. Selulosa xantat memiliki kristalinitas lebih tinggi dan tidak mudah terbakar.

Pembuatan selulosa xantat dilakukan dengan merubah selulosa pada batang jagung menjadi selulosa xantat yang larut dalam NaOH encer dengan proses alkalisasi, *aging*, dan penambahan CS_2 . Natrium selulosa xantat yang dihasilkan akan dilarutkan dengan menggunakan NaOH. Menurut penelitian Puspitasari (2017) pelarutan natrium selulosa xantat menggunakan variasi konsentrasi NaOH 4,6 dan 8% didapatkan konsentrasi NaOH terbaik yaitu 6% yang memiliki viskositas 0,024 Pa.s.

Alginat merupakan polimer alami yang sering diaplikasikan sebagai material hidrogel untuk medis karena alginat adalah material yang melimpah, biokompatibel, dan tidak beracun (Wu *et al.*, 2017). Natrium alginat larut dalam air dan memiliki struktur seperti jala yang dapat bertaut-silang dengan kation divalen dan polivalen (Patil dkk, 2010)

Pembuatan *beads* alginat-selulosa xantat perlu memperhatikan komposisi dari selulosa dan alginat. Puspitasari (2017) menyatakan bahwa semakin meningkat komposisi selulosa pada komposit alginate-selulosa maka daya *swelling beads* juga meningkat. Komposisi optimal alginat-selulosa xantat adalah 1:3 yang menghasilkan daya *swelling beads* tertinggi yaitu 63,8%. Komposisi selulosa dalam *beads* alginat-selulosa xantat mempengaruhi daya serap *beads*. Penelitian Sönmez *et al.*, (2016) penambahan selulosa 25% pada komposit alginat-selulosa xantat *beads* dapat meningkatkan daya serap terhadap logam Cu sebanyak 80%.

Kemampuan adsorpsi *beads* juga dapat ditingkatkan dengan penambahan agen pori (porogen). Jenis porogen dalam pembuatan *beads* antara lain natrium bikarbonat (NaHCO_3), kalsium karbonat (CaCO_3), kalium klorida (KCl), natrium klorida (NaCl). Kelebihan penggunaan NaCl sebagai porogen adalah luas permukaan yang dihasilkan lebih besar dan daya serap lebih besar jika dibanding dengan *solvating porogen* (Mane, 2016), selain itu ketersediaan NaCl melimpah dan relatif murah (Chao *et al.*, 2006). Penggunaan NaCl sebagai porogen telah dilakukan oleh Chao *et al.*, (2006), dimana penambahan NaCl pada membran kitosan dapat meningkatkan diameter pori dan daya serap membran dibanding tanpa penggunaan NaCl. Penelitian Zhou *et al.*, (2008) menyatakan NaCl dapat meningkatkan pori dan daya serap pada poli-L-lactide. Sehingga pada penelitian ini akan digunakan NaCl sebagai porogen.

Pembentukan gel pada *beads* dapat dilakukan dengan metode gelasi ionik. Kelebihan dari metode gelasi ionik adalah mudah untuk dilakukan, murah, dan cepat (Agüero *et al.*, 2017). Metode gelasi ionik didasarkan pada pembentukan

hidrogel yang dipengaruhi oleh agen penaut silang. Agen penaut silang merupakan sebuah kation divalen atau polivalen yang akan mengikat polielektrolit sehingga terbentuklah gel (Patil dkk, 2010). Agen penaut silang mempengaruhi daya serap dari *beads*. Sönmez *et al.*, (2016) menyatakan bahwa penggunaan zink asetat ($C_4H_6O_4Zn$) sebagai agen penaut silang pada alginat-selulosa xantat *beads* lebih baik dari pada kalsium klorida ($CaCl_2$) dengan daya serap *beads* 80%.

Berdasarkan latar belakang tersebut, perlu dilakukan pengembangan pembuatan *beads* dari limbah batang jagung dengan variasi porogen 0; 3,3; 6,5; dan 9,3% untuk mendapatkan *beads* terbaik berdasarkan indeks *swelling* tertinggi. *Beads* yang telah disintesis dianalisis menggunakan mikroskop optik dan *Scenning Electron Microscopy-Energi Dipersif sinar-X* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi dan senyawa penyusun permukaan *beads*. Analisis gugus fungsi menggunakan *Fourier Transfom Infra Red* (FTIR) dilakukan pada serbuk batang jagung, fiber selulosa batang jagung, selulosa xantat, dan *beads* alginat-selulosa xantat

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh penambahan porogen NaCl dengan variasi 0; 3,3; 6,5; dan 9,3% terhadap daya *swelling beads* alginat-selulosa xantat?
2. Bagaimana ikatan kimia yang terbentuk pada *beads* alginat-selulosa xantat berdasarkan analisis FTIR?
3. Bagaimana karakterisasi morfologi permukaan berdasarkan analisis menggunakan mikroskop optik dan SEM-EDX, serta porositas dari *beads* alginat selulosa xantat optimum?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh penambahan porogen NaCl dengan variasi 0; 3,3; 6,5; dan 9,3% terhadap daya *swelling beads* alginat-selulosa xantat.
2. Untuk mengetahui ikatan kimia pada *beads* alginat-selulosa xantat berdasarkan analisis FTIR.
3. Untuk mengetahui karakterisasi bentuk permukaan berdasarkan analisis SEM-EDX dan porositas dari *beads* alginat-selulosa xantat optimum.

1.4 Batasan Masalah

1. Batang jagung yang digunakan adalah batang jagung berasal dari Kabupaten Malang.
2. Komposisi alginat : selulosa xantat yang digunakan adalah 0,5:1,5 gram.
3. Reagen dalam pembuatan *beads* selulosan xantat berupa CS₂.
4. Agen ikat silang berupa zink asetat (C₄H₆O₄Zn) 5%.
5. *Beads* optimum didasarkan pada daya *swelling* terbaik.

1.5 Manfaat Penelitian

Membuat *beads* dari komposit alginat-selulosa xantat dari batang jagung.

Meningkatkan nilai ekonomi limbah batang jagung.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Potensi Batang Jagung Sebagai Sumber Biopolimer

Polimer berasal dari bahasa Yunani yaitu "poli" dan "mer" yang memiliki arti "banyak bagian". Zat polimer terdiri dari banyak unsur kimia (monomer) yang membentuk rantai molekul besar yang terdiri dari ribuan atom. Monomer dapat dihubungkan dalam rantai linier, rantai bercabang, atau struktur yang lebih rumit (Cziple dan Marques, 2008). Terdapat dua jenis polimer yaitu polimer alami (biopolimer) dan polimer sintetik. Biopolimer merupakan polimer yang diproduksi dari makhluk hidup, turunan dari sistem mikroba, dan diekstrak dari tumbuhan (Rebello *et al.*, 2017). Berikut adalah perbedaan antara polimer sintetik dan polimer alami.

Tabel 2.1. Polimer sintetik dan biopolimer (Cziple dan Marques, 2008).

Karakteristik Material	Polimer Sintetik	Polimer Alami
Sumber	Petroleum dan gas	<i>Biomassa</i>
kemampuan terurai	Tidak/lambat	Ya
Struktur ikatan kimia	Sebagian besar karbon	Carbon, oksigen, dan nitrogen
Kesimpulan	Bukan sumber terbarukan	Sumber terbarukan dan berkelanjutan

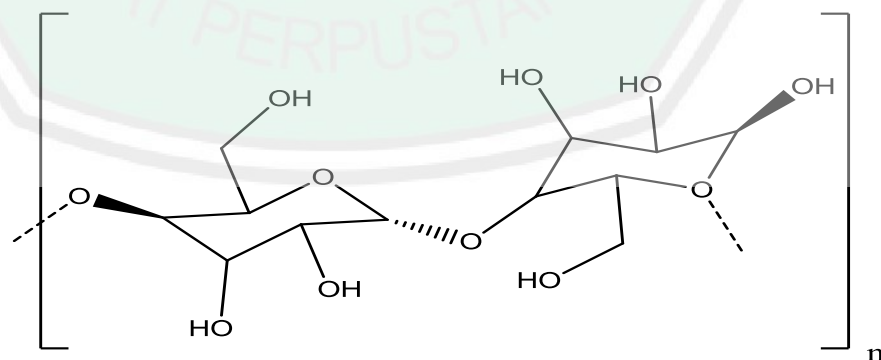
Salah satu biopolimer yang melimpah adalah selulosa dari limbah batang jagung. Penelitian Boufi dan Achraf (2016) menyatakan dalam batang jagung terdapat 31% hemiselulosa, dan 69% selulosa setelah dilakukan *bleaching* menggunakan NaClO_2 .

2.2 Selulosa dan Alginat Sebagai Bahan Baku Pembuatan *Beads*

2.2.1 Selulosa

Selulosa merupakan polimer paling melimpah di alam dan komponen utama dari serat tanaman yang memberikan kekakuan pada tanaman. Selulosa adalah bahan awal untuk konversi kimiawi, bertujuan untuk memproduksi benang berbasis selulosa buatan dan film serta berbagai turunan selulosa yang stabil. Selulosa terdiri dari polisakarida dengan rantai panjang yang terdiri dari unit β -D-glukopiranososa bergabung dengan β -1,4 glikosidik. Selulosa banyak digunakan bidang industri dan kehidupan rumah tangga (Hokkanen, dkk., 2016).

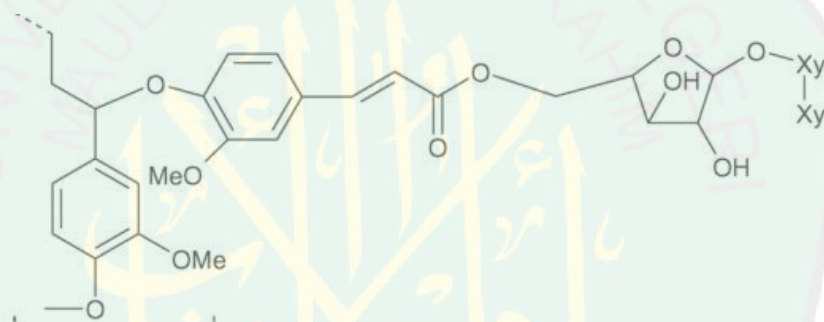
Selulosa mempunyai dua gugus fungsional yaitu metilol dan hidroksil. Tidak adanya sisi rantai atau percabangan pada rantai selulosa, menyebabkan selulosa bersifat semikristalin, yang mempunyai fasa amorf dan kristal. Selulosa memiliki dua tipe gugus hidroksil yaitu, hidroksil primer dalam gugus metilol ($e\text{CH}_2\text{OH}$) pada C-6 dan gugus hidroksil sekunder ($e\text{OH}$) pada C-3 dan C-4. Ikatan hidrogen antar rantai selulosa dan kekuatan Van der waals antara unit glukosa menyebabkan terbentuknya daerah kristalin dalam selulosa (O'Connell *et al.*, 2008)



Gambar 2.1 Struktur selulosa (Moon *et al.*, 2011)

2.2.1.1 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Ekstraksi selulosa pada batang jagung dilakukan dengan menghilangkan senyawa-senyawa non-selulosa seperti lignin, hemiselulosa, dan senyawa lain. Penghilangan lignin dari bahan lignoselulosa (delignifikasi) dapat dilakukan menggunakan pelarut KOH, NH₄OH, dan NaOH. NaOH merupakan pelarut yang baik untuk melarutkan lignin. Larutan NaOH mampu merusak struktur lignin, bagian kristalin, dan amorf, memisahkan sebagian lignin dan hemiselulosa (Gunam *et al.*, 2010). Berikut adalah struktur lignin yang terikat pada hemiselulosa Gambar 2.2



Gambar 2.2 Struktur lignin yang terikat pada hemiselulosa (Buranov dan Mazza 2008)

Selain jenis pelarut, hidrolisis selulosa juga dipengaruhi dengan konsentrasi pelarut. Penelitian Gunam *et al.*, (2010) menggunakan konsentrasi NaOH 2, 4, 6% menyatakan, konsentrasi NaOH optimal adalah 6% dengan aktivitas enzim endoglukonase tertinggi. Puspitasari (2017) menggunakan konsentrasi 4, 6, 8% mendapatkan konsentrasi optimum yaitu 6% yang memiliki viskositas larutan tertinggi.

Ekstrak selulosa pada umumnya berwarna kecoklatan karena masih terdapat kandungan lignin. Pemurnian selulosa dapat dilakukan dengan proses

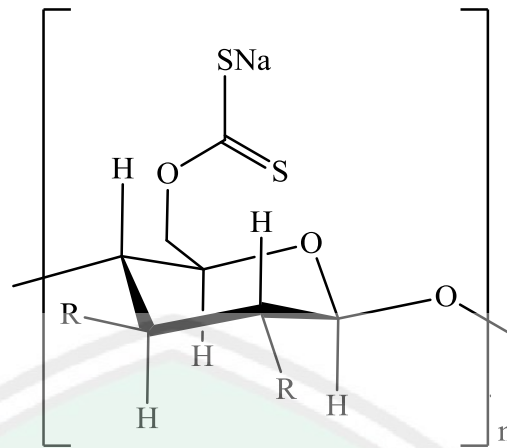
pemutihan (*bleaching*) menggunakan bahan kimia seperti kaporit (CaOCl_2), hidrogen peroksida (H_2O_2), natrium peroksida (Na_2O_2), dan natrium klorida (NaClO_2). NaClO_2 memiliki selektifitas yang tinggi sehingga tidak merusak serat selulosa (Putera, 2012).

Penelitian Putera (2012) pelarut NaClO_2 lebih efektif mendegradasi lignin dari pada pelarut HCl dan H_2O_2 . Hal ini dibuktikan pada analisis menggunakan TGA, pada pelarut NaClO_2 terdapat peak pada suhu 250°C dan 320°C yang menunjukkan terdekomposisinya selulosa dan ikatan glikosidik, sedangkan pada pelarut HCl dan H_2O_2 terdapat peak yang menunjukkan senyawa non-selulosa (lignin) pada suhu 120°C dan selulosa pada 265°C .

Pemurnian hasil ekstraksi selulosa dapat ditingkatkan dengan cara hidrolisis. Hidrolisis berpengaruh terhadap morfologi permukaan serat, struktur, dan kristalinitas serat. Hidrolisis selulosa dapat menggunakan larutan encer HCl. Menurut Halim (1995) larutan encer HCl memiliki kereaktifan yang lebih baik dari H_2SO_4 dan HNO_3 . Penelitian Suvachittanont dan Pookingdao (2013) hidrolisis selulosa dari tongkol jagung dapat meningkatkan kristalinitas selulosa dari 71,13% menjadi 86,31%.

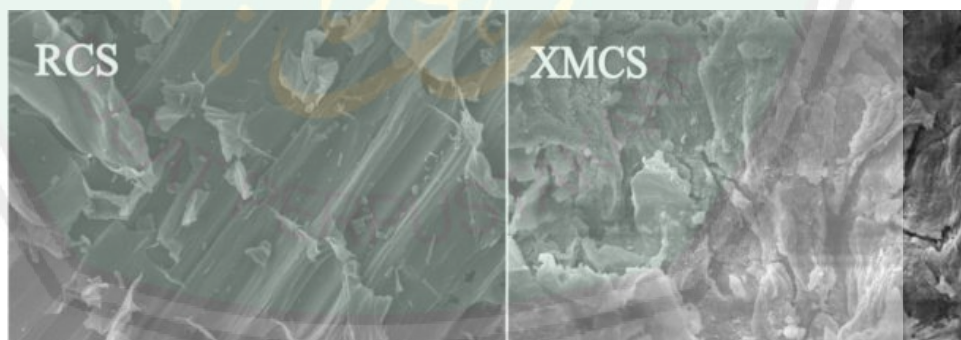
2.2.1.2 Sintesis Selulosa Xantat dari Selulosa Batang Jagung

Modifikasi kimia pada selulosa dilakukan dengan memutus ikatan hidrogen pada gugus -OH pada C-6, C-2, atau C-3 untuk meningkatkan daya serapnya. Pembuatan selulosa xantat dilakukan dengan penambahan alkali dan reagen CS_2 pada selulosa (Zheng dan Peipei, 2016). Wang, dkk. (2013) melaporkan, penggunaan NaOH 6% mendapatkan larutan viskosa yang memiliki viskositas sebesar 2,3-2,5 Pa.s.



Gambar 2.3 Struktur selulosa xantat (Zheng dan Peipei, 2016)

Menurut Zheng dan Peipei (2016) terdapat perbedaan antara batang jagung sebelum dan sesudah ditambahkan dengan alkali dan reagen CS_2 . Batang jagung yang belum ditambahkan reagen CS_2 memiliki permukaan yang kasar dan tidak homogen, sedangkan setelah ditambahkan reagen CS_2 dan alkali memiliki permukaan yang lebih tidak rata dan terdapat tonjolan kecil yang disebabkan karena adanya endapan xantat.

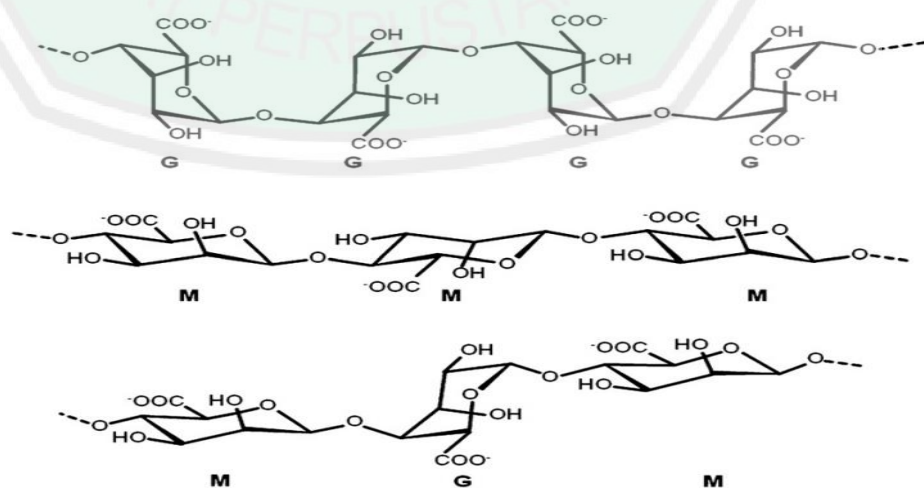


Gambar 2.4 Morfologi *Raw Corn Stalk* (RCS) dan *Novel Corn Stalk Xanthate* (XMCS) (Zheng dan Peipei, 2016)

2.2.2 Alginat

Alginat merupakan polimer anionik alami biasanya diperoleh dari rumput laut coklat dan memiliki banyak kegunaan dalam bidang medis. Alginat memiliki keunggulan biokompatibilitas, meningkatkan kekuatan mekanik, toksisitas rendah, murah, dan gelasi ringan dengan penambahan kation divalent Ca^{2+} . Secara umum alginat dikenal sebagai bagian keseluruhan dari kopolimer linier yang mengandung residu blok (1,4)-d-mannuronate (M) dan α -l-guluronate (G). Blok terdiri dari G berturut-turut (GGGG), M berturut-turut (MMMM), dan bergantian residu M dan G berturut-turut (MGMGMG) (Gambar 2.2). Banyaknya kandungan G pada alginat komersial berada pada kisaran 14,0-31,0% (Lee dan Mooney, 2012).

Alginat biasanya diekstrak dari alga coklat dengan penambahan larutan alkali (biasanya NaOH), ekstrak disaring dan ditambahkan kalsium klorida pada filtrat untuk mengendapkan alginat. Natrium alginat dapat dirubah menjadi asam alginat dengan penambahan HCl encer (Venkatesan *et al.*, 2015). Asam gulunorat yang tinggi akan cenderung memiliki struktur yang kaku dan mempunyai porositas yang tinggi (Rowe *et al.*, 2009)



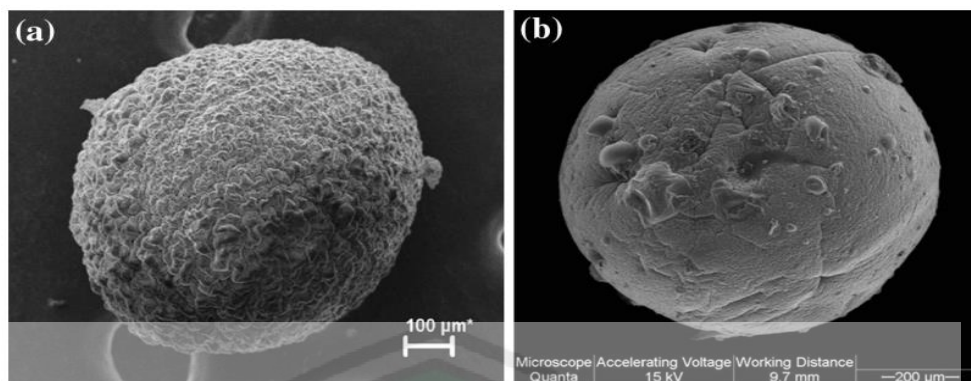
Gambar 2.5 Struktur alginat (Lee and Mooney 2012).

Penelitian Peretz *et al.*, (2015) melaporkan daya serap kalsium alginat *beads* terhadap *methilen blue* sebesar 87%. Mohan dan Nair (2005) menyatakan alginat *beads* memiliki ukuran pori sebesar 20-350 μ m, sedangkan penelitian Puspitasari (2017) komposit alginat-selulosa memiliki daya *swelling* optimum sebesar 63%.

2.3 Potensi Natrium Klorida (NaCl) sebagai Porogen

Berdasarkan unsur kimianya porogen dikelompokkan menjadi organik dan anorganik. Porogen Senyawa anorganik antara lain KCl, Na₂SO₄, NaHCO₃, K₂HPO₄ dan NaCl. Yu, dkk., (2008) menggunakan NaCl sebagai porogen untuk mengetahui efek NaCl terhadap daya serap polimer serta tebal dinding dan ukuran pori. Ukuran partikel NaCl mempengaruhi ukuran pori. Partikel NaCl yang lebih besar menghasilkan pori dengan ukuran yang lebih besar. Konsentrasi NaCl besar maka jumlah pori yang terbentuk semakin bertambah dan membuka interkoneksi yang lebih luas dibandingkan NaCl dengan konsentrasi rendah. Konsentrasi rendah menghasilkan pori yang lebih terisolasi dan *sporadic interconnection*.

Penelitian Peretz, dkk. (2015) menggunakan porogen NaCl pada *beads* kalsium alginat. Pada analisis menggunakan SEM, *beads* dengan penambahan NaCl berbentuk bulat pipih dan memiliki permukaan kasar. *Beads* tanpa penambahan NaCl berbentuk hampir bulat dan memiliki permukaan halus dengan sedikit tonjolan dan cekungan.



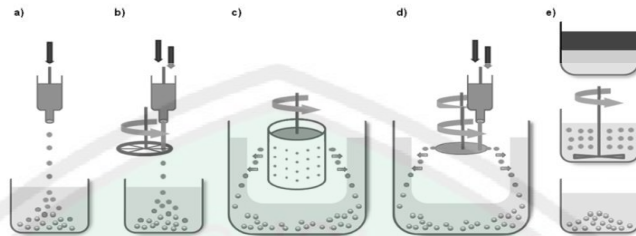
Gambar 2.6 Hasil SEM *beads* dengan NaCl (a) dan tanpa NaCl(b) (Peretz *et al.*, 2015)

Pembentukan pori pada *beads* menggunakan metode perembesan (*leaching method*). Prinsip dari *leaching method* adalah Porogen yang terdapat pada *beads* akan keluar atau merembes yang disebabkan oleh produk reaksi (seperti CO₂) atau porogen yang larut oleh pelarut sehingga terbentuk rongga dalam *beads* (Chao *et al.*, 2006).

2.4 Metode Pembuatan Alginat-Selulosa *Beads*

Bentuk dan ukuran *beads* juga bergantung pada teknik pembuatan *beads* tersebut. Teknik yang berbeda akan menghasilkan bentuk yang berbeda. Terdapat lima macam teknik pembuatan *beads* yaitu *dropping* (meneteskan larutan polisakarida ke *crosslinker* melalui lubang kecil seperti *syringe needle*), *jet cutting* (seperti teknik *dropping* namun polisakarida dilewatkan pada pisau berputar sebelum masuk ke bak koagulasi untuk mendapatkan partikel berbentuk bola), *spinning drop atomization* (butiran dihasilkan dengan mengeluarkan larutan selulosa melalui bejana silinder berputar dengan lubang kecil), *spinning disc atomization* (larutan yang menyebar dalam piringan hitam berputar dan akan menghasilkan butiran yang disebabkan gaya sentrifugal), dan dispersi (ukuran

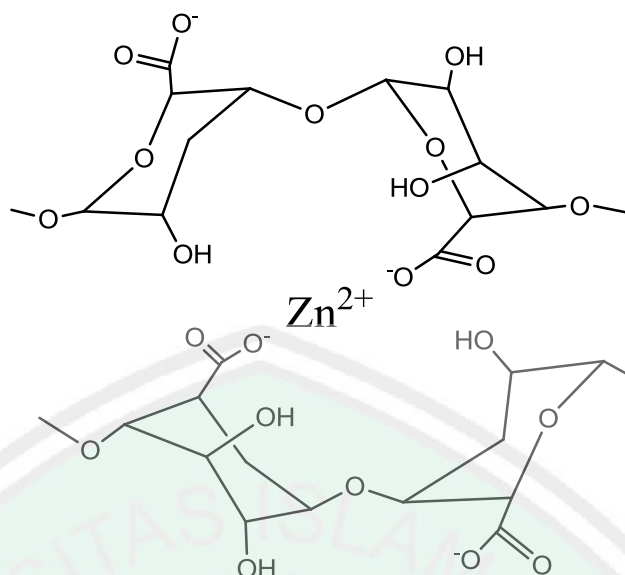
beads ditentukan oleh kecepatan pencampuran, jenis dan jumlah surfaktan, perbandingan pelarut hidrofobik dan hidroflik, dan viskositas medium disperse dan larutan selulosa) (Gericke *et al.*, 2013) Gambar 2.7



Gambar 2.7 Pembuatan *beads* dengan perbedaan teknik : *dropping* (a), *jet cutting* (b), *spinning drop atomization* (c), *spinning disc atomization* (d), dan dispersi (e) (Gericke *et al.*, 2013).

Pembentukan *beads* dapat dilakukan dengan beberapa metode seperti, metode koaservasi, metode emulsi, metode semprot kering dan metode gelasi ionik. Pembentukan *beads* menggunakan metode taut silang (*cross-link*) disebut gelasi ionik. Metode ini didasarkan pada kemampuan suatu polielektrolit untuk berikat silang membentuk hidrogel. Pembentukan ikatan silang tersebut dapat meningkatkan kekuatan mekanis dari hidrogel (Patil dkk, 2010).

Metode gelasi ion dibagi menjadi dua yaitu, gelasi ion eksternal dan gelasi ion internal. Gelasi ion internal adalah ketika agen ikat silang didispersikan bersama dengan polimernya. Sedangkan gelasi eksternal adalah ketika agen ikat silang tidak didispersikan dengan polimernya (Liu *et al.*, 2004). Metode gelasi ionik umumnya menggunakan teknik *dropping*. Tautan silang terbentuk antara gugus –COO⁻ dari residu asam guluronat alginat yang bermuatan negative dengan ion positif Zn²⁺ dari zink asetat yang membentuk model “*egg box*” (Lin *et al.*, 2012).



Gambar 2.8 Reaksi taut silang antara alginat dan ion zink (Sun dan Huaiping, 2013)

2.5 Karakterisasi *Beads*

2.5.1 Analisis Kadar Lignin pada Sampel

Selulosa yang telah dideleknifikasi dan *bleaching* kemudian dianalisis secara kualitatif untuk mengetahui kandungan lignin dalam sampel. Analisis kualitatif lignin dapat dilakukan dengan cara penambahan asam sulfat pekat. Suyuti (2008) Penambahan asam sulfat pekat pada sampel hasil ekstraksi menyebabkan terbentuknya endapan pada filtrate hasil ekstraksi.

2.5.2 Analisis Daya Mengembang (*Swelling*) Alginat-Selulosa Xantat *Beads*

Uji *swelling* dilakukan untuk mengetahui kemampuan mengembang suatu system monolitik (tablet, kapsul) berdasarkan pembengkakan polimer hidrofilik. Polimer ini menjebak udara yang menurunkan massa jenis (Ishak, 2015). Daya mengembang *beads* dapat diuji dengan cara merendam *beads* kemudian ditimbang beratnya. Presentase daya *swelling beads* dapat dihitung menggunakan persamaan

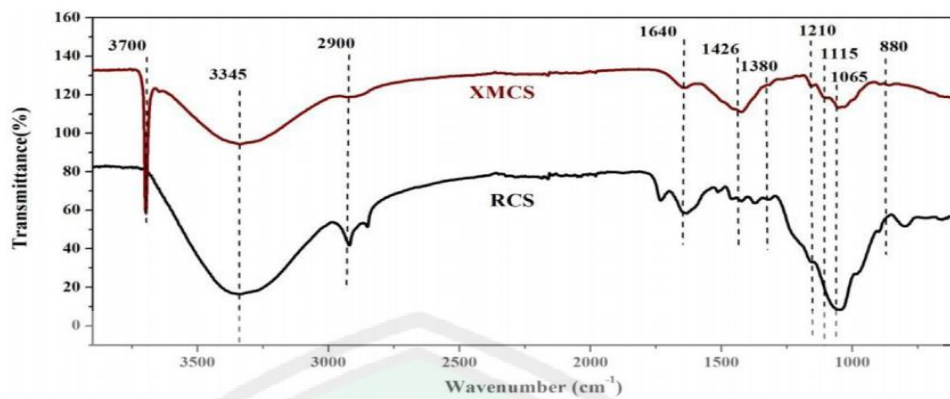
$$Swelling = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100\% \dots\dots\dots (2.1):$$

Wt adalah berat *beads* yang terhidrasi dan Wo adalah berat *beads* kering (Ayuningtyas, 2012).

Sinersis merupakan keadaan alamiah *beads* merembeskan cairan, sehingga *beads* mengerut. Hal ini terjadi karena struktur *beads* yang terus mengeras dan akhirnya air terlepas ke luar. Sinersis memberikan gambaran dari kemampuan *beads* dalam merangkap air dan menunjukkan stabilitas dari *beads* (Puspitasari, 2017).

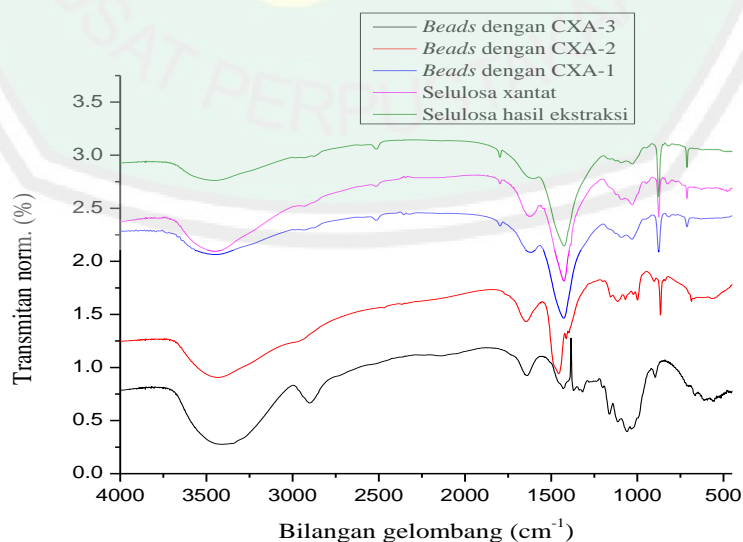
2.5.3 Analisis Interaksi Kimia *Beads* dengan FTIR

Menurut Zheng dan Peipei (2016) spektrum FTIR batang jagung dan xantat batang jagung ditunjukkan pada Gambar 2.5. Material selulosa menunjukkan seapan pada bilangan gelombang 3345, 2900, 1700, 1640, 1380, 1210 dan 1065 cm^{-1} . Puncak serapan ikatan H *stretching* terdapat pada gugus O-H (3345 cm^{-1}), gugus C-H (2900 cm^{-1}), *stretching* asimetris pada gugus C-O (1700 cm^{-1}), mode bending dari penyearapan air (1640 cm^{-1}), gugus C-H (1380 cm^{-1}), *antisymmetric bridge stretching* gugus C-O (1210 cm^{-1}), hidroksil primer *stretching* gugus C-O-C (1065 cm^{-1}). Spektra gugus -O-C(=S)-S- menunjukkan serapan pada bilangan gelombang berkisar antara 1210, 1115, dan 1065 cm^{-1} . Bilangan gelombang 1115 merupakan merupakan spektrum khas gugus -O-C(=S)-S-. selain itu, terdapat puncak serapan baru yaitu pada bilangan gelombang 880 cm^{-1} , yang mengindikasikan reaksi tertentu yang terjadi dalam gugus -OH pada C-2, C-3, atau C-6 struktur selulosa.



Gambar 2.9 Spektra IR XMCS (selulosa xantat) dan RCS (selulosa batang jagung) (Zheng dan Peipei, 2016).

Analisis menggunakan IR juga dapat mengetahui interaksi fisik maupun kimia dalam *beads*. Penelitian Puspitasari (2017) melakukan uji FTIR pada alginat/selulosa xantat *beads*. Berdasarkan spektra IR yang diperoleh, terdapat puncak yang tumpang tindih antara alginat dan selulosa xantat, seperti pada bilangan gelombang 3441 cm^{-1} yang menunjukkan gugus OH ulur, 2930 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur C-H alifatik, C-C pada $1616\text{--}1427\text{ cm}^{-1}$, C-O-C pada $1093\text{--}1031\text{ cm}^{-1}$. Ikatan taut silang polimer dengan agen *crosslink* muncul pada bilangan gelombang 712 cm^{-1} yang menunjukkan ikatan Zn-O.



Gambar 2.10 Serapan IR alginat-selulosa xantat *beads* (Puspitasari, 2017).

2.5.4 SEM-EDX

SEM merupakan alat mikroskop electron yang digunakan untuk menganalisis permukaan suatu objek (solid). Prinsip alat SEM adalah suatu berkas electron yang mengenai permukaan benda akan dipantulkan kembali. Pantulan tersebut akan ditangkap oleh detektor SEM. Berkas electron ditembakkan pada seluruh area permukaan yang diamati sehingga bentuk permukaan dapat diketahui. Sedangkan EDX adalah suatu karakterisasi yang melibatkan sinar X yang diemisikan oleh suatu material. Tingkat energi yang diemisikan berbeda-beda bergantung jenis materialnya, sehingga dapat diketahui atom-atom material dan masanya. kombinasi SEM dengan EDX dapat mempermudah analisis dengan memperoleh gambar permukaan material dengan resolusi tinggi serta dapat mengetahui jenis dan kadar unsur yang menyusun permukaan material (Yulianti, 2016).

2.5.5 Analisis Porositas *Beads*

Beads yang telah dibuat selanjutnya akan dianalisis porositasnya. Uji porositas dilakukan dengan metode penggantian cairan. Etanol dipilih sebagai pengganti cairan karena etanol mudah menembus kedalam pori dan tidak menginduksi terjadinya pembengkakan atau penyusutan *beads*. Porositas *beads* dihitung menggunakan rumus sebagai berikut (Eiselt *et al.*, 2000):

$$P = \frac{(V_1 - V_3)}{V_T} \times 100 = \frac{V_1 - V_3}{V_2 - V_3} \times 100 \dots\dots\dots (2.2)$$

P adalah porositas, V_1 adalah volume etanol, V_2 adalah volume etanol setelah ditambahkan *beads*, V_3 merupakan volume etanol setelah *beads* diambil.

2.6 Prespektif Islam dan Sains

Allah SWT telah mengatur segala apa yang telah diciptakan. Tak terkecuali tanaman jagung biasanya dimanfaatkan bijinya untuk memenuhi asupan karbohidrat. Adapun bagian batang dan daun selama ini hanya digunakan sebagai pakan ternak dan terkadang dibuang secara percuma. limbah pertanian ini jika dibuang sembarang dapat menyebabkan bencana bagi manusia dan lingkungan. Padahal Allah SWT telah memperingatkan tentang hal ini dalam QS al-Baqarah ayat 11:

وَإِذَا قِيلَ لَهُمْ لَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ

Artinya: Dan bila dikatakan kepada mereka: “Janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi”

Kata إِذَا diposisi *nasab* karena *zharf* (kata yang menunjukkan keterangan waktu/masa). *Amil* (jawab *zharfnya*) adalah قَالُوا. Lafadz ini menunjukkan terjadinya perbuatan yang dinanti-nanti. Al Jauhari berkata إِذَا adalah *isim* yang menunjukkan masa yang akan datang. Sedangkan لَا تُفْسِدُوا bermakna jangan kamu berbuat kesusahan (al-Qurtubi, 2008). Sehingga berdasarkan ayat tersebut maka manusia dilarang untuk membuat kerusakan. Hal itu dimaksudkan demi kebaikan manusia sendiri.

Manusia sebagai kholifah dibumi diberikan amanah oleh Allah untuk menjaga lingkungan QS Huud ayat 61:

قَالَ يَا قَوْمِ اعْبُدُوا اللَّهَ مَا لَكُمْ مِنْ إِلَهٍ غَيْرُهُ ۖ هُوَ أَنْشَأَكُمْ مِنَ الْأَرْضِ وَاسْتَعْمَرَكُمْ فِيهَا فَاسْتَغْفِرُوهُ ثُمَّ تَوْبُوا إِلَيْهِ ۚ إِنَّ رَبِّي قَرِيبٌ مُجِيبٌ

Artinya:Hai kaumku, sembahlah Allah, sekali-kali tidak ada bagimu Tuhan selain Dia. Dia telah menciptakan kamu dari bumi (tanah) dan menjadikan kamu pemakmurnya, karena itu mohonlah ampunan-Nya, kemudian bertobatlah

kepada-Nya, *Sesungguhnya Tuhanku amat dekat (rahmat-Nya) lagi memperkenankan (doa hamba-Nya)*".

Kalimat *وَاسْتَعْمَرَ كُمْ فِيهَا* maksudnya adalah menjadikan kamu sekalian orang yang memakmurkan dan menghuninya. Adh-dhahhak berkata "maksudnya, memberikan waktu yang lama bagi kalian untuk memakmurkannya". Sehingga penelitian ini adalah dalam upaya untuk memakmurkan bumi yaitu dengan berusaha mengetahui lebih jauh akan manfaat dari batang jagung dengan menjadikan batang jagung sebagai bahan pembuatan *beads* berdasarkan firman Allah dalam QS ali-imron 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya:

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 Rabb kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka

dalam ash-Shiddieqy (1995) Kalimat *رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا* memiliki tafsir bahwa terdapat orang yang selalu menyebut nama Allah dan memikirkan keadan alam, kemudian berucap: "Wahai Tuhanku, engkau tidak menjadikan sesuatu yang kami saksikan ini sia-sia, bai kalam bumi maupun alam atas. Maha suci engkau dari membuat sesuatu dengan sia-sia. Segala yang Engkau jadikan pasti punya tujuan, mengandung hikmah dan kemaslahatan. Masing-masing orang akan memperoleh pembalasan atas amalnya kelak, baik amal baik maupun amal yang jelek".

Ayat tersebut menunjukkan bahwa limbah batang jagung yang tidak digunakan, kemudian diolah sebagai bahan dasar pembuatan *beads* untuk

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah sebagai berikut: seperangkat alat gelas, oven, cawan porselen, penjepit kayu, desikator, kertas pH, *hot plat*, seperangkat alat reflux, timbangan analitik, kertas saring, *aluminium foil*, *hair dryer*, magnetic stirrer, sentrifuge, *syringe needle* 18G, *shaker incubator*, konduktivimeter, FTIR, dan SEM-EDX.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah sebagai berikut: batang jagung berasal dari kabupaten malang, natrium hidroksida (NaOH) p.a, asam klorida (HCl) 37% p.a, asam asetat (CH_3COOH) p.a, zink asetat ($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}$), natrium alginat ($\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_6\text{Na}$), natrium klorida (NaCl), akuademin, akuades dan etanol.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan merupakan jenis *experimental laboratory*, yaitu preparasi dan karakterisasi *beads* alginat-selulosa dengan metode gelasi ionik dengan agen penaut silang zink asetat 5% (b/v). Sampel diperoleh dari kabupaten malang. Sampel diekstrak dari batang jagung untuk mendapatkan selulosa, penggunaan NaOH 6% dalam pembentukan selulosa xantat, selulosa xantat yang diperoleh digunakan dalam pembuatan *beads* dengan perbandingan alginat-selulosa 0,5:1,5 (gr) dan ditambahkan NaCl dengan variasi 0; 3,3; 6,5; 9,3% (b/b) sebagai porogen, selanjutnya diidentifikasi berdasarkan daya *swelling*, gugus fungsi, ukuran pori dan daya serap *beads*.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung
3. Pembuatan selulosa xantat dengan penambahan CS₂ dan pelarut NaOH 6%
4. Pembuatan *beads* alginat-selulosa dengan variasi konsentrasi porogen
5. Karakterisasi
6. Analisis data

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Batang jagung dibersihkan dan dikeringkan dibawah sinar matahari, sampel kering digiling kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh, kemudian

dioven selama 24 jam pada suhu 90°C. Serbuk yang didapat adalah sampel penelitian. Sampel yang didapat dikarakterisasi dengan ftir.

3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Ekstraksi selulosa dari batang jagung mengikuti metode yang digunakan (Suvachittanont and Pookingdao, 2013). Sebanyak 50 gram serbuk batang jagung direndam dalam NaOH 10% (b/v) sebanyak 1000 mL pada suhu 80°C selama 90 menit, kemudian dicuci beberapa kali dengan akuades dan diperas. Selanjutnya, ditambahkan NaClO₂ 1% (v/v) sebanyak 200 mL dan ditambahkan CH₃COOH 10% (v/v) sampai pH 5 pada suhu 75°C selama 1 jam. Setelah itu dicuci dengan akuades sampai netral dan diperas. Selulosa yang didapatkan dihidrolisis dengan HCl 5% (v/v) (1:20) pada 95°C selama 1 jam sehingga didapatkan mikrofiber terdispersi. Sampel yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR.

3.5.3 Analisis Kadar Lignin pada Sampel

Analisis kadar lignin pada sampel menggunakan metode *chesson* yaitu, 1 gram (a) serbuk batang jagung ditambahkan 150 ml aquades, kemudian direluks pada suhu 100 °C selama 2 jam, disaring. Residu yang diperoleh dicuci dengan air panas selanjutnya dioven dan ditimbang (b). Residu yang telah diperoleh, ditambahkan 150 ml H₂SO₄ 0,5 M, sampel direfluk selama 2 jam dengan suhu 100 °C. Sampel disaring dan dicuci hingga netral, residu dioven hingga berat konstan (c). residu yang didapatkan direndam dengan 10 ml H₂SO₄ 72% pada suhu kamar selama 4 jam. Sampel yang telah direndam, ditambahkan 150 ml H₂SO₄ 0,5 M kemudian direfluk selama 2 jam dan disaring. Residu yang diperoleh, dicuci dengan aquades sampai netral. Residu dioven pada suhu 105 °C

dan ditimbang (d). Hasil yang diperoleh, diabukan dan ditimbang beratnya (e). metode *chesson* memiliki persamaan sebagai berikut:

$$\% \text{ selulosa} = \frac{c-d}{a} \times 100\% \dots\dots\dots (3.1)$$

$$\% \text{ lignin} = \frac{d-e}{a} \times 100\% \dots\dots\dots (3.2)$$

3.5.4 Pembuatan Selulosa Xantat

5 gram selulosa direndam dalam 40 mL NaOH 20% (b/v) selama 3 jam. Selanjutnya, diperas dan didiamkan selama 60 jam pada suhu kamar untuk *aging*. Selulosa alkali yang diperoleh direaksikan dengan 2,5 mL CS₂, kemudian dihomogenkan menggunakan *shaker incubator* dengan kecepatan 150 rpm suhu 25°C selama 3 jam sehingga didapatkan selulosa xantat. Suspense kemudian dilarutkan dalam NaOH 6% (b/b) sebanyak 30 mL. Sampel dikarakterisasi menggunakan FTIR (Wang *et al.*, 2013)

3.5.5 Pembuatan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat Dengan Variasi Konsentrasi Porogen

Penentuan konsentrasi dilakukan mengikuti metode Puspitasari (2017). Dua gram natrium alginat dilarutkan dalam 12,5 mL akuademin dan ditambahkan CH₃COOH beberapa tetes hingga larut, kemudian ditambahkan selulosa xantat dengan perbandingan alginat-selulosa xantat 0,5:1,5 gram, kemudian ditambahkan NaCl dengan variasi 0; 3,3; 6,5; dan 9,3% (b/b), kemudian berturut-turut ditetapkan sebagai AC-0, AC-1, AC-2, AC-3. Selanjutnya dihomogenkan hingga sempurna. Larutan yang terbentuk diteteskan menggunakan *syringe needle* 18 G kedalam larutan zink asetat 5% (b/v) sebanyak 100 mL dan didiamkan selama 24 jam. *Beads* yang terbentuk kemudian disaring.

Beads yang telah disaring, kemudian *dishaker* pada pelarut akuades dengan kecepatan 150 rpm selama 48 jam. Kemudian dilakukan perendaman selama 24 jam. *Beads* basah yang dihasilkan dikeringkan pada suhu 37°C selama 5 jam. Kemudian, diidentifikasi daya *swelling* nya (Tas, 2008).

3.5.6 Karakterisasi

3.5.6.1 Uji *Swelling Beads*

± 50 mg *beads* direndam dalam 20 ml aquademin. *Beads* ditimbang pada jam ke-3, 9, 12, dan 24 yang selanjutnya ditetapkan sebagai t3, t9, t12, dan t24. Uji *swelling* ditentukan berdasarkan persamaan 2.1 dan diukur diameter *beads* menggunakan mikroskop optik.

Table 3.1 Analisis daya *swelling beads* dengan variasi porogen NaCl

Variasi Porogen	Variasi waktu uji <i>swelling</i>			
	t3	t9	t12	t24
AC-0	t3 AC-0	t9 AC-0	t12 AC-0	t24 AC-0
AC-1	t3 AC-1	t9 AC-1	t12 AC-1	t24 AC-1
AC-2	t3 AC-2	t9 AC-2	t12 AC-2	t24 AC-2
AC-3	t3 AC-3	t9 AC-3	t12 AC-3	t24 AC-3

3.5.6.2 Analisis Gugus Fungsi

Karakterisasi dilakukan menggunakan FTIR untuk mengetahui perubahan spektra pada *beads*. Padatan KBr dan *beads* digerus hingga menjadi serbuk menggunakan mortar *agate*. Lima gram sampel ditempatkan pada preparat dan dipres untuk menjadi pelet. Kemudian sampel dimasukkan dalam *sample holder* dan diukur (Puspitasari, 2017)

Table 3.2 Analisis gugus fungsi

Jenis Sampel	Jumlah
Serbuk batang jagung	1 sampel
Selulosa xantat	1 sampel
<i>Beads</i> AC-0	1 sampel
<i>Beads</i> AC-3	1 sampel (terbaik berdasarkan uji <i>swelling</i>)

3.5.6.3 Analisis Bentuk dan Morfologi *Beads*

Analisis morfologi *beads* menggunakan alat SEM-EDX. *Beads* diletakkan pada *sample holder* kemudian dilapisi dengan emas, sampel dianalisis dibawah vakum (Ayuningtyas, 2012). Analisis keseragaman *beads* menggunakan *image-j*

Table 3.3 Analisis permukaan *beads* menggunakan SEM-EDX

Jenis Sampel	Jumlah
<i>Beads</i> AC-0	1 sampel (kontrol)
<i>Beads</i> AC-3	1 sampel (terbaik berdasarkan uji <i>swelling</i>)

3.5.6.4 Analisis Porositas *Beads*

Analisis porositas *beads* dapat dilakukan dengan cara dimasukkan 5 ml etanol dalam gelas ukur 10 ml (V_1), ditambahkan *beads* kering dalam gelas ukur dan dihitung volme total yang didapatkan (V_2), direndam *beads* selama 24 jam. Kemudian *beads* dikeluarkan dari larutan etanol dan dihitung volume yang tersisa (V_3) porositas *beads* dihitung berdasarkan persamaan (2.2)

3.5.6.5 Analisis Data

1. Identifikasi daya *swelling* alginat-selulosa xantat dibandingkan dengan variasi porogen lain.

2. Gugus fungsi hasil uji IR dibandingkan dengan literatur dan diidentifikasi adanya senyawa yang muncul sesuai interaksi fisika, dan kimianya.
3. Identifikasi bentuk permukaan *beads* tanpa penambahan porogen dibandingkan dengan *beads* dengan daya *swelling* terbaik

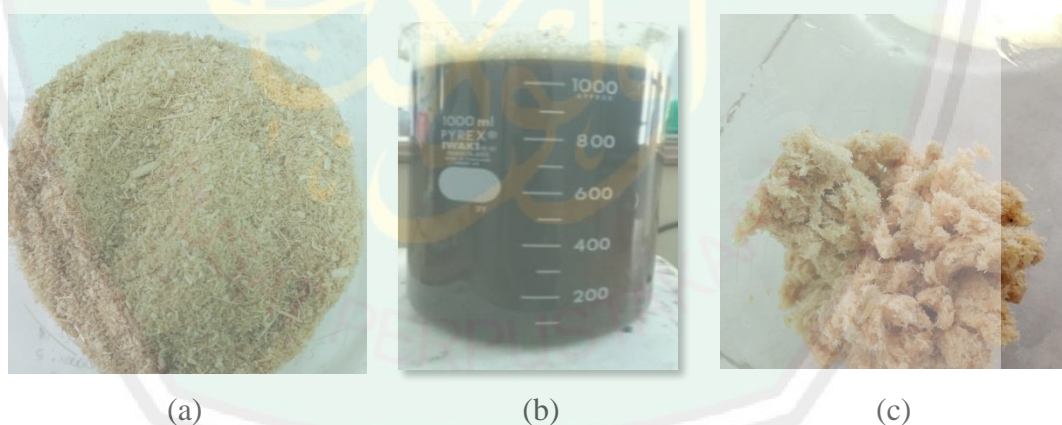


BAB IV

HASIL dan PEMBAHASAN

4.1 Ekstraksi Selulosa

Ekstraksi selulosa yang dimaksud pada penelitian ini adalah mengisolasi selulosa dari batang jagung. Sampel batang jagung dibersihkan, digiling, dan diayak dengan ukuran 100 mesh untuk meningkatkan luas permukaan sampel sehingga dapat memaksimalkan proses ekstraksi. Ekstraksi selulosa menggunakan NaOH 10% menghasilkan residu berwarna kecoklatan (Gambar 4.1 c) dan cairan kental berwarna hitam (Gambar 4.1 b). Penambahan NaOH menyebabkan struktur lignoselulosa menjadi terpecah. NaOH akan bereaksi dengan ikatan ester yang menghubungkan lignin dengan hemiselulosa pada jaringan kompleks lignin-karbohidrat, Sehingga memungkinkan komponen lignin akan terlarut (Modenbach, 2013).

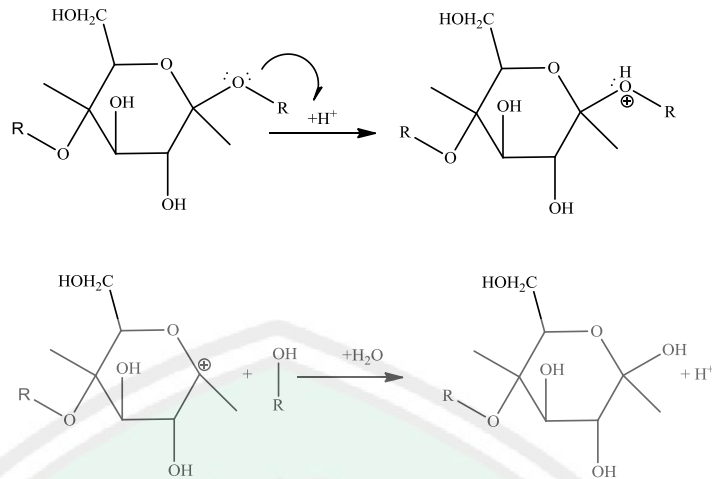


Gambar 4.1 (a) Serbuk batang jagung, (b) cairan hasil ekstraksi, (c) selulosa hasil ekstraksi

Selulosa hasil ekstraksi masih berwarna gelap, sehingga masih dimungkinkan terdapat kandungan lignin pada selulosa. Suvachitanont dan Pookingdao, (2011) menyatakan lignin tidak dapat sepenuhnya dihilangkan pada

proses alkali. Hal ini disebabkan karena adanya ikatan karbon yang kuat dan gugus aromatik yang tahan terhadap alkali. Optimalisasi proses delignifikasi dilakukan melalui proses pemutihan dengan menambahkan NaClO_2 . Senyawa NaClO_2 dalam suasana asam akan membentuk senyawa ClO_2 . Senyawa ini dapat mendegradasi gugus kromofor lignin. Menurut Putera (2012) senyawa ClO_2 akan bereaksi dengan struktur fenol dan gugus kromofor pada lignin secara selektif, sehingga rantai benzen pada struktur lignin putus dan membentuk asam-asam dikarbosiklik yang larut dalam air. Hilangnya gugus kromofor dapat meningkatkan kecerahan selulosa hasil ekstraksi seperti Gambar 4.3 (a).

Selulosa pada dasarnya memiliki struktur kristalin dan amorf. Penambahan HCl akan menyebabkan struktur amorf selulosa terdegradasi, sehingga kristalinitas selulosa yang didapat akan meningkat. Hidrolisis melibatkan pemutusan ikatan β -glikosida. HCl berfungsi sebagai katalis protonasi atom oksigen. Pasangan elektron bebas (PEB) pada oksigen akan menyerang H^+ pada HCl , terikatnya hidrogen pada oksigen mengakibatkan terputusnya ikatan β -glikosida pada rantai polimer dan kemudian diganti oleh gugus hidroksil air. Reaksi yang terajadi ditunjukkan pada gambar 4.2. Sampel yang telah dihidrolisis menggunakan HCl memiliki tekstur yang kasar dan berserat seperti tampak pada Gambar 4.3 (b).

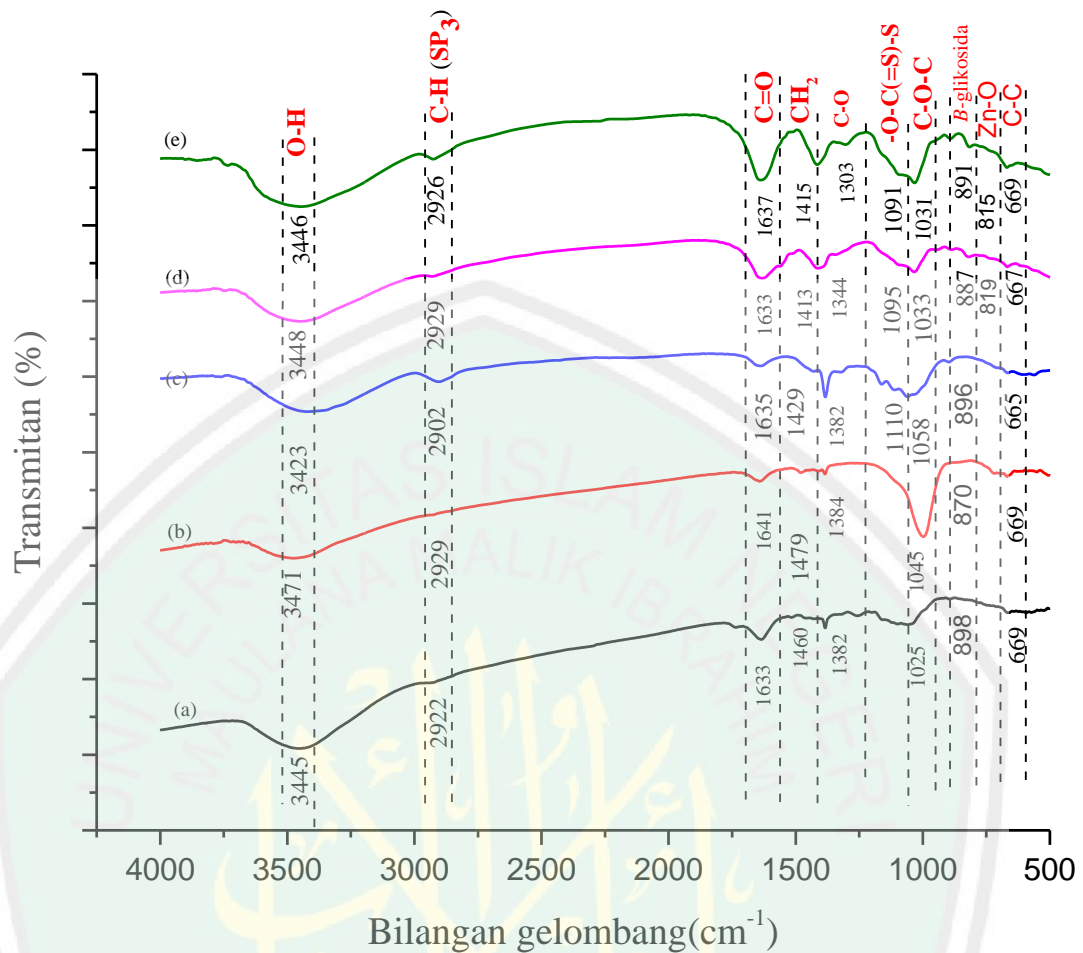


Gambar 4.2 Mekanisme reaksi hidrolisis selulosa (Harmsen dan Huijgen, 2010)



Gambar 4.3 Selulosa setelah dilakukan (a) pemutihan, dan (b) hidrolisis

Berdasarkan spektra IR yang didapat (Gambar 4.4) dapat diketahui bahwa sampel hasil ekstrak batang jagung menunjukkan serapan pada bilangan gelombang 3471, 2929, 1384, 1045, 870 cm^{-1} yang mana puncak tersebut mengindikasikan senyawa selulosa. Spektra selulosa hasil ekstraksi menunjukkan pengurangan intensitas. Menurut Zheng & Peipei (2016), hal ini menunjukkan berkurangnya senyawa lignin pada sampel dan bertambah menguatnya serapan yang mengindikasikan serapan dari selulosa yaitu pada bilangan gelombang 1045 yang menunjukkan gugus C-O-C pada cincin piranosa.



Gambar 4.4 Spektra IR (a) serbuk batang jagung, (b) selulosa hirolisis, dan (c) selulosa Xantat, (d) *beads* AC-0 dan (e) AC-3

Berat sampel setelah ekstraksi adalah 34,073 gram dengan rendemen 31,85%. Rendemen yang diperoleh pada penelitian ini mendekati hasil yang diperoleh Puspitasari (2017) dengan rendemen sebesar 32,2%. Pada sampel hasil ekstraksi, kandungan lignin dianalisis menggunakan metode *chesson*. Lignin pada selulosa setelah hidrolisis adalah 19,67% sedangkan kandungan lignin pada batang jagung adalah 27,72%

Tabel 4.1 Data bilangan gelombang (cm^{-1}) pada spektrum IR selulosa standar, selulosa hasil ekstraksi, selulosa xantat, *beads* tanpa porogen dan *beads* porogen NaCl 9,3%

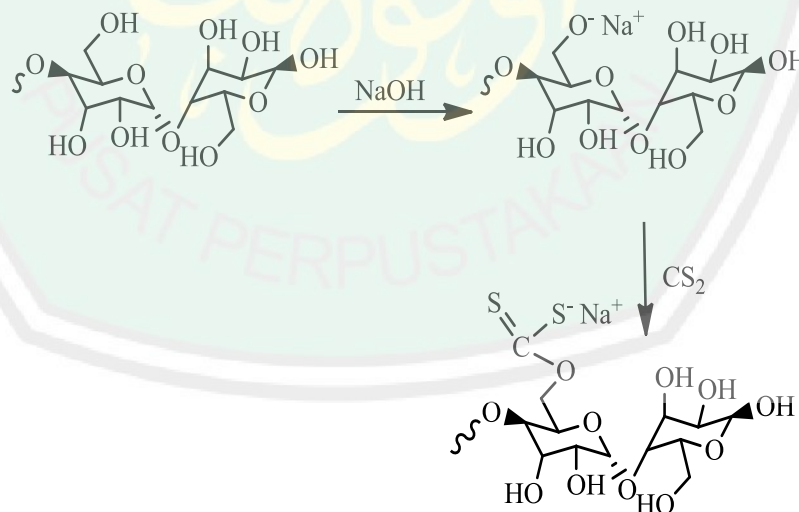
No	Daerah Serapan (cm^{-1})						
	Gugus Fungsi dan Rentang Bilangan Gelombang	Hasil Penelitian (Zheng and Meng 2016)	Serbuk Batang Jagung	Selulosa Hidrolisis	Selulosa Xantat	<i>Beads</i> Tanpa Porogen	<i>Beads</i> NaCl 9,3%
1	Ulur OH (3600-3100)	3345	3455	3471	3423	3448	3446
2	C-H (SP_3) (3000-2820)	2900	2992	2929	2902	2929	2926
3	C=O (1639-1570)	1700	1633	1641	1635	1633	1637
4	Tekuk CH_2 (1423, 1514, 1601)	-	1460	1479	1429	1413	1415
5	C-O antisimetris (1390-1370)	1380	1382	1384	1382	1344	1303
6	-O-C(=S)-S	1115	-	-	1161 & 1110	1095	1091
7	C-O-C (1080-1044)	1069	1025	1045	1058	1033	1031
8	Ikatan β -glikosida (900-750)	895	898	870	896	887	891
9	Zn-O	-	-	-	-	819	815
10	Ulur C-C (750-400)	669	669	664	665	667	669

4.2 Sintesis Selulosa Xantat

Selulosa hasil ekstraksi perlu dirubah menjadi turunan selulosa. Hal ini dilakukan karena walaupun selulosa memiliki gugus hidroksil yang dapat membentuk ikatan hidrogen dengan air, akan tetapi selulosa tidak larut dalam air maupun dalam banyak pelarut lain. Hal ini disebabkan karena kekakuan rantai dan tingginya gaya antar rantai akibat ikatan hidrogen antar gugus hidroksil pada

rantai yang berdekatan. Jika ikatan hidrogen berkurang maka gaya interaksi akan berkurang (Cowd, 1982). Selulosa hasil ekstraksi dirubah menjadi selulosa alkali dengan penambahan NaOH. Menurut Stevens (2007) ion natrium pada NaOH akan terikat secara interstisial sedangkan ion hidroksida akan diikat oleh ikatan hidrogen. Selulosa alkali memiliki bentuk putih dan berserat seperti tampak pada gambar 4.6 (a).

Sintesis selulosa xantat dilakukan dengan penambahan reagen CS₂ dan pelarut NaOH. Selulosa yang telah diberi reagen CS₂ akan bereaksi dengan merubah gugus OH pada selulosa menjadi selulosa xantat. Terbentuknya selulosa xantat dapat diketahui dengan adanya perubahan warna yang terjadi pada sampel. Selulosa yang mulanya berwarna putih berubah menjadi oranye (Gambar 4.6 (b)) dan memiliki bau tidak sedap yang timbul akibat dari produk sampingan volatil reaksi xantasi yang mengandung belerang. Reaksi antara selulosa dengan CS₂ dan NaOH ditunjukkan pada reaksi 4.4:



Gambar 4.5 Reaksi sintesis selulosa menjadi selulosa xantat (Cowd, 1982)



Gambar 4.6 (a) Selulosa alkali dan (b) selulosa xantat

Terbentuknya gugus xantat juga dapat diketahui dengan analisis menggunakan FTIR pada Gambar 4.4 (c) menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 1161, 1110 dan 1058 cm^{-1} yang mengindikasikan serapan khas gugus $-\text{O}-\text{C}(=\text{S})-\text{S}$. Menurut (Zheng dan Peipei, 2016) dengan melebar dan meningkatnya serapan pada bilangan gelombang 1429 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi tekuk CH_2 menegaskan bahwa telah terjadi reaksi substitusi terutama terjadi pada gugus OH C-6 selulosa. Keberadaan gugus xantat juga ditunjukkan data EDX yang mana terdapat atom S dalam *beads* AC-0 dan AC-3 dengan kadar 2,18% dan 4,01%.

4.3 Pembuatan *Beads* Alginat-Selulosa Xantat

Campuran larutan selulosa xantat, alginat dan porogen NaCl yang telah dihomogenkan kemudian ditetaskan pada larutan zink asetat 5% dan didiamkan selama 24 jam untuk memaksimalkan reaksi ikat silang yang terjadi antara alginat dan zink sehingga terbentuk *beads* yang bulat dan kaku. Kekakuan *beads* yang terbentuk diakibatkan karena gugus karboksil pada alginat mengalami taut silang dengan kation divalent (Zn^{2+}), sehingga membentuk formasi *egg box* yang rigid

seperti tampak pada gambar 2.8. Selain itu kekakuan juga disebabkan karena alginat dan selulosa xantat membentuk interaksi antarmolekul yang kompetibel. Berdasarkan spektra IR yang diperoleh, keberhasilan ikat silang ditunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 819 cm^{-1} untuk beads AC-0 dan 815 cm^{-1} pada beads AC-3 yang menunjukkan ikatan Zn-O.

Keberhasilan ikat silang juga didukung oleh data EDX seperti tampak pada tabel 4.2 yang menunjukkan adanya atom Zn^{2+} pada beads AC-0 dan beads AC-3 berturut-turut sebesar 35,70% dan 12,55%. Kecilnya jumlah atom Zn^{2+} pada beads AC-3 disebabkan karena NaCl menghalangi proses ikat silang antara Zn^{2+} dan alginat.

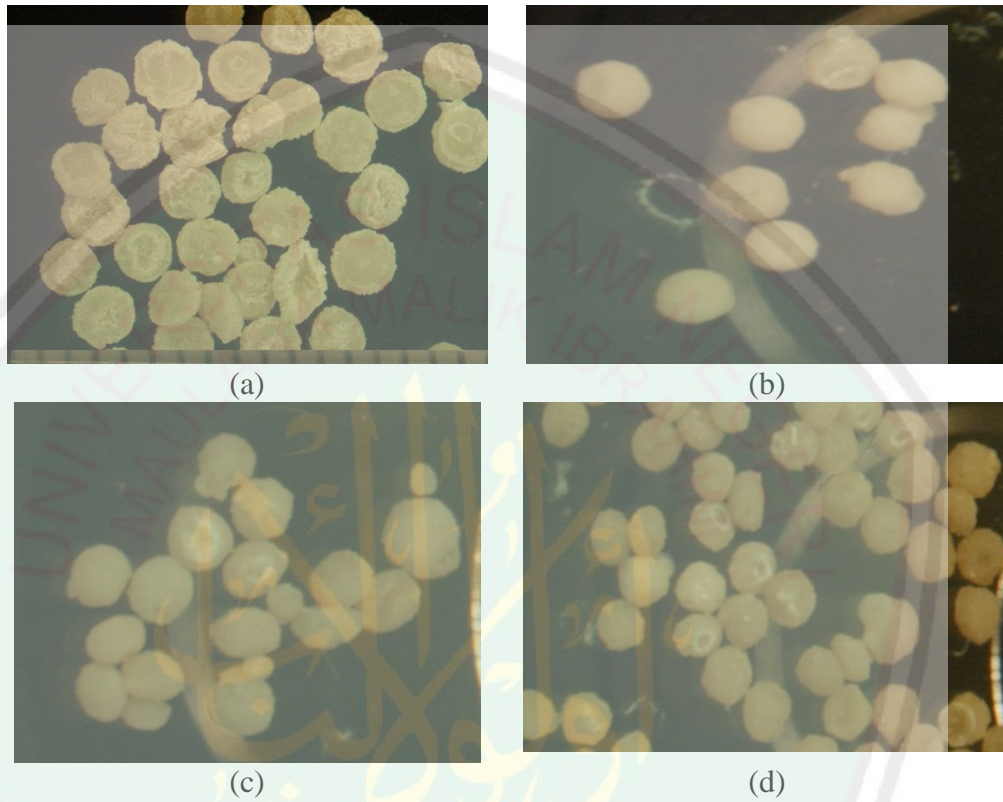
Tabel 4.2 Persen atom pada beads AC-0 dan AC-3

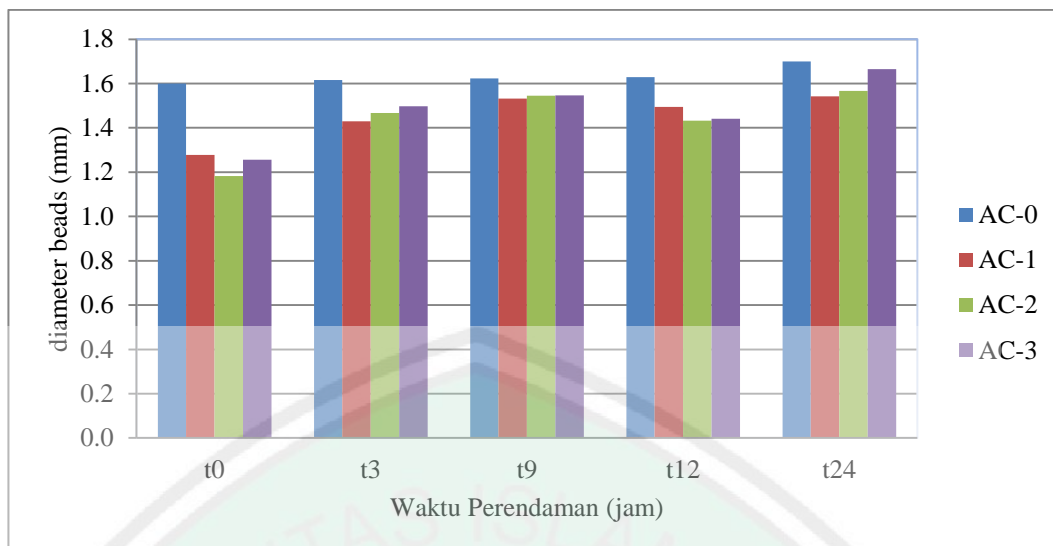
Sampel	Atom (%)					
	C	O	S	Na	Cl	Zn
Beads AC-0	29,32	32,80	2,18	-	-	35,70
Beads AC-3	41,04	35,29	4,01	7,05	0,05	12,55

Beads yang telah terbentuk kemudian dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan porogen pada beads. NaCl pada polimer akan ter-ion menghasilkan ion Na^+ dan Cl^- dalam air, sehingga akan terbentuk rongga pada polimer. Ion yang keluar dari beads akan dideteksi oleh konduktivimeter, tingginya konduktivitas air bekas cucian beads mengindikasikan masih tingginya konsentrasi NaCl beads. Nilai konduktivitas air pencucian beads ditunjukkan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Konduktivitas air bekas pencucian *beads*

Sampel	Konduktivitas Pencucian		
	I	II	III
<i>Beads AC-1</i>	1.84	1.1	1.03
<i>Beads AC-2</i>	1.52	0.85	0.91
<i>Beads AC-3</i>	3.78	1.94	1.29

Gambar 4.7 Hasil karakterisasi mikroskop optik perbesaran 0,75 X 10 Kali (a) *beads* AC-0 (b) AC-1 (c) AC-2 (d) AC-3



Gambar 4.8 Grafik distribusi diameter *beads* porogen (AC-0) 0%, (AC-1) 3,3%, (AC-2) 6,5%, (AC-3) 9,3% terhadap variasi waktu perendaman (t0) 0 jam, (t3) 3 jam, (t9) 9 jam, (t12) 12 jam dan (t24) 24 jam

Diameter *beads* yang telah didapatkan kemudian diuji normalitas dan signifikansinya terhadap variabel bebas. Berdasarkan tabel 4.4 hasil uji normalitas diameter *beads* terhadap variasi porogen AC-0, AC-1, AC-3 memiliki nilai probabilitas lebih dari 0,05 sehingga dinyatakan diameter *beads* tersebut terdistribusi normal, sedangkan *beads* AC-2 memiliki nilai probabilitas kurang dari 0,05 sehingga data diameter *beads* terdistribusi tidak normal. Uji normalitas diameter *beads* juga dilakukan terhadap variasi waktu perendaman. Hasil uji normalitas tersebut adalah t3, t9, dan t12, memiliki nilai probabilitas lebih dari 0,05 sehingga diameter *beads* dinyatakan terdistribusi normal, sedangkan t0 dan t24 nilai probabilitas kurang dari 0,05 sehingga diameter terdistribusi tidak normal.

Tabel 4.4 Hasil uji normalitas diameter variasi konsentrasi porogen (AC-0) 0%, (AC-1) 3,3%, (AC-2) 6,5%, (AC-3) 9,3% dan waktu perendaman (t0) 0 jam, (t3) 3 jam, (t9) 9 jam, (t12) 12 jam dan (t24) 24 jam terhadap diameter *beads*

Nilai probabilitas	Konsentrasi porogen				Waktu perendaman				
	AC-0	AC-1	AC-2	AC-3	t0	t3	t9	t12	t24
Statistic	0,108	0,182	0,031	0,228	0,001	0,697	0,163	0,135	0,048
alpha (α)	0,05				0,05				

Adanya data yang menunjukkan tidak terdistribusi normal, maka analisis lebih lanjut menggunakan uji *Kruskal-Wallis*. Hasil uji *Kruskal-Wallis* (Tabel 4.5) menunjukkan nilai *Chi square* variasi porogen adalah 46,236 atau *chi square* statistik lebih dari *chi square* tabel (7,815) dengan nilai *Asymp. Sig* 0,00 atau nilai *Asymp. Sig* kurang dari probabilitas (5%), sedangkan nilai *chi square* variasi waktu adalah 74,726 atau *chi square* statistik lebih dari *chi square* tabel (9,488) dengan nilai *Asymp. Sig* 0,00 atau nilai *Asymp. Sig* kurang dari probabilitas (5%) sehingga dapat disimpulkan ada perbedaan diameter *beads* antara variasi porogen AC-0, AC-1, AC-2, dan AC-3 serta terdapat perbedaan diameter *beads* antara variasi waktu perendaman t0, t3, t9, t12, dan t24. *Beads* yang dihasilkan memiliki diameter 3,207-3,450 mm dan setelah dioven diameter *beads* berukuran 1,182-1,700 mm (Gambar 4.8)

Tabel 4.5 Hasil uji *Kruskal-Wallis* penambahan variasi konsentrasi porogen dan waktu perendaman terhadap daya *swelling* (%)

Variabel	<i>Chi square</i>		Derajat kebebasan	<i>Asymp. Sig</i>
	Statistik	Tabel		
Konsentrasi porogen	46,236	7,815	3	0,00
Waktu perendaman	74,726	9,488	4	0,00

Uji daya *swelling* dilakukan untuk mengetahui kemampuan pembengkakan *beads* sehingga dapat memberikan informasi tentang aplikasi lebih lanjut dari *beads*. Daya *swelling* yang diperoleh diuji menggunakan uji statistik yaitu uji faktorial. Hasil Analisis statistik uji F variasi konsentrasi porogen sebesar 1,496 (F hitung kurang dari F tabel (4,05)) dengan probabilitas (sig.) sebesar 0,234 atau probabilitas lebih dari alpha ($\alpha=5\%$), sehingga dapat dinyatakan tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara pengaruh variasi konsentrasi porogen terhadap daya *swelling*. Hasil statistik uji F variasi waktu perendaman sebesar 10,925 (F hitung lebih dari F tabel (4,05)) dengan probabilitas (sig.) sebesar 0,000 atau probabilitas kurang dari alpha ($\alpha=5\%$), dengan demikian dapat diketahui bahwa terdapat minimal satu pasang waktu perendaman yang menghasilkan daya *swelling* yang berbeda. Hasil uji F untuk interaksi variasi waktu perendaman dan konsentrasi porogen adalah 1,355 (F hitung lebih dari F tabel (3,20)) dengan probabilitas (sig.) sebesar 0,249 atau probabilitas lebih dari alpha ($\alpha=5\%$), dengan demikian dinyatakan tidak terdapat perbedaan yang signifikan pengaruh variasi waktu perendaman dengan konsentrasi porogen terhadap daya *swelling beads*.

Uji statistik homogenitas dan BNJ atau *tukey* variasi penambahan porogen terhadap daya *swelling* (tabel 4.6) menyatakan bahwa penambahan porogen 0; 3,3; 6,5 dan 9,3% menghasilkan nilai daya *swelling* yang tidak berbeda nyata. Hidayah (2018) menggunakan NaCl sebagai porogen *beads* dengan variasi 0,5; 1; 1,5 gram menghasilkan daya *swelling* yang tidak berbeda nyata antar porogen. Hal ini disebabkan karena kurang maksimalnya pengeluaran porogen pada *beads*. Sedangkan hasil BNJ atau *tukey* variasi waktu perendaman 3, 9, 12, dan 24 jam (tabel 4.7) terhadap daya *swelling* dapat diketahui bahwa waktu perendaman

antara t3 dan t9, t3 dan t12, t12 dan t24 memiliki nilai daya *swelling* yang tidak berbeda nyata.

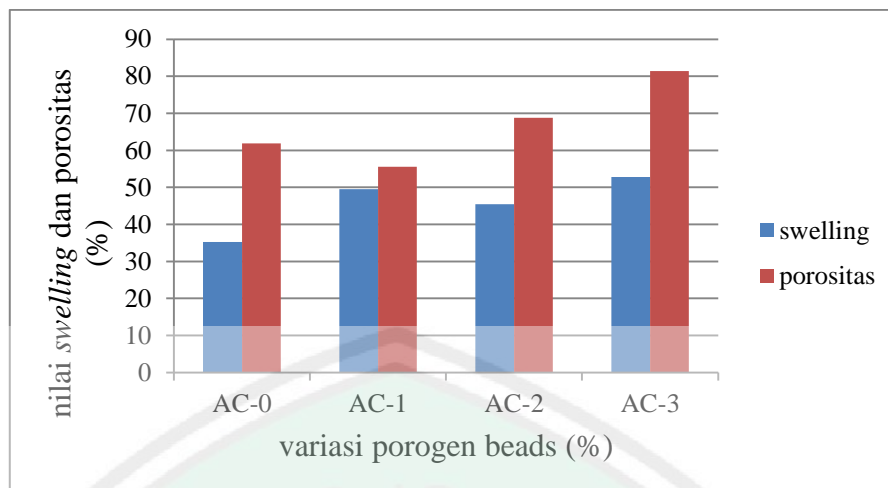
Tabel 4.6 Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau *tukey* penambahan konsentrasi porogen (AC-0) 0%, (AC-1) 3,3%, (AC-2) 6,5%, dan (AC-3) 9,3% terhadap daya *swelling* (%)

Beads	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)	Notasi
AC-0	32,583	A
AC-1	27,167	A
AC-2	24,583	A
AC-3	34,333	A

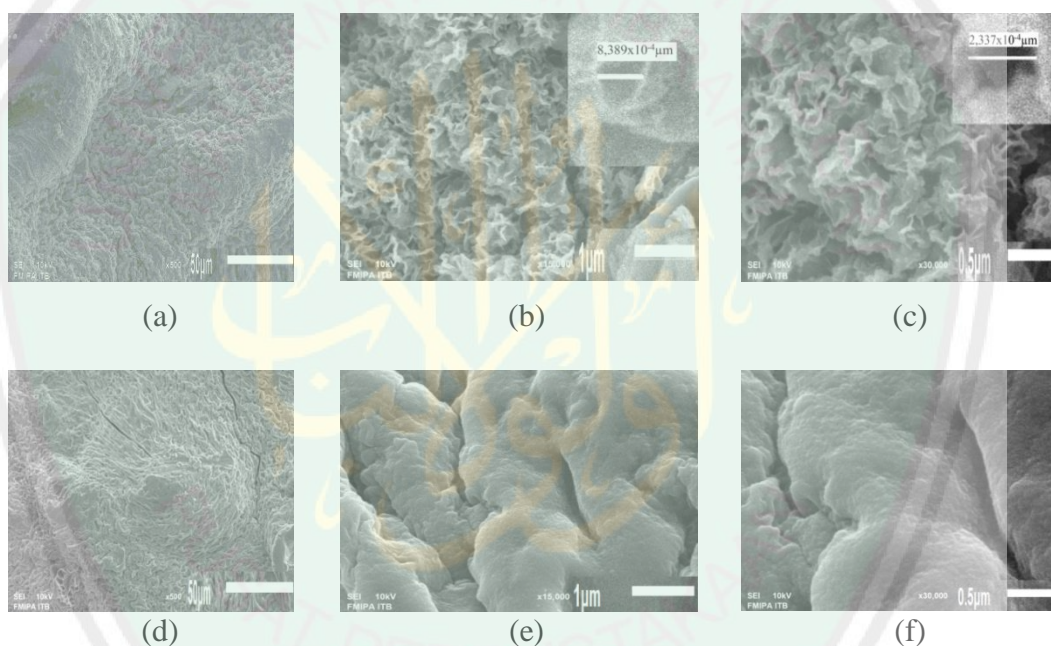
Tabel 4.7 Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau *tukey* variasi waktu perendaman (t0) 0 jam, (t3) 3 jam, (t9) 9 jam, (t12) 12 jam dan (t24) 24 jam terhadap daya *swelling* (%)

Beads	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)	Notasi
t3	24,750	AB
t9	16,500	A
t12	31,833	BC
t24	45,583	C

Grafik 4.9 Menunjukkan pertambahan porogen pada beads AC-1, AC-2, dan AC-3 dapat meningkatkan porositas beads. Nilai porositas beads AC-1, AC-2, dan AC-3 berturut-turut sebesar 55,56; 68,75; 81,4%. Tingginya porositas beads AC-0 karena struktur permukaan pada *beads* AC-0 memiliki banyak rongga seperti tampak pada gambar 4.10 (c). Berdasarkan gambar 4.9 dapat diketahui bahwa daya *swelling* beads terhadap porositas tidak menunjukkan keterkaitan. Menurut Xu *et al.*, (2016) *swelling beads* tidak bisa ditinjau hanya dari nilai porositas *beads* saja, karena kerangka mikro dari jaringan berpori juga berperan penting dalam mengendalikan kapasitas penyerapan air. Setidaknya ada dua hal yang berpengaruh pada *swelling beads* yaitu luas permukaan dan diameter pori *beads*



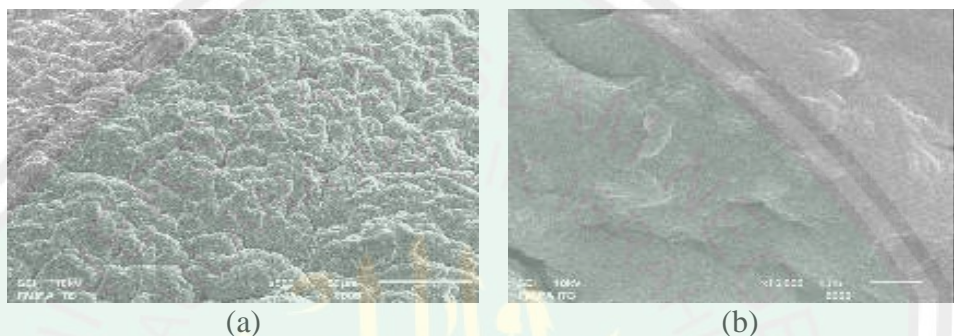
Gambar 4.9 Grafik nilai porositas dan *swelling* t24 terhadap variasi porogen *beads*



Gambar 4.10 Gambar SEM untuk *beads* AC-0 (a) perbesaran 500x, (b) 1500x, (c) 3000x dan *beads* AC-3 perbesaran (d) 500x, (e) 1500x, (f) 3000.

Gambar 4.10 menunjukkan *beads* AC-0 memiliki permukaan yang kasar dan berpori dengan diameter berkisar $1,08 \times 10^{-4} - 8,89 \times 10^{-4} \mu\text{m}$ dengan rata-rata diameter pori sebesar $1,86 \times 10^{-4} \mu\text{m}$, sedangkan *beads* AC-3 memiliki permukaan yang membentuk lipatan-lipatan kasar dan memiliki sedikit retakan. Pori pada *beads* dengan porogen NaCl cenderung kurang tampak dan tidak seragam. Hal ini

dimungkinkan karena kurang maksimalnya pengeluaran porogen selama pencucian *beads*. Data EDX menunjukkan bahwa masih terdapat atom Na dan Cl pada *beads*. Kandungan atom Na dan Cl pada *beads* sebesar 7,05% dan 0,05%. Morfologi yang diperoleh memiliki kemiripan dengan morfologi Hidayah (2018) *beads* dengan porogen NaCl tertinggi (1,5 gram) memiliki permukaan yang halus dan terdapat sedikit cekungan (gambar 4.11)



Gambar 4.11 Gambar SEM untuk *beads* porogen NaCl 1,5 gram perbesaran (a) 500x dan (b) 3000x (Hidayah, 2018).

Pembuatan *beads* dari bahan yang dapat terurai dilingkungan, melimpah dan tidak beracun sebagai penambat obat, media tanam dan adsorben menjadi perhatian para peneliti. Allah SWT telah memberikan isyarat akan kebutuhan tersebut melalui firmanNya dalam QS al-Hijr ayat 20:

وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعَايِشَ وَمَنْ لَسْتُمْ لَهُ بِرَازِقِينَ

Artinya: Dan Kami telah menjadikan untukmu di bumi keperluan-keperluan hidup, dan (Kami menciptakan pula) makhluk-makhluk yang kamu sekali-kali bukan pemberi rezeki kepadanya

Berdasarkan ayat tersebut maka sebenarnya apa yang manusia butuhkan telah tersedia di bumi, pada penelitian ini yaitu selulosa. Penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa selulosa dari batang jagung dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan *beads* sedangkan penambahan porogen memiliki

nilai yang tidak berbeda secara signifikan yang disebabkan kurang maksimalnya proses pengeluaran porogen.



BAB V

Penutup

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan pembahasan yang telah diuraikan maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

- 1) Variasi waktu perendaman dengan konsentrasi porogen terhadap daya *swelling beads* tidak terdapat perbedaan pengaruh yang signifikan. Hal ini dimungkinkan karena kurang optimalnya pencucian porogen dalam *beads*. *Beads* yang dihasilkan memiliki diameter 2,6-5,8 mm.
- 2) Keberhasilan ikat silang *beads* ditandai dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 819 cm^{-1} untuk *beads* AC-0 dan 815 cm^{-1} pada *beads* AC-3 yang menunjukkan gugus Zn-O.
- 3) *Beads* AC-0 memiliki permukaan kasar dan berpori dengan diameter berkisar $1,08 \times 10^{-4} - 8,89 \times 10^{-4}\ \mu\text{m}$ dan rata-rata diameter pori sebesar $1,86 \times 10^{-4}\ \mu\text{m}$. Sedangkan *beads* AC-3 memiliki permukaan kasar, berlipat-lipat, dan sedikit terdapat retakan.

5.2 Saran

Perlu dilakukan metode pengeluaran porogen dari *beads* yang tepat agar rongga *beads* yang terbentuk maksimal. Serta perlu dilakukan karakterisasi tentang luas permukaan dan diameter pori *beads* untuk mengetahui pengaruhnya terhadap daya *swelling*. Selain itu, sekiranya perlu uji lebih lanjut terhadap penggunaan *beads* sehingga dapat diketahui kemampuan *beads* terhadap penggunaannya.

DAFTAR PUSTAKA

- Agüero, Lissette, Dionisio Zaldivar-Silva, Luis Peña, and Marcos Dias. 2017. Alginate Microparticles as Oral Colon Drug Delivery Device: A Review. *Carbohydrate Polymers* 168: 32–43.
- Al-Qurtubi, Syaikh Imam. 2007. Tafsir Al-Qurtubi; Terjemahan oleh Fathurrahman, Ahmad Hotib, Nashirul Haq; editor, Mukhlis B Mukti. Jakarta. Pustaka Azzam.
- Al-Qurtubi, Syaikh Imam. 2008. Tafsir Al-Qurtubi; Terjemahan, Muhyiddin Masridha; editor, M. Iqbal Kadir. Jakarta. Pustaka Azzam
- Ash-Shiddiqy, Teungku Muhammad Hasbi. 1995. Tafsir Al-Qur'anul Majid An-Nur, Juz 1. Semarang : PT Pustaka Rizki Putra.
- Ayuningtyas, Fathia. 2012. Pembuatan dan Karakterisasi Beads Hidrogel dari Berbagai Polimer Sebagai Media Tanam [Skripsi]. Depok. Universitas Indonesia.
- Boufi, Sami, and Achraf Chaker. 2016. Easy Production of Cellulose Nanofibrils from Corn Stalk by a Conventional High Speed Blender. *Industrial Crops & Products*.
- Cahyaningrum, Sari Edi, Narsito, Sri Juari Santoso, and Rudiana Agustini. 2008. Adsorption of Zink (II) Metal Ion on Chitosan Bead From Shell Shrimp (Penaeus Monodon).” *Jurnal Manusia Dan Lingkungan*. 15 (2): 90–99.
- Chao, An Chong, Shu Huei Yu, and Guo Syong Chuang. 2006. Using NaCl Particles as Porogen to Prepare a Highly Adsorbent Chitosan Membranes. *Journal of Membrane Science*. 280 (1–2): 163–74.
- Cowd, M. A. 1982. Kimia Polimer; Terjemahan oleh Harry Firman. 1991. Bandung: ITB.
- Cziple, Florentina Adriana, and António J Velez Marques. 2008. Biopolymers Versus Synthetic Polymers. *Analele Universităţii “Eftimie Murgu”*. 1: 125–32.
- Eiselt, Petra, Julia Yeh, Rachel K Latvala, Lonnie D Shea, and David J Mooney. 2000. Porous Carriers for Biomedical Applications Based on Alginate Hydrogels. *Biomaterial*. 21: 1921–27.
- Gericke, Martin, Jani Trygg, and Pedro Fardim. 2012. Functional Cellulose Beads: Preparation , Characterization , and Applications. *American Chemical Society*.

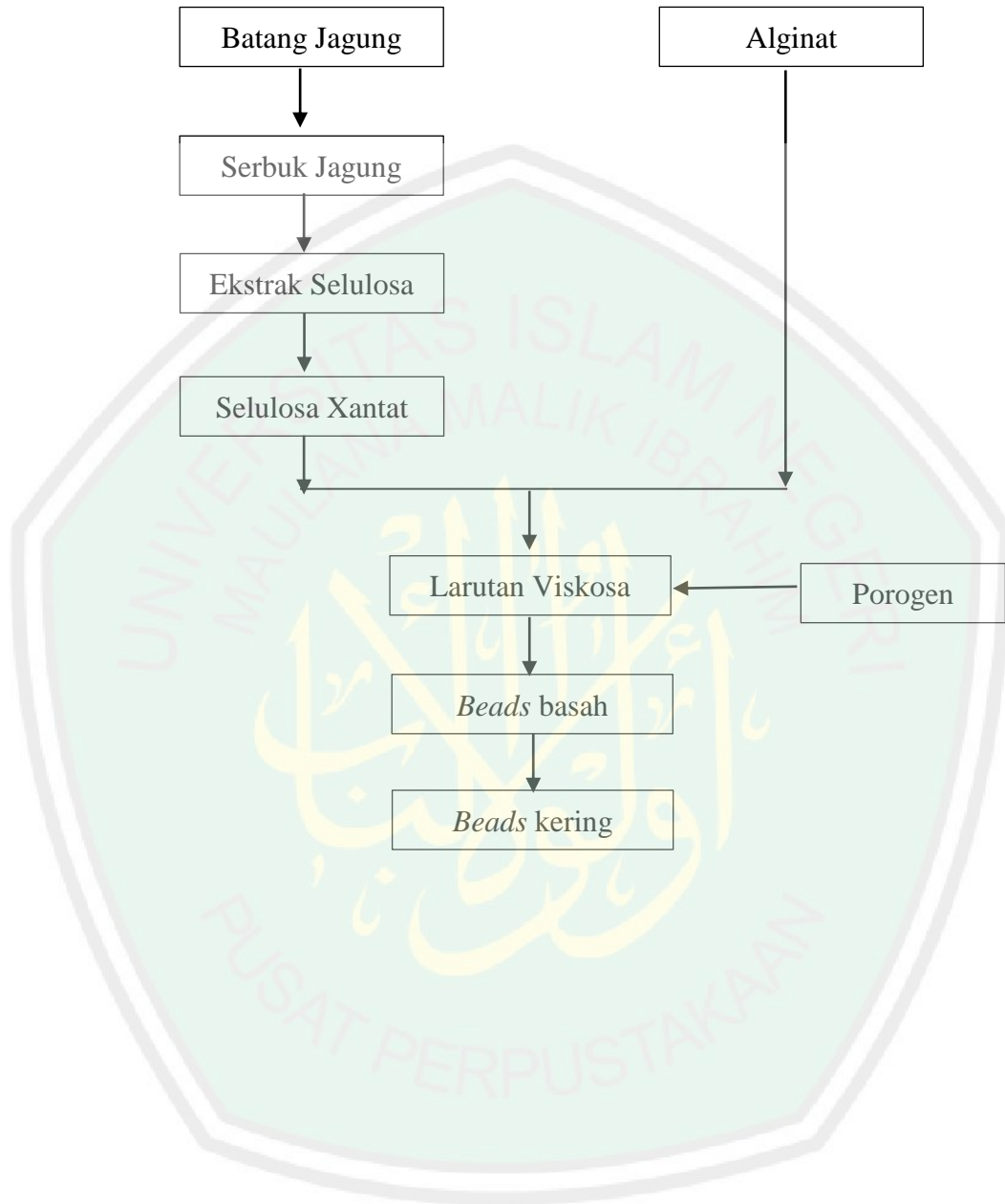
- Gunam, Ida Bagus Wayan Buda, Ketut Guna, and I Made Yoga Semara. 2010. Pengaruh Perlakuan Delignifikasi Dengan Larutan Naoh dan Konsentrasi Substrat Jerami Padi Terhadap Produksi Enzim Selulase Dari *Aspergillus Niger* Nrrl a-Ii, 264. *Jurnal Biologi* 14 (2).
- Harmsen, P, and W Huijgen. 2010. Literature Review of Physical and Chemical Pretreatment Processes for Lignocellulosic Biomass. *Food & Biobased Research*: 1–49.
- Hidayah, Cicik Nurul. 2019. Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-Selulosa Xantat dari Batang Jagung dengan Variasi Porogen NaCl [Skripsi] Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Hokkanen, Sanna, Amit Bhatnagar, and Mika Sillanpää. 2016. A Review on Modification Methods to Cellulose-Based Adsorbents to Improve Adsorption Capacity. *Water Research*. 91: 156–73.
- Ishak, Rania A H. 2015. Buoyancy-Generating Agents for Stomach-Specific Drug Delivery: An Overview with Special Emphasis on Floating Behavior. *Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. 18 (1): 77–100.
- Lee, Kuen Yong, and David J. Mooney. 2012. Alginate: Properties and Biomedical Applications. *Progress in Polymer Science (Oxford)* 37 (1): 106–26.
- Lin, Ning, Cécile Bruzzese, and Alain Dufresne. 2012. TEMPO-Oxidized Nanocellulose Participating as Crosslinking Aid for Alginate-Based Sponges. *ACS Applied Materials and Interfaces* 4 (9): 4948–59.
- Mane, Sachine. 2016. Effect of Porogens (Type and Amount) on Polymer Porosity : A Review. *Canadian Chemical Transaction* 4 (2): 210–25.
- Modenbach, Alicia. 2013. Sodium Hydroxide Pretreatment of Corn Stover and Subsequent Enzymatic Hydrolysis : An Investigation of Yields , Kinetic Modeling and Glucose Recovery. *Theses and Dissertations--Biosystems and Agricultural Engineering*
- Mohan, Neethu, and Prabha D. Nair. 2005. Novel Porous, Polysaccharide Scaffolds for Tissue Engineering Applications. *Trends in Biomaterials and Artificial Organs* 18 (2): 219–24.
- Moon, Robert J., Ashlie Martini, John Nairn, John Simonsen, and Jeff Youngblood. 2011. *Cellulose Nanomaterials Review: Structure, Properties and Nanocomposites*. Chemical Society Reviews. Vol. 40.
- O’Connell, David William, Colin Birkinshaw, and Thomas Francis O’Dwyer. 2008. “Heavy Metal Adsorbents Prepared from the Modification of Cellulose: A Review.” *Bioresource Technology* 99 (15): 6709–24.

- Patil, J. S., M. V. Kamalapur, S. C. Marapur, and D. V. Kadam. 2010. "Ionotropic 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): 241–48.
- Peretz, Sandu, Dan F. Anghel, Elena Vasilescu, Manuela Florea-Spiroiu, Cristina Stoian, and Gheorghe Zgherea. 2015. "Synthesis, Characterization and Adsorption Properties of Alginate Porous Beads." *Polymer Bulletin* 72 (12): 3169–82.
- Puspitasari, S. 2017. Preparasi dan Karakterisasi Komposit *Beads* Alginat-Selulosa dari Ampas Tebu melalui Metode Gelasi Ionik dengan CaCO_3 Sebagai Porogen. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Putera, Rizky Dirga Harya. 2012. Ekstraksi Serat Selulosa Dari Tanaman Eceng Gondok (*Eichornia Crassipes*) Dengan Variasi Pelarut. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Rebelo, Rita, Margarida Fernandes, and Raul Fangueiro. 2017. Biopolymers in Medical Implants: A Brief Review. *Procedia Engineering* 200: 236–43.
- Ren, Huixue, Zhimin Gao, Daoji Wu, Jiahui Jiang, Youmin Sun, and Congwei Luo. 2016. Efficient Pb(II) Removal Using Sodium Alginate-Carboxymethyl Cellulose Gel Beads: Preparation, Characterization, and Adsorption Mechanism. *Carbohydrate Polymers* 137 (ii): 402–9.
- Sönmez, Maria, Anton Ficai, Denisa Ficai, Roxana Trusca, and Ecaterina Andronescu. 2016. Alginate/cellulose Composite Beads for Environmental Applications. *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science* 78 (2): 165–76.
- Stevens, Malcom P. 2007. *Kimia Polimer*; Terjemahan oleh Iis Sopyan Cet. 2. Jakarta. Pradnya Paramita
- Sun, Jinchun and Huaping Tan. 2013. Alginate-Based Biomaterials for Regenerative Medicine Applications. *Materials*, 1285–1297.
- Suvachitanont, S, and W Pookingdao. 2011. Extraction of Cellulose from Corn Cob for Preparation and Characterization of Cellulose Beads. Paper TICHE International Conference. November 10 – 11 at Hatyai, Songkhla Thailand.
- Suvachittanont, Sirikalaya, and W Pookingdao. 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: 1156–1163.

- Tas, A. C. 2008. Preparation of Porous Apatite Granules from Calcium Phosphate Cement. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 19 (5): 2231–39.
- Venkatesan, Jayachandran, Ira Bhatnagar, Panchanathan Manivasagan, Kyong-Hwa Kang, and Se-Kwon Kim. 2015. Alginate Composites for Bone Tissue Engineering: A Review. *International Journal of Biological Macromolecules* 72: 269–81.
- Wang, Ting, B I N Li, and Hongyan Si. 2013. “Preparation of Regenerated Cellulose Bead and Its Coating With Cyclodextrins.” *Cellulose Chemistry and Technology* 47: 37–47.
- Williams, Dudley H dan Ian Fleming. 2013. Metode Spektroskopi dalam Kimia Organik; Terjemahan oleh Lolita, July Manurung, Winny Riviani Syarief; Editor Bahasa Indonesia, Hafsa Nurul Afifah E.d. 6. Jakarta. EGC
- Wu, Yun, Zhi Yuan (William) Lin, Andrew C. Wenger, Kam C. Tam, and Xiaowu (Shirley) Tang. 2017. 3D Bioprinting of Liver-Mimetic Construct with Alginate/Cellulose Nanocrystal Hybrid Bioink. *Bioprinting*.
- Xu, Zhaoyang, Jianyu Li, Huan Zhou, Xiangdong Jiang, Chuang Yang, Fei Wang, Yuanyuan Pan, et al. 2016. “Morphological and Swelling Behavior of Cellulose Nanofiber (CNF)/poly(vinyl Alcohol) (PVA) Hydrogels: Poly(ethylene Glycol) (PEG) as Porogen.” *RSC Advances* 6 (49): 43626–33.
- Yu, Haiying, Howard W. Matthew, Paul H. Wooley, and Shang You Yang. 2008. Effect of Porosity and Pore Size on Microstructures and Mechanical Properties of Poly-ε-Caprolactone- Hydroxyapatite Composites. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* 86 (2): 541–47.
- Zheng, Liuchun, and Peipei Meng. 2016. Preparation, Characterization of Corn Stalk Xanthates and Its Feasibility for Cd (II) Removal from Aqueous Solution. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 58: 391–400.
- Zhou, Zhihua, Xiaoping Liu, and Qingquan Liu. 2008. “A Comparative Study of Preparation of Porous Poly-L-Lactide Scaffolds Using NaHCO₃ and NaCl as Porogen Materials.” *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics* 47 (4): 667–74.

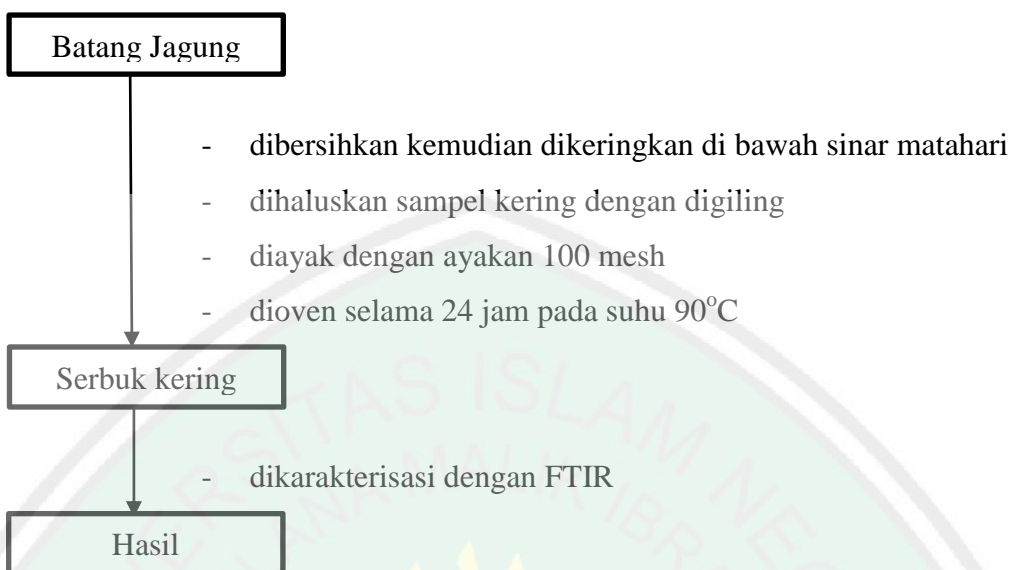
LAMPIRAN

Lampiran I Rancangan Penelitian

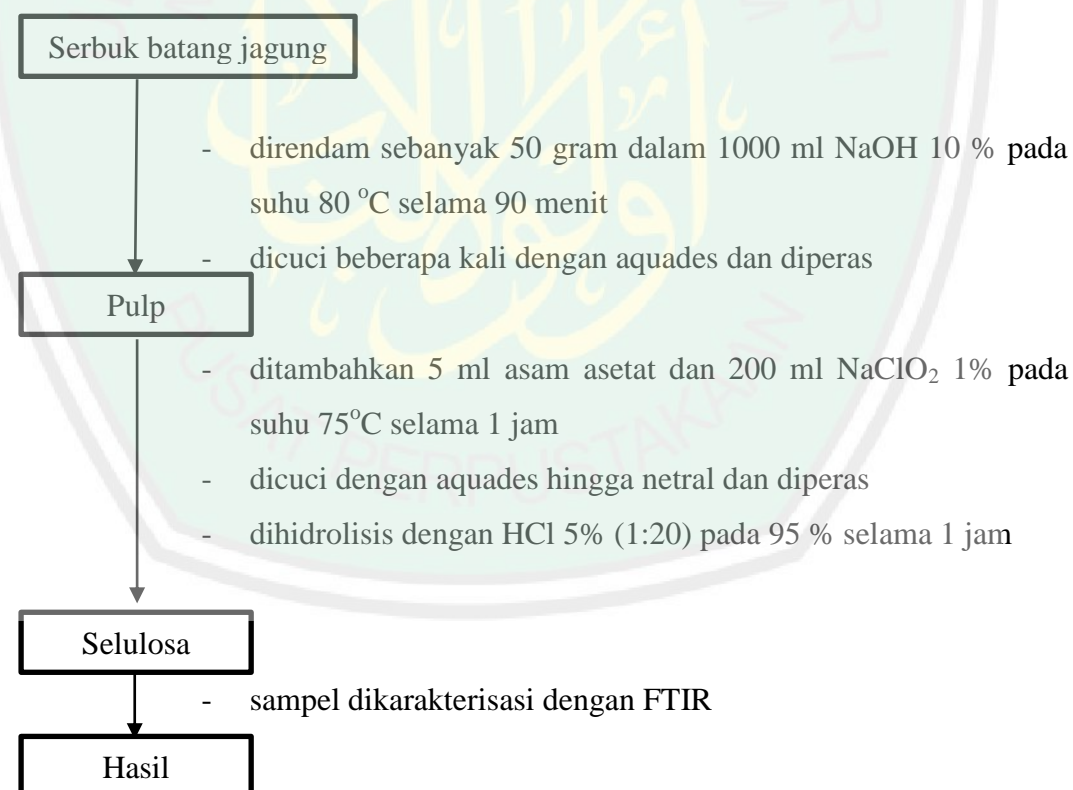


Lampiran II Skema Kerja

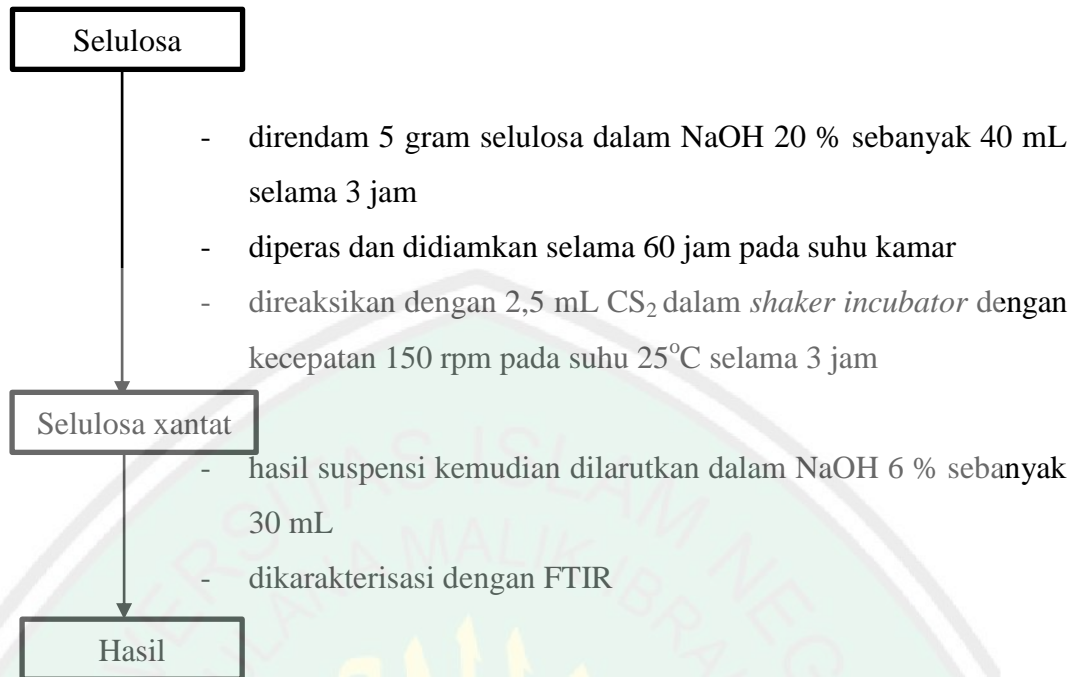
L.2.1 Preparasi Sampel



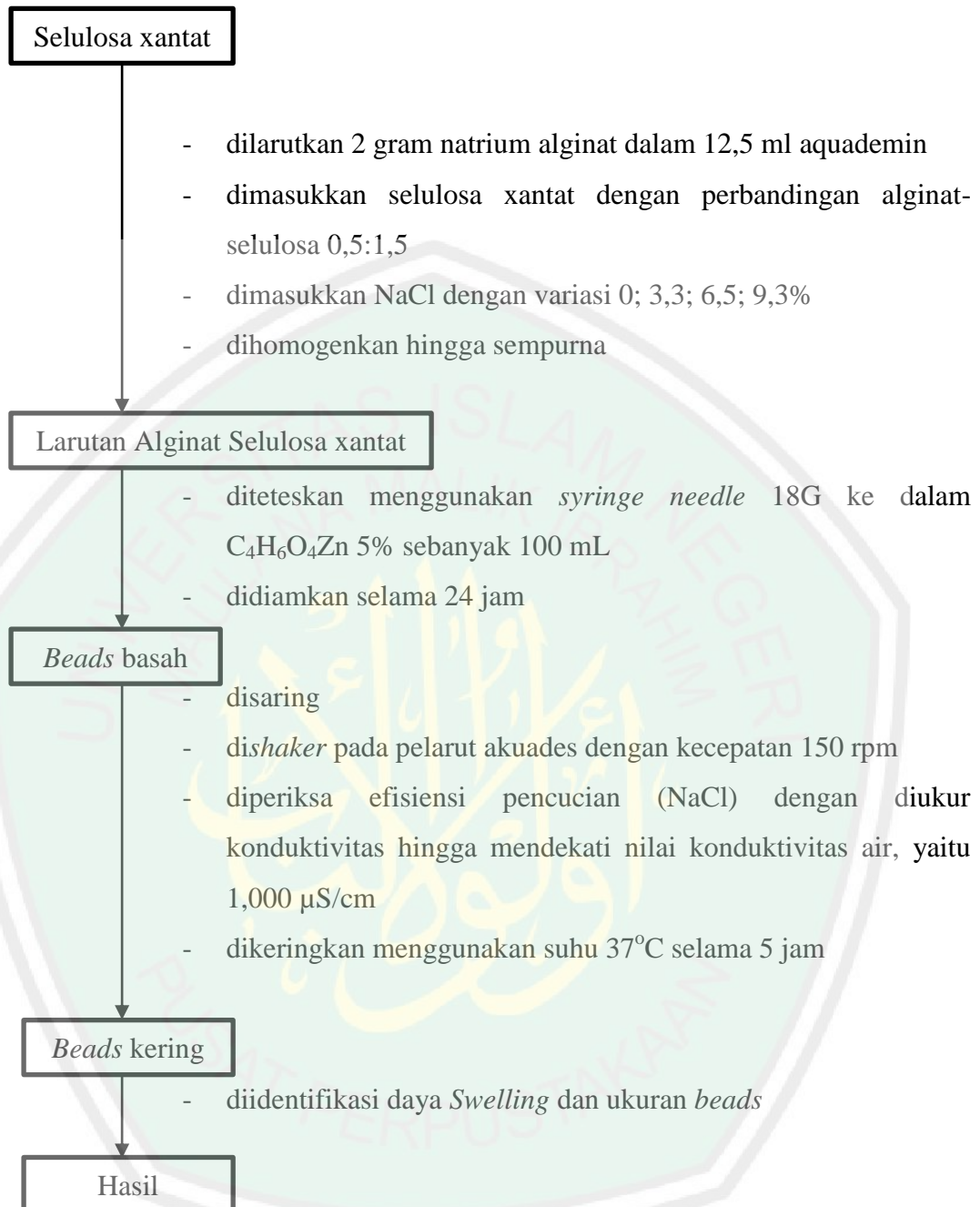
L.2.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung



L.2.3 Pembuatan Selulosa Xantat

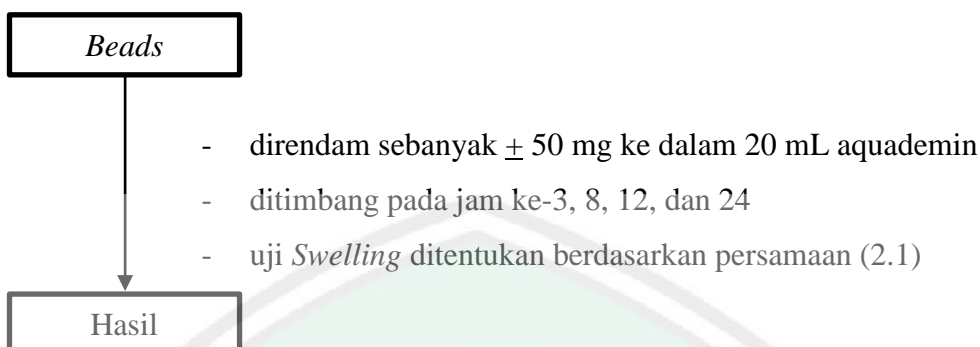


L.2.4 Penentuan Konsentrasi Terbaik NaCl dalam Pembentukan Pori *Beads*

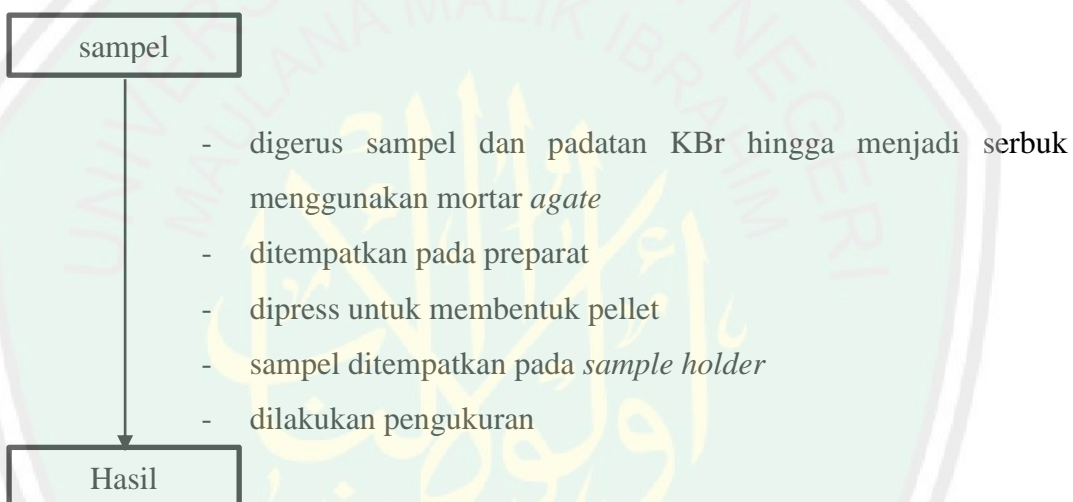


L.2.5 Karakterisasi

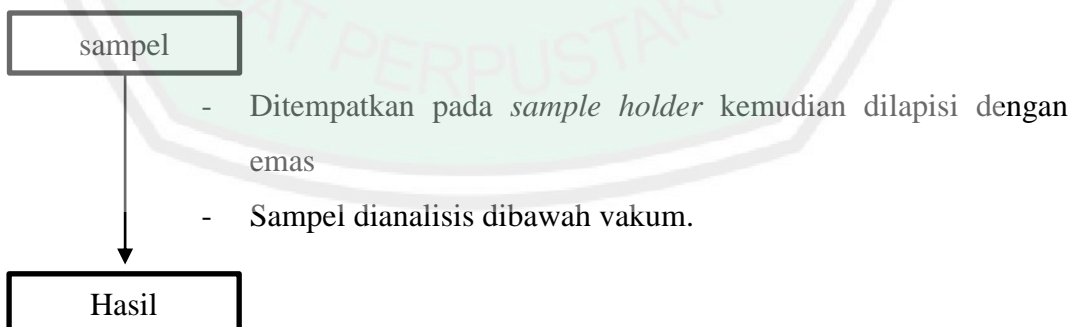
L.2.5.1 Uji *Swelling Beads*



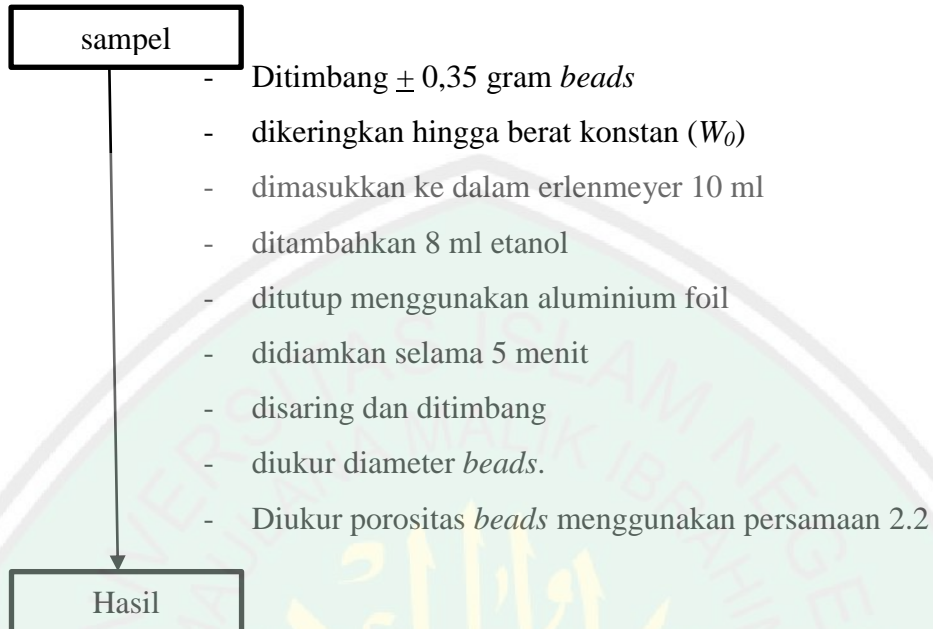
L.2.5.2 Analisis Gugus Fungsi



L.2.5.3 Analisis Morfologi Permukaan



L.2.5.4 Analisis Porositas *Beads*



Lampiran III Preparasi Larutan

L.3.1 Ekstraksi Selulosa

a. NaOH 10%(b/v) dalam 1000mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 10\%$$

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

Ditanya: m

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v} \dots\dots\dots (L.3.1(a))$$

$$10\% = \frac{m}{1000 \text{ mL}}$$

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

Jadi, larutan NaOH 10% dibuat dengan 100 gr NaOH yang diencerkan dalam 1000 mL aquades.

b. NaClO₂ 1% (v/v) dalam 250 mL

Diketahui:

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

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

Ditanya: V₁

Jawab:

$$\%_1 \times V_1 = \%_2 \times V_2 \dots\dots\dots (L.3.1 (b))$$

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

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

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

Jadi, larutan NaClO₂ 1% dibuat dari larutan NaClO₂ 25% dengan mengencerkan 10 mL NaClO₂ dalam 250 mL aquades.

c. CH₃COOH 10% (v/v) 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_3COOH 10% dibuat dari larutan CH_3COOH 99,85% dengan mengencerkan 10,02 mL CH_3COOH dalam 100 mL.

d. HCl 5 % (v/v) 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 aquades.

L.3.2 Preparasi Beads

a. NaOH 20% (b/v) dalam 100 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 20\%$$

$$v = 100 \text{ mL}$$

Ditanya: m

Jawab:

$$\% \frac{b}{v} = \frac{m}{v}$$

$$20\% = \frac{m}{v100 \text{ mL}}$$

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

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

b. Zink asetat 5% (b/v) dalam 100 mL

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 5\%$$

$$v = 100 \text{ mL}$$

$$5\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

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

Jadi, larutan zink asetat 10% dibuat dengan 10 gr zink asetat dalam 100 mL aquades.

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:

$$M = \% \times bj \times \frac{1000}{Mr} \dots\dots\dots (L.3.2 (c))$$

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

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

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

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

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

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

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

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



Lampiran IV. Perhitungan

L.4.1 Persen Porogen

Diketahui :

$$\% \text{NaCl} = \frac{\text{berat NaCl}}{\text{berat NaCl} + \text{berat alginat} + \text{berat selulosa xantat} + \text{berat pelarut}}$$

Berat NaCl = 0,5, 1, dan 1,5 gram

Berat alginat = 0,5 gr

Berat selulosa xantat = 1,5 gr

Berat pelarut = $\rho \times v = 1 \text{ gr/ml} \times 12,5 \text{ ml} = 12,5 \text{ gr}$

Sehingga

$$\text{a) } \% \text{NaCl } 0,5\text{gr} = \frac{0,5 \text{ gr}}{0,5\text{gr} + 0,5\text{gr} + 1,5\text{gr} + 12,5\text{gr}} = 3,3\% \text{ (b/b)}$$

$$\text{b) } \% \text{NaCl } 1\text{gr} = \frac{1\text{gr}}{1\text{gr} + 0,5\text{gr} + 1,5\text{gr} + 12,5\text{gr}} = 6,5\% \text{ (b/b)}$$

$$\text{c) } \% \text{NaCl } 1,5\text{gr} = \frac{1,5\text{gr}}{1,5\text{gr} + 0,5\text{gr} + 1,5\text{gr} + 12,5\text{gr}} = 9,3\% \text{ (b/b)}$$

L.4.2 Rendemen Selulosa

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat setelah ekstraksi}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \dots\dots\dots(\text{L.4.1})$$

$$= \frac{16,13 \text{ gr}}{50,03 \text{ gr}} \times 100\%$$

$$= 32,2\% \text{ (b/b)}$$

L.4.3 Penentuan Kadar Lignin dan Selulosa

Analisis kadar lignin dan selulosa pada sampel menggunakan metode *Chesson* pada persamaan 3.1 dan 3.2

a) Batang jagung

Diketahui:

$$(a) = 1 \text{ gram}$$

$$(b) = 0,6280 \text{ gram}$$

$$(c) = 0,3848 \text{ gram}$$

$$(d) = 0,3017 \text{ gram}$$

$$(e) = 0,0245 \text{ gram}$$

$$\% \text{ selulosa} = \frac{c-d}{a} \times 100\% = \frac{0,3848\text{gr} - 0,3017\text{gr}}{1\text{gr}} \times 100\% = 8,31\% \text{ (b/b)}$$

$$\% \text{ lignin} = \frac{d-e}{a} \times 100\% = \frac{0,3017\text{gr} - 0,0245\text{gr}}{1\text{gr}} \times 100\% = 27,72\% \text{ (b/b)}$$

b) Selulosa Setelah Hidrolisis

$$(a) = 1,0004 \text{ gram}$$

$$(b) = 0,8330 \text{ gram}$$

$$(c) = 0,5833 \text{ gram}$$

$$(d) = 0,4220 \text{ gram}$$

$$(e) = 0,0020 \text{ gram}$$

$$\% \text{ selulosa} = \frac{c-d}{a} \times 100\% = \frac{0,5833\text{gr} - 0,4220\text{gr}}{1\text{gr}} \times 100\% = 38,43\% \text{ (b/b)}$$

$$\% \text{ lignin} = \frac{d-e}{a} \times 100\% = \frac{0,4220\text{gr} - 0,0020\text{gr}}{1\text{gr}} \times 100\% = 19,67\% \text{ (b/b)}$$

L.4.4 Nilai konduktivitas air bekas cucian *beads*

Pennentuan nilai konduktivitas *beads* persamaan berikut:

$$\text{konduktivitas beads} = B - A$$

A= konduktivitas akuades

B= konduktivitas akuades bekas cucian *beads*

Ssehingga perhitungan konduktivitas *beads* AC-1 adalah

Diketahui:

$$A=6,11$$

$$B=7,95$$

Sehingga nilai konduktivitas adalah:

$$\text{Konduktivitas beads} = 7,95\mu\text{S} - 6,11\mu\text{S} = 1,84 \mu\text{S}$$

Tabel L.4.1 Nilai Konduktivitas Aquades *Beads*

Pengulangan	A (μS)	B (μS)			A-B (μS)		
		AC-1	AC-2	AC-3	AC-1	AC-2	AC-3
I	6,11	7,95	7,63	9,89	1,84	1,52	1,03
II	6,11	7,21	6,96	8,05	1,1	0,85	0,91
III	3,84	4,86	4,74	5,12	1,03	1,94	1,29

L.4.5 Penentuan porositas

Perhitungan Porositas menggunakan persamaan 2.2. Data-data untuk perhitungan porositas *beads* AC-2 (b/b) adalah:

$$\text{Volume etanol (V 1)} = 5$$

$$\text{Volume etanol + beads (V 2)} = 5,1$$

$$\text{Volume etanol setelah pengambilan beads (V 3)} = 4,78$$

$$V T = V 2 - V 3 = 0,32$$

Sehingga, nilai porositas adalah:

$$\text{Porositas} = \frac{V1-V3}{VT} \times 100\% = \frac{5-4,78}{0,32} \times 100\% = 68,75 \% \text{ (v/v)}$$

Tabel L.4.2 Nilai Porositas *Beads*

Variasi sampel	V1 (ml)	V2 (ml)	V3 (ml)	V1-V3 (ml)	VT (ml)	Porositas (%)
<i>Beads AC-0</i>	5	5,2	4,675	0,325	0,525	61,9
<i>Beads AC-1</i>	5	5,2	4,75	0,25	0,45	55,56
<i>Beads AC-2</i>	5	5,1	4,78	0,22	0,32	68,75
<i>Beads AC-3</i>	5	5,08	4,65	0,35	0,43	81,40

L.4.6 Daya Swelling

Perhitungan daya *swelling beads* menggunakan persamaan 2.1. Data-data untuk perhitungan daya *swelling beads* porogen NaCl 0% T3 adalah:

$$(W_t - W_o)_{rata} = 5 \text{ mg}$$

$$W_o = 8,8 \text{ mg}$$

Sehingga, daya *swelling beads* porogen NaCl 0% T3 adalah:

$$\text{Swelling} = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100\% = \frac{5}{8,8} \times 100\% = 56,82\% \text{ (b/b)}$$

Perhitungan daya *swelling beads* dengan variasi konsentrasi lain dan variasi waktu perendaman dilakukan dengan cara yang sama. Nilai daya *swelling beads* variasi konsentrasi dan *beads* variasi waktu ditampilkan pada Tabel L.4.8.

Tabel L.4.3 Nilai daya *Swelling beads*

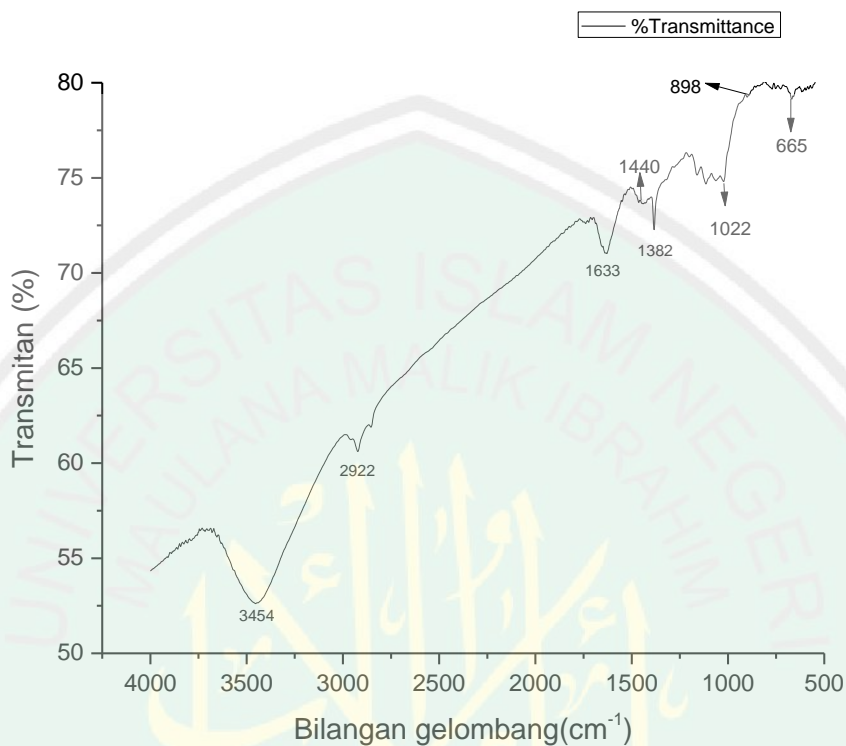
<i>beads</i>	Waktu (jam)	ulangan	Berat (mg)			Daya Swelling (%)
			W0 (mg)	Wt (mg)	Wt-W0 (mg)	
AC-0	t3	1	11,9	15,4	3,5	29,41
		2	10,9	14,3	3,4	31,19
		3	11,4	15	3,6	31,58
	t9	1	12,6	17,2	4,6	36,51
		2	11,7	15,1	3,4	29,06
		3	12,9	17,1	4,2	32,56
	t12	1	12	15,9	3,9	32,50
		2	15,2	20,5	5,3	34,87

		3	11,5	15,3	3,8	33,04
	t24	1	12,6	17,3	4,7	37,30
		2	14,3	19,4	5,1	35,66
		3	12,9	17,1	4,2	32,56
	t3	1	13,7	16,8	3,1	22,63
		2	11,0	15,9	4,9	44,55
		3	12	12,4	0,4	3,33
	t9	1	15,6	16,1	0,5	3,21
		2	12,5	14,7	2,2	17,60
		3	11,2	13,5	2,3	20,54
AC-1	t12	1	14,7	16,9	2,2	14,97
		2	10,4	14,0	3,6	34,62
		3	11,6	14,1	2,5	21,55
	t24	1	24,0	37,5	13,5	56,25
		2	25,9	37,1	11,2	43,24
		3	9,5	14,2	4,7	49,47
	t3	1	12,1	14,7	2,6	21,49
		2	14,2	16,8	2,6	18,31
		3	12,8	14,5	1,7	13,28
	t9	1	13,1	13,6	0,5	3,82
		2	12	14,3	2,3	19,17
		3	12,7	13,7	1,0	7,87
AC-2	t12	1	10,8	15,6	4,8	44,44
		2	11,3	13,2	1,9	16,81
		3	11,0	13,0	2,0	18,18
	t24	1	25,7	42,0	16,3	63,42
		2	28,8	39,5	10,7	37,15
		3	25,3	34,6	9,3	36,76
	t3	1	12,5	18,0	5,5	44,00
		2	12,2	15,7	3,5	28,69
		3	12,2	13,9	1,7	13,93
	t9	1	12,1	14,0	1,9	15,70
		2	14,6	15,6	1,0	6,85
		3	13,9	15,5	1,6	11,51
	t12	1	13,8	15,6	1,8	13,04
		2	10,1	16,5	6,4	63,37
		3	9,4	15,1	5,7	60,64
AC-3	t24	1	23,9	42,0	18,1	75,73
		2	26,4	38,9	12,5	47,35
		3	26,8	36,9	10,1	37,69

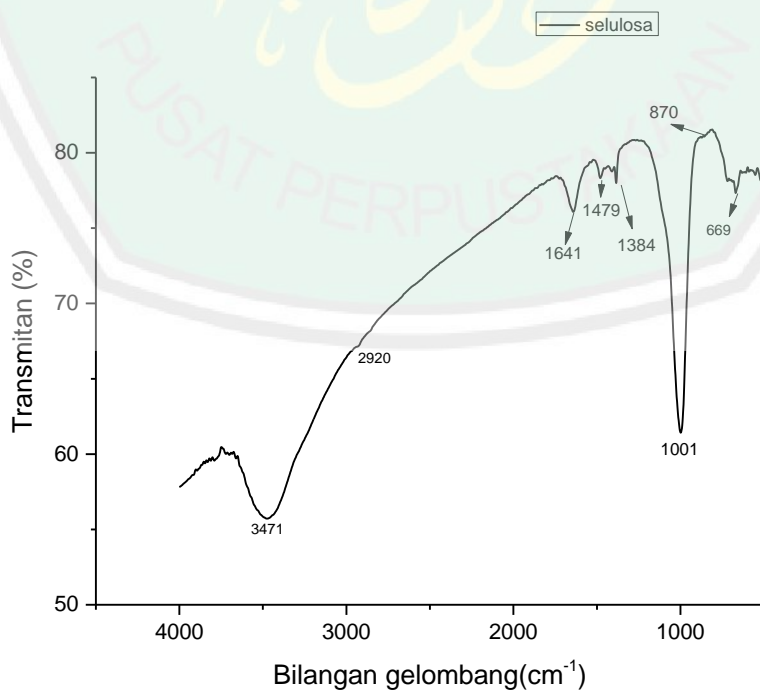
Lampiran V. Spektrum IR

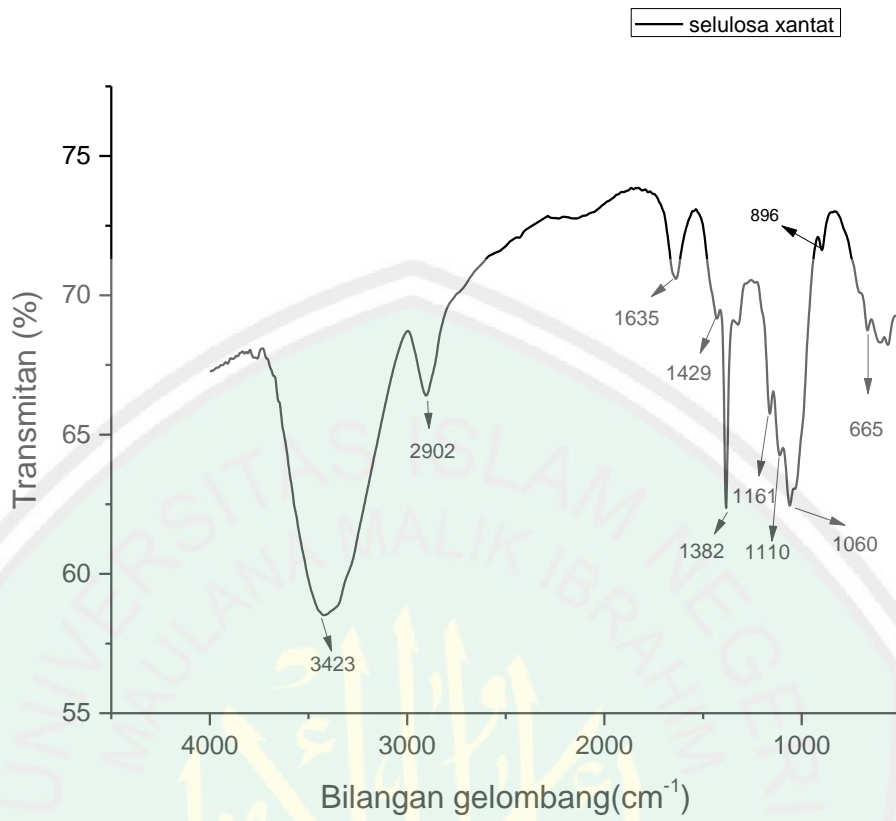
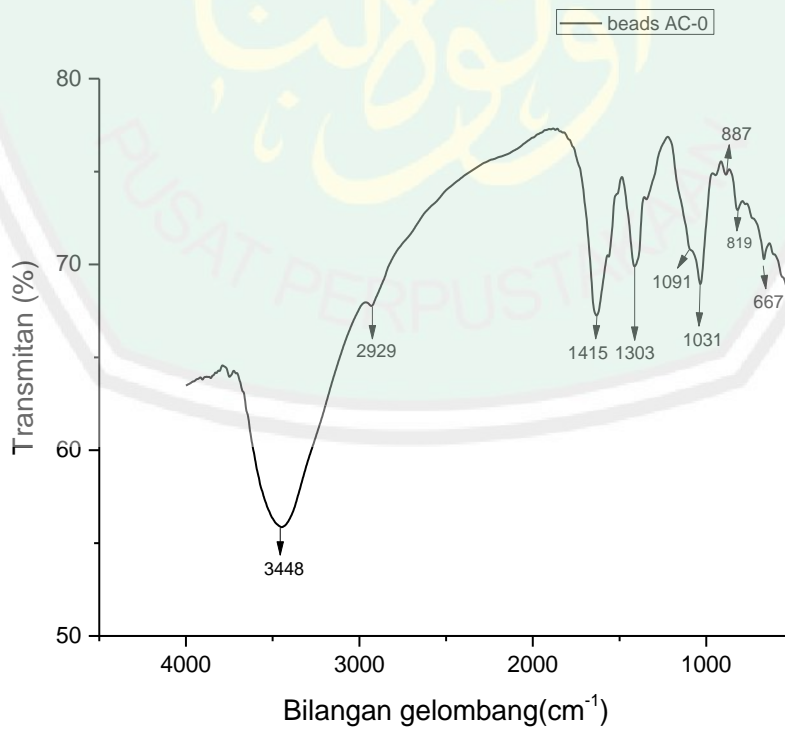
L.5.1 Spektrum IR

a. Batang jagung

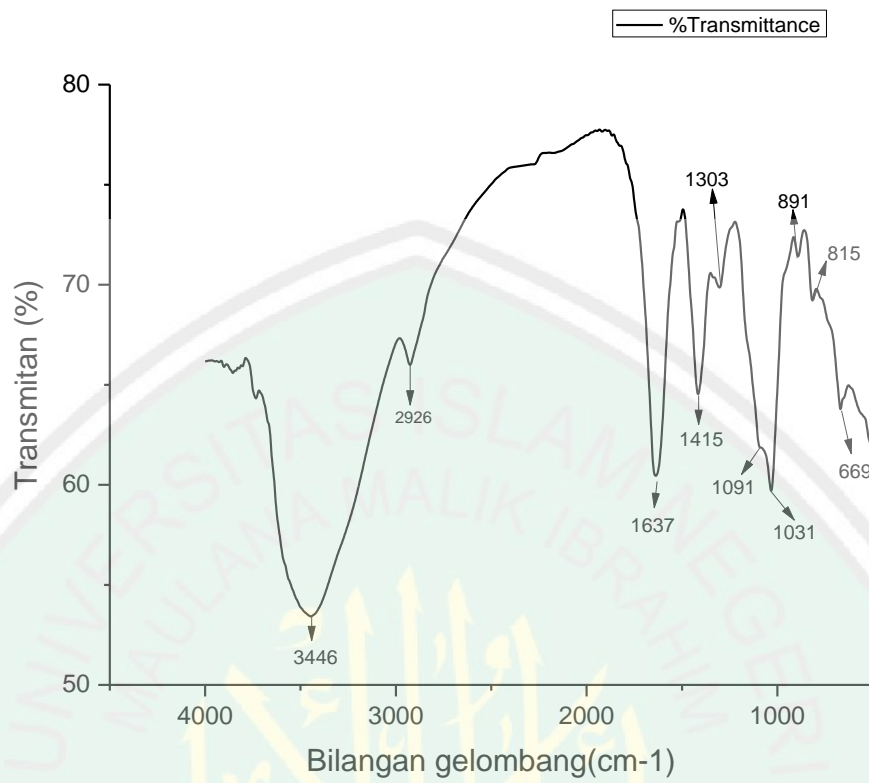


b. Selulosa Hasil Ekstraksi



c. Selulosa Xantat**d. Beads porogen NaCl 0%**

e. *Beads* porogen NaCl 9,3%



Lampiran VI. Diameter *Beads*

1) *Beads AC-0*

Basah			Kering		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	12.02037	3.912137	1	2.3621	1.73422
2	9.276295	3.436706	2	2.1057	1.637394
3	10.77725	3.704324	3	1.8683	1.542334
4	8.116631	3.214719	4	1.8967	1.554012
5	7.167963	3.021015	5	1.7268	1.482778
6	9.141617	3.411666	6	2.0875	1.630303
Rata-rata		3.450094	7	2.2251	1.683177
			8	2.1315	1.647395
			9	1.7373	1.487279
			Rata-rata		1.599877

t3			t9		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	2.311724	1.715628	1	2.336699	1.72487
2	1.981947	1.588551	2	2.445956	1.764735
3	1.880169	1.547225	3	2.21607	1.679758
4	1.826251	1.524879	4	2.08375	1.628838
5	1.853364	1.536156	5	1.836221	1.529035
6	2.426442	1.757681	6	1.869487	1.542823
7	2.369032	1.736763	7	2.044213	1.613311
8	1.758981	1.496531	8	1.778191	1.50468
9	2.124806	1.644806	Rata-rata		1.623506
10	1.947542	1.574702			
11	2.116179	1.641464			
12	2.356708	1.732239			
Rata-rata		1.624719			

t12			t24		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.850462	1.534953	1	2.57985	1.812393
2	2.296611	1.710011	2	2.101544	1.635778
3	1.97469	1.58564	3	2.192552	1.670821
5	1.959896	1.579689	4	1.996783	1.594485
6	2.305021	1.713139	5	2.353986	1.731239
7	2.256181	1.694892	6	2.409418	1.751504
8	1.869714	1.542917	7	2.311275	1.715461
9	2.229937	1.685006	8	2.161216	1.658839
10	2.039845	1.611586	9	2.357606	1.732569
Rata-rata		1.628648	Rata-rata		1.700343

2) Beads AC-1

Basah			Kering		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	8.478829	3.285663	1	1.216753	1.244676
2	7.276706	3.043845	2	1.077231	1.171142
3	7.889705	3.169461	3	1.251009	1.262075
4	8.2814	3.247184	4	1.355025	1.313496
5	8.146108	3.220551	5	0.806622	1.013421
6	8.270483	3.245043	6	1.162298	1.216505
7	8.226814	3.236465	7	1.352214	1.312133
Rata-rata		3.206887	8	1.149283	1.209675
			9	1.332743	1.302652
			Rata-rata		1.227308

t3			t9		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.772739	1.502372	1	1.842282	1.531557
2	1.648132	1.448609	2	1.939372	1.571396
3	1.820562	1.522502	3	1.782487	1.506497
4	1.557537	1.408232	4	2.155747	1.656739
5	1.927029	1.566387	5	1.719247	1.479531
6	1.350786	1.31144	6	2.118959	1.642541
7	1.5395	1.400054	7	1.824141	1.523997
8	1.679876	1.462493	8	1.64273	1.446233
9	1.224117	1.248437	9	1.60513	1.429586
Rata-rata		1.430058	10	1.839343	1.530335
			Rata-rata		1.531841

t12			t24		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.790722	1.509973	1	1.672584	1.459315
2	2.122801	1.64403	2	2.348434	1.729196
3	1.598607	1.426678	3	2.041016	1.612049
4	1.909825	1.55938	4	2.186205	1.668401
5	1.430333	1.349502	5	2.043873	1.613177
6	1.662083	1.454726	6	1.885318	1.549342
7	2.079193	1.627056	7	1.881645	1.547832
8	1.516953	1.389764	8	1.666259	1.456553
Rata-rata		1.495139	9	1.519947	1.391135
			10	2.201102	1.674076
			11	1.715845	1.478067
			12	1.763494	1.498449
			13	1.437608	1.35293
			14	1.713703	1.477144
			15	1.642894	1.446305
			16	2.080196	1.627448
			17	2.138761	1.650199
			Rata-rata		1.543036

3) Beads AC-2

Basah			Kering		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	9.0988	3.403667	1	0.991175	1.123389
2	9.8803	3.546828	2	1.140071	1.204817
3	9.0752	3.39925	3	1.260068	1.266637
4	9.0735	3.398932	4	1.048874	1.155624
5	9.2777	3.436966	5	1.060173	1.161833
6	9.2881	3.438892	6	0.959676	1.105395
7	8.8998	3.366241	7	1.284968	1.27909
	Rata-rata	3.427254	8	1.055374	1.159199
			9	1.020774	1.14004
			10	0.955176	1.1028
			11	1.335467	1.303982
				Rata-rata	1.182073

t3			t9		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.873803	1.544603	1	1.692365	1.467919
2	1.818409	1.521601	2	1.572476	1.414969
3	1.752811	1.493904	3	1.523363	1.392698
4	1.574552	1.415903	4	1.95812	1.578973
5	1.471158	1.368626	5	2.177606	1.665117
6	1.839754	1.530506	6	2.74725	1.870269
7	1.737818	1.487501	7	1.781767	1.506192
8	1.946585	1.574315	8	1.541009	1.40074
9	1.419825	1.344536	9	1.783139	1.506772
10	1.740733	1.488748	10	1.775591	1.50358
11	1.477405	1.371529	11	1.553556	1.406431
	Rata-rata	1.467434	12	1.882736	1.548281
			13	1.678641	1.461955
			14	2.236619	1.687528
			15	1.997037	1.594587
			16	2.23907	1.688453
			17	2.04566	1.613882
			18	2.016447	1.602317
			19	1.766964	1.499923
			20	1.992136	1.592629
			21	1.610805	1.432111
				Rata-rata	1.544539

t12			t24		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.573493	1.415427	1	2.610126	1.822996
2	1.330428	1.30152	2	1.857625	1.537921
3	1.94771	1.57477	3	3.206601	2.020587
4	1.726857	1.482802	4	1.946876	1.574433
5	1.614412	1.433713	5	1.721992	1.480712
6	0.816452	1.019578	6	1.620789	1.436542
7	1.485067	1.375081	7	1.739097	1.488048
8	1.594006	1.424623	8	1.613443	1.433283
9	1.731321	1.484718	9	1.879444	1.546927
10	2.593368	1.817135	10	1.909049	1.559063
11	1.6176	1.435128	11	1.514213	1.388508
Rata-rata		1.433136	12	1.859598	1.538738
			13	1.873523	1.544488
			Rata-rata		1.567096

4) Beads AC-3 basah

Basah			Kering		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	8.019055	3.195337	1	1.224875	1.248823
2	10.11839	3.589308	2	1.42363	1.346337
3	7.881716	3.167856	3	1.015611	1.137152
4	9.781029	3.528965	4	1.347516	1.309851
5	7.409517	3.071496	5	1.066626	1.165363
6	9.758122	3.52483	6	0.885726	1.145405
7	8.345273	3.259683	7	1.030405	1.380778
Rata-rata		3.333925	8	1.497398	1.263868
			9	1.254566	1.353698
			10	1.439241	1.267819
			11	1.262422	1.347735
			12	1.426589	1.306674
			13	1.340986	1.18958
			14	2.025406	1.163857
			15	1.111417	1.333977
			16	1.063871	1.140404
			Rata-rata		1.256333

t3			t9		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.917833	1.562646	1	1.735474	1.486497
2	1.714665	1.477559	2	2.032209	1.608567
3	1.52219	1.392161	3	1.693628	1.468466
4	2.036191	1.610143	4	1.970883	1.584111
5	1.887012	1.550038	5	2.066428	1.622054
6	1.564752	1.41149	6	1.698987	1.470788
7	1.634782	1.44273	7	1.82803	1.525621
8	1.692021	1.46777	8	1.574995	1.416103
9	1.742761	1.489615	9	1.899766	1.555267
10	1.943413	1.573032	10	2.156922	1.65719
Rata-rata		1.497718	11	2.047772	1.614715
			Rata-rata		1.546307

t12			t24		
No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)	No	Luas area (mm ²)	Diameter (mm)
1	1.624199	1.438052	1	2.099334	1.634917
2	1.527398	1.394541	2	1.904415	1.557169
3	1.774952	1.50331	3	2.129425	1.646593
4	1.394369	1.332428	4	2.237713	1.687941
5	1.694317	1.468765	5	1.985319	1.589901
6	1.657992	1.452935	6	2.960641	1.941547
7	1.757618	1.495951	7	1.961474	1.580325
8	1.592938	1.424146	8	2.04519	1.613696
9	1.417352	1.343365	9	1.546751	1.403348
10	1.89649	1.553926	10	2.380675	1.741025
	Rata-rata	1.440742	11	1.990421	1.591943
			12	2.557372	1.80448
			13	2.005206	1.597845
			14	2.473449	1.774625
			15	2.041129	1.612094
			16	1.980008	1.587774
			17	2.15025	1.654625
			18	1.984902	1.589735
			19	1.989379	1.591526
			20	2.378176	1.740111
			21	3.17222	2.009725
			22	2.221574	1.681843
				Rata-rata	1.665127

Lampiran VII. Diameter Pori *Beads* AC-0

No	Area (μm)	Mean	StdDev	Min	Max	Angle	Length
1	2.06×10^{-4}	75.418	26.476	33.176	158.951	-38.29	0.121
2	2.61×10^{-4}	68.251	20.828	36.389	156.744	-132.397	0.156
3	2.28×10^{-4}	65.732	16.408	27	105	0	0.135
4	8.89×10^{-5}	55.553	15.234	37.832	92.575	-29.055	0.051
5	2.33×10^{-4}	55.469	13.642	24.325	90.736	-120.256	0.139
6	8.06×10^{-5}	58.487	18.61	32.143	102.536	-40.601	0.046
7	2.08×10^{-4}	56.9	25.388	27.504	143.114	-136.637	0.124
8	1.67×10^{-4}	44.449	17.852	20.535	114.257	-104.744	0.098
9	1.19×10^{-4}	41.777	10.64	24.857	80	171.87	0.071
10	1.53×10^{-4}	60.308	14.559	39.5	110	-70.56	0.09
11	1.14×10^{-4}	67.24	15.764	47.52	125.216	-167.005	0.067
12	2.64×10^{-4}	44.462	10.752	25.619	82.669	-52.765	0.157
13	3.08×10^{-4}	47.665	19.026	20.817	118.127	-132.797	0.184
14	1.08×10^{-4}	39.253	10.194	21.374	69.382	-38.66	0.064
15	2.44×10^{-4}	36.639	8.227	24.463	80.319	-139.185	0.145
Mean	1.86×10^{-4}	54.507	16.24	29.537	108.642	-68.739	0.11
SD	7.20×10^{-5}	11.755	5.336	7.941	27.902	83.841	0.043
Min	8.06×10^{-5}	36.639	8.227	20.535	69.382	-167.005	0.046
Max	3.08×10^{-4}	75.418	26.476	47.52	158.951	171.87	0.184

Lampiran VIII Hasil Uji Statistik Diameter dan Swelling Terhadap Variasi Lama Perendaman dan Konsentrasi Porogen

L.8.1 Uji Normalitas Diameter

a) Uji Normalitas Diameter Terhadap Waktu Perendaman

Tests of Normality

	lama perendaman	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Diameter	t0	.161	45	.005	.903	45	.001
	t3	.098	42	.200*	.981	42	.697
	t9	.091	50	.200*	.966	50	.163
	t12	.081	38	.200*	.955	38	.135
	t24	.079	61	.200*	.961	61	.048

a. Lilliefors Significance Correction

*. This is a lower bound of the true significance.

b) Uji Normalitas Diameter Terhadap Konsentrasi Porogen

Tests of Normality

	variasi konsentrasi porogen	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Diameter	AC-0	.103	47	.200*	.960	47	.108
	AC-1	.102	53	.200*	.969	53	.182
	AC2	.105	67	.062	.960	67	.031
	AC-3	.084	69	.200*	.977	69	.228

a. Lilliefors Significance Correction

*. This is a lower bound of the true significance.

L.8.2 Uji Statistik Diameter Terhadap Variasi Porogen dan Waktu Perendaman Menggunakan Teknik Kruskal-Wallis

a) Variasi Porogen

Ranks

varisi konsentrasi porogen		N	Mean Rank
Diameter	AC-0	47	177.66
	AC-1	53	99.53
	AC2	67	97.30
	AC-3	69	113.36
	Total	236	

Test Statistics^{a,b}

Diameter	
Chi-Square	46.236
Df	3
Asymp. Sig.	.000

a. Kruskal Wallis Test

b. Grouping Variable: varisi konsentrasi porogen

b) Lama Perendaman

Ranks

lama perendaman		N	Mean Rank
Diameter	t0	45	49.24
	t3	42	115.98
	t9	50	137.14
	t12	38	109.97
	t24	61	161.36
	Total	236	

Test Statistics^{a,b}

	diameter
Chi-Square	74.726
Df	4
Asymp. Sig.	.000

a. Kruskal Wallis Test

b. Grouping Variable:
lama perendaman

L.8.3 Uji Faktorial Daya *Swelling* Terhadap Variasi Porogen dan Waktu Perendaman

Between-Subjects Factors

		Value Label	N
konsentrasi porogen	1	AC-0	12
	2	AC-1	12
	3	AC-2	12
	4	AC-3	12
waktu perendaman	1	t3	12
	2	t9	12
	3	t12	12
	4	t24	12

Descriptive Statistics

Dependent Variable:swelling

konsentrasi porogen	waktu perendaman	Mean	Std. Deviation	N
AC-0	t3	30.333	1.1547	3
	t9	32.333	3.5119	3
	t12	33.000	1.0000	3
	t24	34.667	2.5166	3
	Total		32.583	2.5391

AC-1	t3	23.000	20.5183	3
	t9	13.333	9.0738	3
	t12	23.000	10.1489	3
	t24	49.333	6.5064	3
	Total	27.167	17.7089	12
AC-2	t3	17.333	4.0415	3
	t9	9.667	8.3267	3
	t12	26.000	15.6205	3
	t24	45.333	15.3080	3
	Total	24.583	17.1912	12
AC-3	t3	28.333	15.5027	3
	t9	10.667	4.5092	3
	t12	45.333	28.0416	3
	t24	53.000	19.6977	3
	Total	34.333	23.4844	12
Total	t3	24.750	12.3002	12
	t9	16.500	11.2533	12
	t12	31.833	16.9375	12
	t24	45.583	13.1665	12
	Total	29.667	17.0023	48

Levene's Test of Equality of Error Variances^a

Dependent Variable:swelling

F	df1	df2	Sig.
3.554	15	32	.001

Tests the null hypothesis that the error variance of the dependent variable is equal across groups.

a. Design: Intercept + porogen + perendaman + porogen * perendaman

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable:swelling

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	8249.333 ^a	15	549.956	3.297	.002

Intercept	42245.333	1	42245.333	253.282	.000
Porogen	748.500	3	249.500	1.496	.234
Perendaman	5466.833	3	1822.278	10.925	.000
porogen * perendaman	2034.000	9	226.000	1.355	.249
Error	5337.333	32	166.792		
Total	55832.000	48			
Corrected Total	13586.667	47			

a. R Squared = .607 (Adjusted R Squared = .423)

Estimated Marginal Means

Grand Mean

Dependent Variable:swelling

Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
		Lower Bound	Upper Bound
29.667	1.864	25.870	33.464

L.8.4 Hasil Uji Post Hoc

a) Konsentrasi Porogen

Multiple Comparisons

Dependent Variable:swelling

	(I) konsentr asi porogen	(J) konsent rasi porogen	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	AC-0	AC-1	5.417	5.272 4	.735	-8.868	19.702
		AC-2	8.000	5.272 4	.439	-6.285	22.285
		AC-3	-1.750	5.272 4	.987	-16.035	12.535
	AC-1	AC-0	-5.417	5.272 4	.735	-19.702	8.868
		AC-2	2.583	5.272 4	.961	-11.702	16.868

		AC-3	-7.167	5.272 4	.533	-21.452	7.118
	AC-2	AC-0	-8.000	5.272 4	.439	-22.285	6.285
		AC-1	-2.583	5.272 4	.961	-16.868	11.702
		AC-3	-9.750	5.272 4	.270	-24.035	4.535
	AC-3	AC-0	1.750	5.272 4	.987	-12.535	16.035
		AC-1	7.167	5.272 4	.533	-7.118	21.452
		AC-2	9.750	5.272 4	.270	-4.535	24.035
LSD	AC-0	AC-1	5.417	5.272 4	.312	-5.323	16.156
		AC-2	8.000	5.272 4	.139	-2.740	18.740
		AC-3	-1.750	5.272 4	.742	-12.490	8.990
	AC-1	AC-0	-5.417	5.272 4	.312	-16.156	5.323
		AC-2	2.583	5.272 4	.627	-8.156	13.323
		AC-3	-7.167	5.272 4	.184	-17.906	3.573
	AC-2	AC-0	-8.000	5.272 4	.139	-18.740	2.740
		AC-1	-2.583	5.272 4	.627	-13.323	8.156
		AC-3	-9.750	5.272 4	.074	-20.490	.990
	AC-3	AC-0	1.750	5.272 4	.742	-8.990	12.490
		AC-1	7.167	5.272 4	.184	-3.573	17.906
		AC-2	9.750	5.272 4	.074	-.990	20.490

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 166.792.

Homogeneous Subsets

Swelling

	konsentrasi porogen	N	Subset
			1
Tukey HSD ^a	AC-2	12	24.583
	AC-1	12	27.167
	AC-0	12	32.583
	AC-3	12	34.333
	Sig.		.270

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 166.792.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 12.000.

b) Waktu Perendaman

Multiple Comparisons

Dependent Variable:swelling

	(I) waktu perendaman	(J) waktu perendaman	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	t3	t9	8.250	5.2724	.412	-6.035	22.535
		t12	-7.083	5.2724	.543	-21.368	7.202
		t24	-20.833*	5.2724	.002	-35.118	-6.548
	t9	t3	-8.250	5.2724	.412	-22.535	6.035
		t12	-15.333*	5.2724	.032	-29.618	-1.048
		t24	-29.083*	5.2724	.000	-43.368	-14.798
	t12	t3	7.083	5.2724	.543	-7.202	21.368
		t9	15.333*	5.2724	.032	1.048	29.618
		t24	-13.750	5.2724	.063	-28.035	.535
	t24	t3	20.833*	5.2724	.002	6.548	35.118
		t9	29.083*	5.2724	.000	14.798	43.368

	t12		13.750	5.2724	.063	-.535	28.035
LSD	t3	t9	8.250	5.2724	.127	-2.490	18.990
		t12	-7.083	5.2724	.189	-17.823	3.656
		t24	-20.833*	5.2724	.000	-31.573	-10.094
		t9	t3	-8.250	5.2724	.127	-18.990
		t12	-15.333*	5.2724	.007	-26.073	-4.594
		t24	-29.083*	5.2724	.000	-39.823	-18.344
	t12	t3	7.083	5.2724	.189	-3.656	17.823
		t9	15.333*	5.2724	.007	4.594	26.073
		t24	-13.750*	5.2724	.014	-24.490	-3.010
	t24	t3	20.833*	5.2724	.000	10.094	31.573
		t9	29.083*	5.2724	.000	18.344	39.823
		t12	13.750*	5.2724	.014	3.010	24.490

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 166.792.

*. The mean difference is significant at the .05 level.

Homogeneous Subsets

Swelling

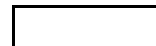
waktu perendaman	N	Subset		
		1	2	3
Tukey HSD ^a t9	12	16.500		
t3	12	24.750	24.750	
t12	12		31.833	31.833
t24	12			45.583
Sig.		.412	.543	.063

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.







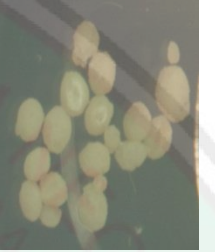

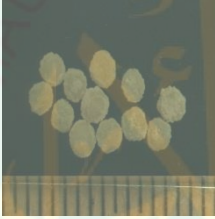

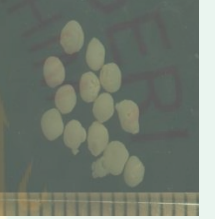
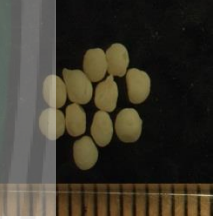
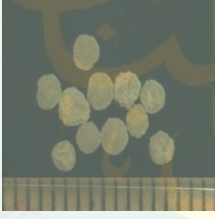
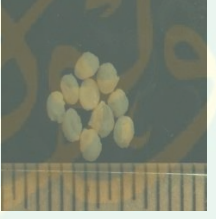


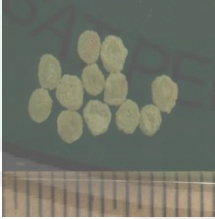
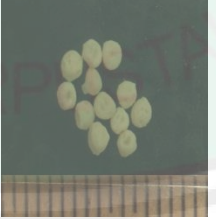
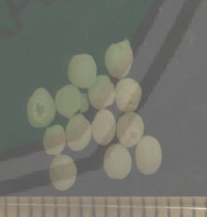
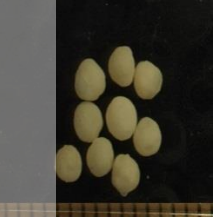




Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 166.792.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 12.000.

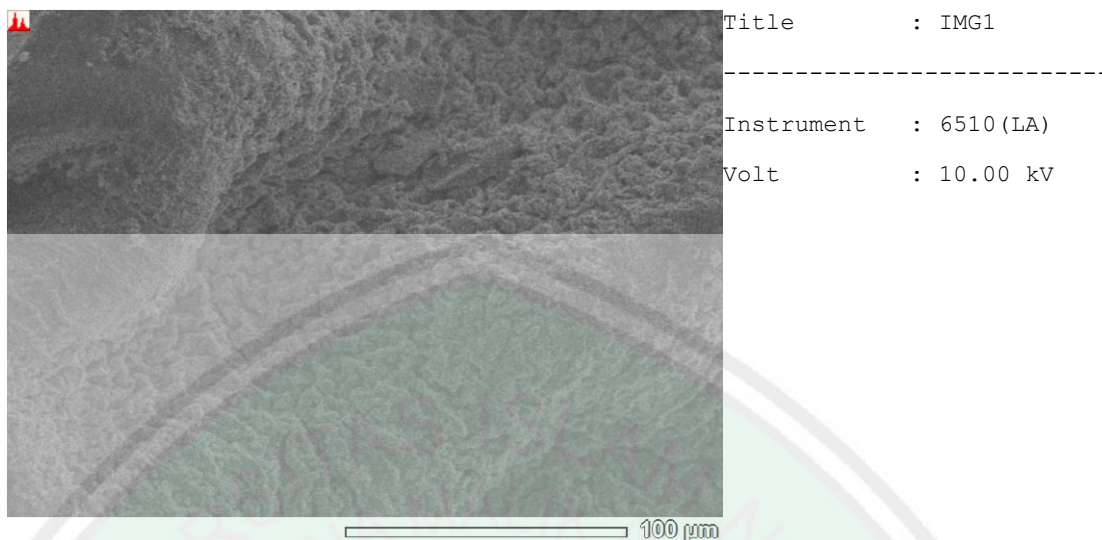


Lampiran IX. Mikroskop Optik

Variasi waktu perendaman	Variasi Porogen			
	AC-0	AC-1	AC-2	AC-3
Beads Basah				
Beads Kering				
Beads T3				
Beads T9				
Beads T12				
Beads T24				

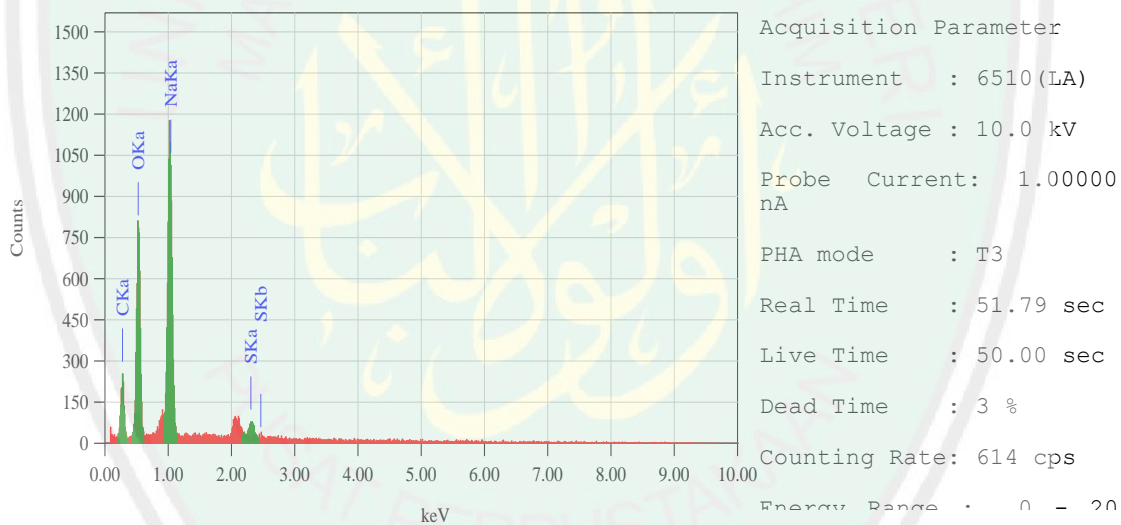
Lampiran X. SEM-EDX

1. SEM-EDX Beads AC-0



Title : IMG1

 Instrument : 6510 (LA)
 Volt : 10.00 kV

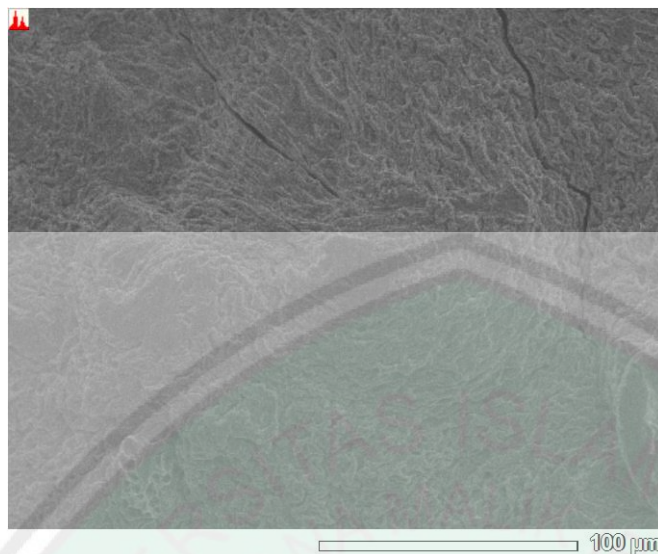


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.5718

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
C K	0.277			31.58		0.49	41.50
18.9289							
O K	0.525			40.26		0.48	39.71
48.3578							
Na K	1.041			25.40		0.39	17.43
29.2521							
S K	2.307			2.76		0.58	1.36
3.4611							
Total		100.00		100.00			

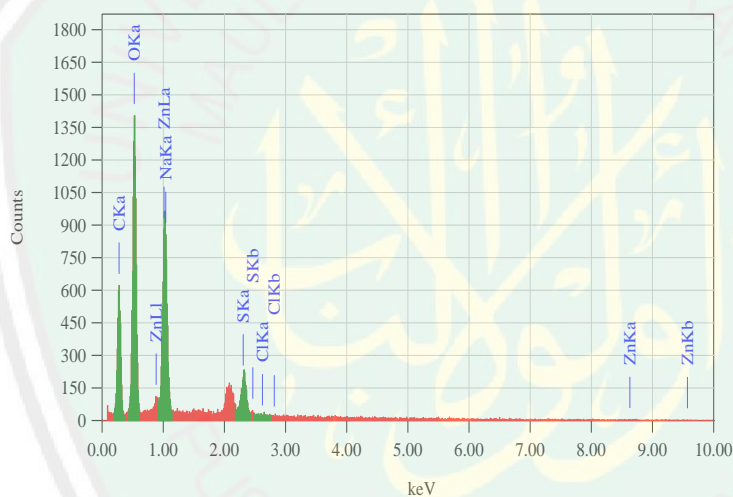
2. SEM-EDX Beads AC-3



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 : 52.26 sec

Live Time : 50.00 sec

Dead Time : 4 %

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.4821

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
K							
C K	28.8831	0.277		41.04		0.25	54.69
O K	43.7482	0.525		35.29		0.27	35.30
Na K	8.4815	1.041		7.05		0.25	4.91
S K	6.0289	2.307		4.01		0.29	2.00
Cl K*	0.0759	2.621		0.05		0.38	0.02
Zn L*	12.7824	1.012		12.55		0.41	3.07